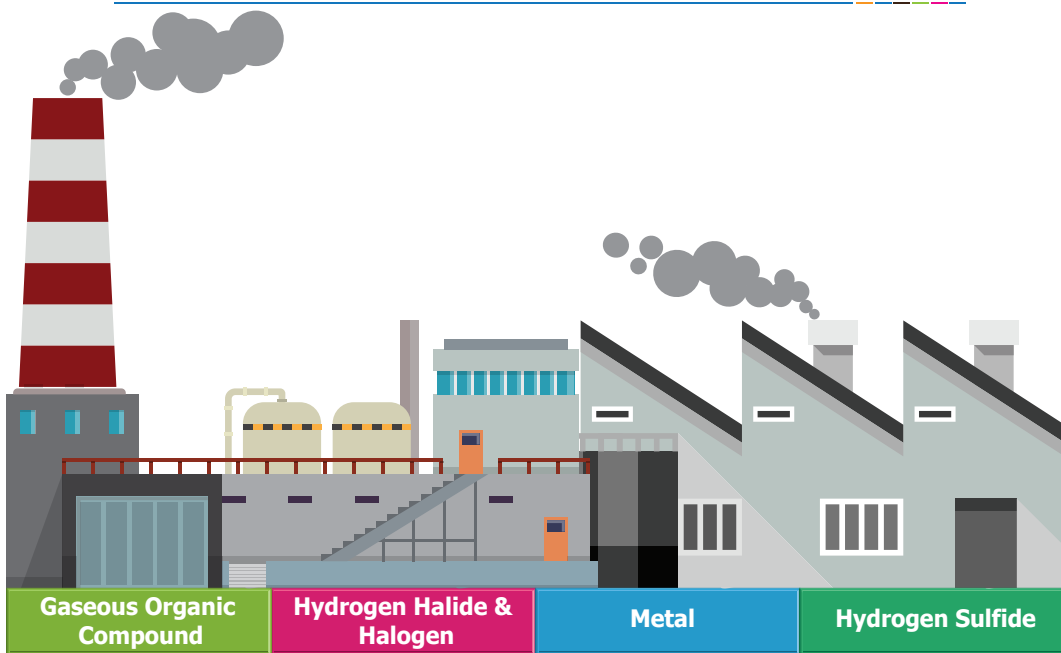


คู่มือ การตรวจวัดมลพิษทางอากาศ จากปล่อยปล่อยทั้งอากาศเสีย ฉบับที่ 2



กรมควบคุมมลพิษ
POLLUTION CONTROL DEPARTMENT

ISBN 974-9879-58-9
คพ. 03-071

กรมควบคุมมลพิษ
กระทรวงทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม



กรมควบคุมมลพิษ
POLLUTION CONTROL DEPARTMENT

คู่มือการตรวจวัดมลพิษทางอากาศจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสีย ฉบับที่ 2

ISBN 974-9879-58-9 คพ. 03-071

ตีพิมพ์ ครั้งที่ 2 พ.ศ. 2562

คู่มือการตรวจวัดมลพิษทางอากาศจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสีย ฉบับที่ 2

พิมพ์ครั้งแรก	มีนาคม 2549	จำนวน 1,000	เล่ม
พิมพ์ครั้งที่ 2 (แก้ไขเพิ่มเติม)	มีนาคม 2562	จำนวน 500	เล่ม

จัดทำโดย

ส่วนมลพิษจากอุตสาหกรรม กองจัดการคุณภาพอากาศและเสียง
กรมควบคุมมลพิษ

เลขเรียกหนังสือมาตรฐานสากล (ISBN) 974-9879-58-9

พิมพ์ที่ บริษัท ธีปรีน จำกัด

208/19 ซ.แจ้งวัฒนะ 6 แยก 2 ถนนแจ้งวัฒนะ

แขวงตลาดบางเขน เขตหลักสี่ กรุงเทพมหานคร 10210

คำนำ

โรงงานอุตสาหกรรมหรือสถานประกอบกิจการอุตสาหกรรมจัดเป็นแหล่งกำเนิดที่มีการระบายมลพิษหลายชนิดออกสู่สิ่งแวดล้อม การตรวจวัดคุณภาพอากาศจากปล่องระบายอากาศเสียของโรงงานอุตสาหกรรม จึงเป็นวิธีการที่ใช้ในการติดตามตรวจสอบและควบคุมการระบายมลพิษให้เป็นไปตามมาตรฐานควบคุมมลพิษจากแหล่งกำเนิด ดังนั้น กองจัดการคุณภาพอากาศและเสีย กรมควบคุมมลพิษ จึงได้จัดทำคู่มือวิธีการตรวจวัดมลพิษทางอากาศจากปล่องฉบับที่ 2 ขึ้น เพื่อให้ความรู้และความเข้าใจเกี่ยวกับเทคนิควิธีการตรวจวัดมลพิษทางอากาศที่ระบายออกจากปล่องโรงงานอุตสาหกรรม ได้แก่ ก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ สารประกอบอินทรีย์ที่อยู่ในรูปก๊าซ ก๊าซไฮโดรเจนเฮลด์ (เช่น ไฮโดรเจนคลอไรด์ ไฮโดรเจนฟลูออไรด์ เป็นต้น) นอกจากนี้ยังมีวิธีตรวจวัดสารโลหะหนักจำนวน 17 ชนิด เช่น ตะกั่ว แคดเมียม แมงกานีส พรอท และอาเซนิก ฯลฯ โดยอ้างอิงวิธีตรวจวัดตามมาตรฐานสากล วิธีที่ 11, 18, 26 และ 29 ขององค์การพิทักษ์สิ่งแวดล้อมแห่งประเทศสหรัฐอเมริกา (United States of Environmental Protection Agency : U.S.EPA) เพื่อมุ่งเน้นให้หน่วยงานที่เกี่ยวข้องทั้งส่วนราชการ และภาคเอกชน ตลอดจนประชาชนผู้สนใจนำไปใช้เป็นแนวทางปฏิบัติในการตรวจวัดสารมลพิษจากปล่องระบายอากาศเสียของโรงงานอุตสาหกรรมดังกล่าว รวมทั้งใช้เป็นวิธีอ้างอิงเพื่อเป็นแนวทางปฏิบัติตามมาตรฐานสากลต่อไป

กองจัดการคุณภาพอากาศและเสีย กรมควบคุมมลพิษ หวังเป็นอย่างยิ่งว่าคู่มือการตรวจวัดคุณภาพอากาศจากปล่องโรงงานอุตสาหกรรมเล่มนี้ จะช่วยให้การปฏิบัติงานด้านการตรวจวัดมลพิษทางอากาศจากปล่องระบายอากาศเสียของโรงงานอุตสาหกรรมมีความถูกต้องและมีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น รวมทั้งเพื่อให้ผลการตรวจวัดมีความถูกต้องและน่าเชื่อถือต่อไป

กองจัดการคุณภาพอากาศและเสีย

กรมควบคุมมลพิษ

มีนาคม 2562

สารบัญ

หน้า

วิธีที่ 11 การตรวจวัดปริมาณก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์

1

ในอากาศเสียจากโรงกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม (Determination of Hydrogen Sulfide Content of fuel Gas Streams in Petroleum Refineries)

วิธีที่ 18 การตรวจวัดปริมาณการระบายก๊าซสารประกอบอินทรีย์

22

จากแหล่งกำเนิดโดยใช้เทคนิค Gas Chromatography

(Measurement of Gaseous Organic Compound Emissions

by Gas Chromatography)

วิธีที่ 26 การหาปริมาณการระบายก๊าซไฮโดรเจนเฮไลด์และฮาโลเจนจากปล่อง

75

ปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่

จากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่

(Determination of Hydrogen Halide and Halogen Emissions from

Stationary Sources)

วิธีที่ 29 การหาปริมาณการระบายสารโลหะจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสีย

99

ของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่

(Determination of Metal Emissions from Stationary Sources)

เอกสารอ้างอิง

วิธีที่ 11 การตรวจวัดปริมาณก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ในอากาศเสียจากโรงกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม (Determination of Hydrogen Sulfide Content of Fuel Gas Streams in Petroleum Refineries)

1. ขอบเขตและการนำไปใช้ (Scope and Application)

1.1 สารที่ทำการวิเคราะห์

สารที่ทำการวิเคราะห์	CAS No.	ช่วงค่าการตรวจวัด
ก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide ; H_2S)	7783-06-4	$8 \text{ mg/m}^3 - 740 \text{ mg/m}^3$ (6 ppm – 520 ppm)

1.2 ขอบเขตของวิธีการ (Applicability) วิธีนี้ใช้สำหรับการตรวจวัดปริมาณก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ในอากาศเสียจากโรงกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม

2. วิธีการตรวจวัดโดยสรุป (Summary of Method)

ตัวอย่างอากาศเสียจะถูกชักออกจากปล่องของแหล่งกำเนิดมลพิษผ่านท่อชักตัวอย่างอากาศและชุด Midget Impingers ซึ่งบรรจุสารละลายแคดเมียมซัลเฟต ($CdSO_4$) ก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์จะถูกดูดซึมและเปลี่ยนรูปเป็นสารแคดเมียมซัลไฟด์ (CdS) แล้วนำสารดังกล่าวไปไตเตรทด้วยสารไอโอดีน

3. สิ่งรบกวนการเก็บและวิเคราะห์ตัวอย่าง (Interferences)

3.1 สารประกอบที่ลดรูปสารไอโอดีน (I_2) หรือออกซิไดซ์ไอออนของไอโอดีน ซึ่งเป็นสิ่งรบกวนในการเก็บตัวอย่างจะถูกรวบรวมใน Impinger ที่บรรจุสารละลาย แคดเมียมซัลเฟต ($CdSO_4$) ก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่มีความเข้มข้นไม่เกิน $2,600 \text{ mg/m}^3$ จะถูกกำจัดใน Impinger ที่บรรจุสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) สารกลุ่ม Thiols จะตกตะกอนพร้อมกับก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ เมื่อไม่มีก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์เหลืออยู่จะเหลือเพียงสารกลุ่ม Thiols เมื่อสารกลุ่ม Thiols ที่เป็นมีเทนและอีเทนมีความเข้มข้น 300 mg/m^3 จะปรากฏเพิ่มขึ้นในก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ จะทำให้ผลการวิเคราะห์มีความคลาดเคลื่อนได้ตั้งแต่ระดับต่ำร้อยละ 2 ที่ระดับความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ 400 mg/m^3 ไปจนถึงร้อยละ 14 ที่ระดับความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ 100 mg/m^3 สารคาร์บอนิลซัลไฟด์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 20 จะไม่รบกวนการเก็บตัวอย่างเนื่องจากสารกลุ่มคาร์บอนิลมีสารประกอบที่ทำปฏิกิริยากับสารไอโอดีนจนเกิดจุด Endpoint อย่างไรก็ดีตาม อะซิทัลดีไฮด์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1 และอะซิโตนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 จะไม่รบกวนการเก็บตัวอย่าง

3.2 ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) จะก่อให้เกิดสิ่งรบกวนเทียบเท่าร้อยละ 100 ของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ในปริมาณเท่ากัน หลีกเลี่ยงการใส่สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ลงไปใน Impinger ที่บรรจุสารละลายแคดเมียมซัลเฟต ($CdSO_4$)

4. อุปกรณ์และเครื่องมือ (Equipment and Supplied)

4.1 อุปกรณ์เก็บตัวอย่าง ชุดอุปกรณ์เก็บตัวอย่างมีรายละเอียดดังนี้

4.1.1 สายเก็บตัวอย่าง (Sample line) ทำจากเทฟลอนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 6 – 7 มิลลิเมตร ($\frac{1}{4}$ นิ้ว) เชื่อมต่อชุดเก็บตัวอย่างกับวาล์วเก็บตัวอย่าง

4.1.2 ชุด Impinger ประกอบด้วย Impinger ชนิด Midget Impinger ขนาด 30 มิลลิลิตร จำนวน 5 ใบ ปลายของแกน Impinger มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1 ± 0.05 มิลลิเมตร และปลายของแกน Impinger มีระยะห่างจากกันของ Impinger 4 – 6 มิลลิเมตร

4.1.3 ท่อ (Tubing) สำหรับเชื่อมต่อกับ Impinger ทำจากแก้วหรือเทฟลอน

4.1.4 ถังใส่น้ำแข็งสำหรับรักษาอุณหภูมิของสารละลายดูดซึมให้อยู่ในสภาวะอุณหภูมิต่ำ

4.1.5 อุปกรณ์สำหรับดูดความชื้น (Drying Tube) บรรจุด้วยซิลิกาเจล ขนาด 6 – 16 mesh หรือเทียบเท่า เพื่อดูดความชื้นจากตัวอย่างอากาศและป้องกันเครื่องมือตรวจวัดและ Pump หากซิลิกาเจลผ่านการใช้งานแล้วให้นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 175 องศาเซลเซียส (หรือ 350 องศาฟาเรนไฮต์) ประมาณ 2 ชั่วโมง สำหรับการเลือกใช้สารดูดความชื้นประเภทอื่นที่มีคุณสมบัติเทียบเท่าหรือดีกว่าซิลิกาเจล ต้องได้รับความเห็นชอบจากหน่วยงานราชการ

ข้อแนะนำ : ไม่ควรใช้ซิลิกาเจลปริมาณมากกว่า 30 กรัม ซิลิกาเจลจะดูดซับก๊าซ เช่น โพรเพน ในเชื้อเพลิงชนิดก๊าซ การใช้ซิลิกาเจลปริมาณมากจะส่งผลให้เกิดข้อผิดพลาดในการตรวจวัดปริมาตรของตัวอย่างอากาศ

4.1.6 วาล์ว (Sampling Valve) เป็นแบบชนิดเข็ม (Needle Valve) หรือเทียบเท่า ใช้สำหรับปรับอัตราการไหลของตัวอย่างอากาศ ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมหรือวัสดุอื่นที่ทนการกัดกร่อน

4.1.7 เครื่องวัดปริมาตรอากาศ (Volume Meter) ใช้ Dry Gas Meter (DGM) ที่มีความแม่นยำในการวัดปริมาตรตัวอย่างอากาศแห้งได้ร้อยละ 2 โดยปรับเทียบความถูกต้องที่อัตราการไหลประมาณ 1 ลิตรต่อนาที ในสภาวะเดียวกับขณะที่ทำการเก็บตัวอย่าง และมีการติดตั้งอุปกรณ์ตรวจวัดอุณหภูมิที่สามารถวัดอุณหภูมิได้ละเอียดถึง 3 องศาเซลเซียส (5.4 องศาฟาเรนไฮต์) เครื่องวัดปริมาตรอากาศควรมีวาล์วเปิดปิด (Petcock) ที่จุด Outlet ซึ่งปิดได้ในระหว่างที่ทำการตรวจสอบการรั่วซึม (Leak – Check) สำหรับการตรวจวัดปริมาตรอากาศในแต่ละรอบไม่ควรเกิน 10 ลิตร

4.1.8 อุปกรณ์วัดอัตราการไหล (Rate Meter) ใช้ Rotameter หรืออุปกรณ์เทียบเท่าที่สามารถวัดอัตราการไหลของตัวอย่างอากาศระหว่าง 0.5 – 2 ลิตรต่อนาที (1 – 4 ลูกบาศก์ฟุตต่อชั่วโมง)

4.1.9 กระบอกตวงแบบแก้ว ขนาด 25 มิลลิลิตร

4.1.10 บารอมิเตอร์ (Barometer) แบบปรอท หรือ Aneroid หรือแบบอื่นที่เทียบเท่าสามารถวัดความดันบรรยากาศได้ถึง 2.5 มิลลิเมตรปรอท (0.1 นิ้วปรอท)

4.1.11 U – Tube Manometer แท่งบรรจุน้ำ (Water Column) มีช่วงค่าตรวจวัดระหว่าง 0-30 เซนติเมตร ใช้สำหรับการทดสอบการรั่วไหล (Leak – Check)

4.1.12 ลูกยางบีบ (Rubber Squeeze Ball) สำหรับรักษาความดันในขั้นตอนการทดสอบการรั่วไหล (Leak – Check)

4.1.13 จุกปิด ตัวหนีบ และท่อต่อ ใช้สำหรับการทดสอบการรั่วไหล (Leak – Check)

4.1.14 ปั๊มดูดตัวอย่างอากาศ เป็นแบบ Diaphragm Pump หรือเทียบเท่าให้แทรกถึง Surge Tank ระหว่างปั๊มและอุปกรณ์วัดอัตราการไหลเพื่อลดผลกระทบจากการทำงานสะดุดของปั๊มซึ่งส่งผลกระทบต่ออุปกรณ์วัดอัตราการไหล

4.1.15 Needle Value หรือ Critical Orifice สำหรับตั้งค่าอัตราการไหลอากาศ (Purge) 1 ลิตรต่อนาที

4.1.16 ท่อบรรจุถ่านกัมมันต์ สำหรับกรองอากาศในขั้นตอน Purge

4.1.17 ขวดปรับปริมาตร ขนาด 1,000 มิลลิลิตร

4.1.18 ปีเปตปรับปริมาตร ขนาด 15 มิลลิลิตร

4.1.19 เกจลดความดัน (Pressure-Reduction Regulator) ขึ้นอยู่กับความดันของตัวอย่างอากาศ อาจจำเป็นต้องใช้เกจลดความดันในการลดความดันของตัวอย่างอากาศที่เข้าสู่ท่อชักตัวอย่างอากาศเทพล่อนให้อยู่ในระดับที่ปลอดภัย

4.1.20 อุปกรณ์ป้องกันไอน้ำ (Cold Trap) หากพบว่ามีน้ำควบแน่นในตัวอย่างอากาศ ให้ติดตั้ง Cold Trap หลังชุดเก็บตัวอย่าง โดยให้รักษาสภาวะของ Cold Trap ไม่ต่ำกว่า 0 องศาเซลเซียส (32 องศาฟาเรนไฮต์) เพื่อหลีกเลี่ยงการควบแน่นของสารไฮโดรคาร์บอน C_3 หรือ C_4

4.2 ชุดอุปกรณ์สำหรับการเก็บรักษาตัวอย่าง (Sample Recovery)

4.2.1 ขวดเก็บตัวอย่าง ใช้ Iodine Flask และจุกแก้วสำหรับปิด ขนาด 500 มิลลิลิตร

4.2.2 ปิเปตปรับปริมาตร ขนาด 50 มิลลิลิตร

4.2.3 กระจกตวงขนาด 25 มิลลิลิตร และ 250 มิลลิลิตร

4.2.4 ขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร

4.2.5 กระจกฉีดยาน้ำกลั่น

4.2.6 ขวดปรับปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร จำนวน 3 ใบ

4.3 อุปกรณ์สำหรับวิเคราะห์ตัวอย่าง

4.3.1 ขวด Iodine Flask และจุกแก้วสำหรับปิด ขนาด 500 มิลลิลิตร

4.3.2 บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร

4.3.3 ขวดรูปชมพู่ ขนาด 125 มิลลิลิตร

4.3.4 ปิเปตปรับปริมาตร ขนาด 25 มิลลิลิตร 1 อัน ขนาด 50 มิลลิลิตร 2 อัน และขนาด 100 มิลลิลิตร 2 อัน

4.3.5 ขวดปรับปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร 1 อัน และ ขนาด 500 มิลลิลิตร 2 อัน

4.3.6 กระจกตวง ขนาด 10 มิลลิลิตร และ 100 มิลลิลิตร

5. สารเคมี

(Reagents and Standards)

5.1 สารเคมีที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง (Sample Collection)

5.1.1 สารละลายดูดซึมแคดเมียมซัลเฟต (CdSO_4) ละลาย $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 41 กรัม และ กรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.1 M ในขวดปรับปริมาตรขนาด 1 ลิตร ที่บรรจุ น้ำปริมาณ $\frac{3}{4}$ ลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ผสมให้เข้ากัน ค่า pH ควรอยู่ระหว่าง 3 ± 0.1 เติมสาร Antifoam B ลงไปประมาณ 10 หยด เขย่าให้เข้ากันก่อนนำมาใช้

สารละลายนี้สามารถใช้งานได้อย่างน้อย 1 เดือน ในกรณีที่ไม่ได้ใช้สาร Antifoam B ให้ใช้ความระมัดระวังในการรักษาสภาพตัวอย่างมากขึ้น รายละเอียดในข้อ 8.2

5.1.2 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยปริมาตร เตรียมโดยเจือจางไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร ให้เตรียมสารละลายสำหรับใช้งานวันต่อวัน

5.1.3 น้ำกลั่นดีไอโอไนซ์ ให้เป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D 1193-77 หรือ 91

5.2 สารเคมีที่ใช้ในการเก็บรักษาตัวอย่าง

5.2.1 น้ำกลั่นดีไอโอไนซ์ เหมือนข้อ 5.1.3

5.2.2 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) 3 M เตรียมโดยการเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นปริมาตร 240 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 1 ลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 500 มิลลิลิตร แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร ผสมให้เข้ากัน

5.2.3 สารละลายไอโอดีน (I_2 Solution) ความเข้มข้น 0.1 N เตรียมโดยละลายโปแตสเซียมไอโอไดด์ (KI) 24 กรัม ในน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร เติมเกล็ดไอโอดีน 12.7 กรัม ในสารละลายโปแตสเซียมไอโอไดด์ เขย่าส่วนผสมจนเกล็ดไอโอดีนละลายหมด ถ้าเป็นไปได้ให้ทิ้งสารละลายค้างคืนในที่มืด ค่อยๆ เจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร ด้วยการแกว่งขวดปรับปริมาตร หากสารละลายขุ่นให้กรองด้วยกระดาษกรอง เก็บสารละลายไว้ในขวดแก้วสีชา

5.2.4 สารละลายมาตรฐานไอโอดีนความเข้มข้น 0.01 N เตรียมโดยตูดสารละลายไอโอดีนความเข้มข้น 0.1 N ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 1 ลิตร แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร ปรับเทียบมาตรฐานสำหรับใช้งานสารละลายวันต่อวัน ปิดฝาขวดเก็บสารละลายให้แน่นและต้องมีการป้องกันไม่ให้สารละลายถูกแสง

5.3 สารเคมีที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่าง

5.3.1 น้ำกลั่นดีไอออนไนซ์ เหมือนข้อ 5.1.3

5.3.2 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.1 N เตรียมโดยละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟต เพนตะไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 24.8 กรัม หรือแอนไฮดรัสโซเดียมไฮโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 15.8 กรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตร และเติมแอนไฮดรัสโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) 0.01 กรัม แล้วเติมคลอโรฟอร์ม (CHCl_3) เพื่อปรับเสถียร ผสมให้เข้ากันโดยการเขย่าหรือเป่าด้วยก๊าซไนโตรเจนประมาณ 15 นาที เก็บไว้ในขวดแก้วมีฝาปิด แล้วหาความเข้มข้นที่แน่นอน (Standardize) ตามขั้นตอนในข้อ 8.2.2

5.3.3 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.01 N เตรียมโดยดูดสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.1 N ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตร แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร

ข้อแนะนำ: อาจใช้สารละลาย Phenylarsine Oxide ($\text{C}_6\text{H}_5\text{AsO}$) ความเข้มข้น 0.01 N แทน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ความเข้มข้น 0.01 N

5.3.4 สารละลายมาตรฐาน Phenylarsine Oxide ความเข้มข้น 0.01 N ละลาย Phenylarsine Oxide ($\text{C}_6\text{H}_5\text{AsO}$) 1.8 กรัม ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.3 N หลังจากตกตะกอนแล้วให้รินสารละลายปริมาตร 140 มิลลิลิตร ลงไปในน้ำกลั่นปริมาตร 800 มิลลิลิตร ปรับค่า pH ของสารละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 6 N แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร แล้ว Standardize ตามขั้นตอนในข้อ 8.2.3

5.3.5 สารละลาย Starch Indicator เตรียมโดยละลายแป้งปริมาณ 10 กรัม ลงในน้ำ 100 มิลลิลิตร แล้วเติมสารโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 15 กรัม กวนจนละลาย เจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 900 ลิตร ปลอยทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง ปรับสภาพให้เป็นกลางโดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (Concentrated HCl) ทดสอบด้วยแถบกระดาษวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง หลังจากนั้นให้เติม Glacial Acetic acid 2 มิลลิลิตร เพื่อรักษาสภาพ

ข้อแนะนำ: ทดสอบสารละลาย Starch Indicator โดยการไตเตรตด้วย สารละลายไอโอดีน (I_2) ความเข้มข้น 0.01 N สารละลาย Starch Indicator 4 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร มีสาร KI อยู่ 1 กรัม หยอดสารละลายไอโอดีน (I_2) ความเข้มข้น 0.01 N 4 หยด สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีฟ้า ให้เตรียมสารละลายใหม่ทุกครั้งที่ใช้งาน

6. การเก็บตัวอย่างอากาศ การเก็บรักษาตัวอย่าง การบรรจุ และการขนย้าย (Sample collection, Preservation, Storage, and Transport)

6.1 การเตรียมชุดเก็บตัวอย่างอากาศ ประกอบชุดเก็บตัวอย่างอากาศ ตามภาพที่ 11-1 ต่อชุด Midget Impinger 5 ใบ เข้ากับท่อชักตัวอย่างอากาศ โดย Impinger ตัวที่ 1 ใส่ 3% H_2O_2 ปริมาตร 15 มิลลิลิตร Impinger ตัวที่ 2 ปล่อยว่างไว้ Impinger ตัวที่ 3, 4 และ 5 สารละลาย $CdSO_4$ ปริมาตร 15 มิลลิลิตร วางชุด Impinger ลงในถังน้ำแข็ง ใส่น้ำแข็งบดรอบๆ Impinger หากจำเป็นอาจต้องเติมน้ำแข็งเพิ่ม ขณะที่ทำการเก็บตัวอย่าง

6.2 การตรวจสอบการรั่วซึม (Leak-Check Procedure)

6.2.1 ต่อจุกกลูยางกับและ Manometer กับ Impinger ใบที่ 1 แสดง ดังภาพที่ 11-1 ปิดวาล์วที่ปลายเปิดของ DGM เพิ่มความดันในชุดเก็บตัวอย่างอากาศ (Sampling Train) เท่ากับ 25 เซนติเมตรน้ำ ด้วยลูกยางบีบ แล้วปิดปลายท่อที่ต่อกับ ลูกยาง ต้องคงความดันในชุดเก็บตัวอย่างอากาศไว้ที่ 25 เซนติเมตรน้ำ โดยมีความดันลดลงได้ไม่เกิน 1 เซนติเมตรน้ำในเวลา 1 นาที สามารถใช้ไขข้น (Grease) สำหรับอุดรอยรั่วระหว่างจุกปิดกับข้อต่อที่เป็นแก้วได้

6.2.2 หากใช้เครื่องสูบอากาศ (Pump) ในการชักตัวอย่างอากาศ มีข้อแนะนำให้แยกตรวจสอบการรั่วซึมของเครื่องสูบอากาศก่อนหรือหลังเก็บตัวอย่างอากาศ ขั้นตอนการตรวจสอบการรั่วซึมของเครื่องสูบอากาศ คือ แยกท่อที่เชื่อมต่อกับชุด Impinger แล้วต่อ Vacuum Gauge กับปลายขาเข้าของท่อหรือปั๊ม ปรับค่าสูญญากาศประมาณ 250 มิลลิเมตรปรอท (10 นิ้วปรอท) อุดที่ปลายเปิดของ Flow

Meter แล้วปิดเครื่องสูบลมอากาศ รักษาภาวะสุญญากาศไว้อย่างน้อย 30 วินาที หากเป็นการตรวจสอบการรั่วซึมก่อนเก็บตัวอย่างอากาศ ให้ตรวจสอบการรั่วของเครื่องสูบลมอากาศก่อนตรวจสอบชุดเก็บตัวอย่างอากาศ หากตรวจสอบการรั่วซึมหลังเก็บตัวอย่างอากาศให้ตรวจสอบการรั่วซึมของเครื่องสูบลมอากาศหลังการตรวจสอบชุดเก็บตัวอย่างอากาศ

6.3 โล่อากาศออกจากระบบ (Purge) ต่อสายระหว่างวาล์วเก็บตัวอย่างและ Impinger ตัวแรก โดยแยกท่อเก็บตัวอย่างอากาศออกจาก Impinger ตัวแรก เปิดวาล์วเก็บตัวอย่างอากาศแล้วปล่อยให้อากาศไหลผ่านระบบ 1 – 2 นาที จากนั้นปิดวาล์วเก็บตัวอย่างอากาศ แล้วต่อท่อเก็บตัวอย่างอากาศกับชุด Impinger เปิดวาล์ว Petcock ที่ปลายเปิดของ Dry Gas Meter บันทึกค่าปริมาตรอากาศแห่งเริ่มต้น

6.4 เปิดวาล์วเก็บตัวอย่าง แล้วปรับอัตราการดูดอากาศประมาณ 1 ลิตร/นาที (0.035 ลูกบาศก์ฟุตต่อวินาที) รักษาอัตราการไหลของอากาศคงที่ร้อยละ ± 10 ในขณะที่ทำการชักตัวอย่างอากาศ บันทึกค่าอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องตรวจวัด

6.5 เก็บตัวอย่างอากาศ อย่างน้อย 10 นาที เมื่อสิ้นสุดการชักตัวอย่างให้ปิดวาล์วเก็บตัวอย่างและบันทึกค่าปริมาตรอากาศและอุณหภูมิสุดท้าย และทำการทดสอบการรั่วซึมของชุดเก็บตัวอย่างอากาศตามขั้นตอนในข้อ 6.2 หากสารละลายแคดเมียมซัลเฟตใน Impinger สุดท้ายมีสีเหลือง บ่งชี้ว่าสารละลายดูดซึมถูกใช้ไป ควรเพิ่ม Impinger แคดเมียมซัลเฟต ต่อจากชุดเก็บตัวอย่าง และตัวอย่างที่มีสีเหลืองใน Impinger สุดท้ายควรจะทิ้ง

6.6 แยกชุด Impinger ออกจากท่อชักตัวอย่างอากาศ เชื่อม Charcoal Tube กับเครื่องสูบลมอากาศ ตามภาพที่ 11 – 1 โล่อากาศผ่านระบบที่อัตราการไหล 1 ลิตรต่อวินาที (0.035 ลูกบาศก์ฟุตต่อวินาที) ด้วยอากาศในบรรยากาศที่สะอาด 15 นาที เพื่อให้มั่นใจว่า H_2S ถูกกำจัดออกจาก H_2O_2 ทั้งหมด สำหรับการเก็บรักษาตัวอย่างให้ปิดจุกของปลายเปิดของชุดเก็บตัวอย่างทั้งหมด และเคลื่อนย้ายชุด Impinger ไปยังพื้นที่สะอาดและห่างไกลจากแหล่งผลิตความร้อน ซึ่งควรเป็นพื้นที่ที่มีแสงสว่างเพียงพอและไม่ได้รับผลกระทบจากแสงอาทิตย์

6.7 การเก็บรักษาตัวอย่าง (Sample Recovery)

6.7.1 เทสารไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ใน Impinger ที่ 1 ที่ ค่อยๆ ล้างสารละลายใน Impinger ที่ 3, 4 และ 5 ด้วยน้ำกลั่นอย่างระมัดระวังลงใน Iodine Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร

ข้อแนะนำ: โดยปกติจะเหลือคราบบางๆ ของ CdS ที่ Impinger หลังจากล้างด้วยน้ำกลั่น หากไม่ได้ใช้สาร Antifoam B หรือพบคราบสีเหลืองของ CdS เหลืออยู่อย่างมีนัยสำคัญ ให้เก็บรักษาตัวอย่างตามขั้นตอนที่ระบุในข้อ 9.2

6.7.2 การวิเคราะห์ตัวอย่างให้เป็นไปตามข้อ 8

7. การควบคุมคุณภาพ (Quality control)

หัวข้อ	มาตรการควบคุมคุณภาพ	ผลกระทบ
6.2, 8.1	การเปรียบเทียบอุปกรณ์เครื่องมือสำหรับเก็บตัวอย่าง และการตรวจสอบการรั่วซึม	ตรวจสอบให้มั่นใจว่าการตรวจวัด ปริมาตรอากาศเสียถูกต้องแม่นยำ
9.2	การทำไทดเรท Blanks ซ้ำ	ตรวจสอบให้มั่นใจว่าการหาค่า ไทดเรทมีความถูกต้อง

8. การปรับเทียบความถูกต้อง และการปรับเทียบมาตรฐาน (Calibration and Standardization)

8.1 การปรับเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์เครื่องมือสำหรับเก็บตัวอย่าง

8.1.1 เครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง (Dry Gas Meter ; DGM)

8.1.1.1 การปรับเทียบความถูกต้องเริ่มต้น ควรมีการปรับเทียบความถูกต้องของ DGM ก่อนใช้งานในภาคสนาม โดยมีขั้นตอนดังนี้ ขั้นแรกประกอบอุปกรณ์เก็บตัวอย่าง ได้แก่ อุปกรณ์สำหรับดูดความชื้น (Drying Tube), Needle Valve, เครื่อง

สูบลอากาศ, อุปกรณ์วัดอัตราการไหล (Rotameter) และเครื่องวัดปริมาตรอากาศ (DGM) แล้วตรวจสอบการรั่วซึมของเครื่องมือตรวจวัดโดยติด Vacuum Gauge (อย่างน้อย 760 มิลลิเมตรปรอท) ที่ปลายขาเข้าของอุปกรณ์สำหรับดูดความชื้น และทำให้เป็นสุญญากาศที่ 250 มิลลิเมตรปรอท (10 นิ้วปรอท) ปิดที่ปลายขาออกของอุปกรณ์วัดอัตราการไหล จากนั้นให้ปิดเครื่องสูบลอากาศ รักษาสถานะสุญญากาศไว้อย่างน้อย 30 วินาที ค่อยๆ คลาย Vacuum Gauge ก่อนค่อยคลาย Flow Meter จากนั้นให้ต่อเครื่อง Wet Test Meter กับปลายขาเข้าของอุปกรณ์สำหรับดูดความชื้นโดยเลือกขนาด Wet Test Meter ให้เหมาะสม เช่น 1 ลิตรต่อรอบการหมุน (Revolution) ทำการปรับเทียบความถูกต้อง 3 รอบ โดยในการทดสอบแต่ละครั้งให้ใช้รอบการวัดของ DGM อย่างน้อย 5 รอบ ให้คำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การปรับเทียบความถูกต้องของเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห่ง (Calibration Factor, Y) (ปริมาตรของ WetTest Meter หารด้วยปริมาตรที่วัดจาก DGM สภาวะอ้างอิงที่อุณหภูมิและความดันเดียวกัน) ในแต่ละรอบการทดสอบแล้วนำค่าที่คำนวณได้มาหาค่าเฉลี่ย หากพบค่า Y เบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ยมากกว่าร้อยละ 2 ไม่สามารถนำ DGM มาใช้งานได้ หรืออาจใช้ค่าเฉลี่ยเป็นค่า Y สำหรับการทดสอบครั้งต่อไป

8.1.1.2 การปรับเทียบความถูกต้องหลังการเก็บตัวอย่าง หลังจากการเก็บตัวอย่างแต่ละครั้งให้ปรับเทียบความถูกต้องตามขั้นตอนในข้อ 8.1.1.1 ยกเว้น (1) ใช้รอบการหมุนของ DGM 3 รอบหรือมากกว่าในการทดสอบ และ (2) หากค่าสัมประสิทธิ์การปรับเทียบความถูกต้อง (Calibration Factor) เบี่ยงเบนไม่เกินร้อยละ 5 จาก Calibration Factor เริ่มต้น (ตามข้อ 8.1.1.1) ให้ทำการทดสอบเพียง 2 ครั้ง หลังจากนั้นปริมาตรของ DGM ที่อ่านได้ขณะที่ทำการทดสอบถือว่ายอมรับได้ หากค่าสัมประสิทธิ์การปรับเทียบความถูกต้อง (Calibration Factor) เบี่ยงเบนเกินร้อยละ 5 ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องซ้ำตามขั้นตอนในข้อ 8.1.1.1 ในการคำนวณให้ใช้ค่า Calibration Factor (เริ่มต้น และจากการทำซ้ำ) ที่ให้ค่าปริมาตรอากาศต่ำกว่าในแต่ละรอบการทดสอบ

8.1.2 Temperature Sensors ปรับเทียบความถูกต้องเทียบกับเทอร์มิสเตอร์ปรอท อาจใช้เทอร์มิสเตอร์ชนิดอื่นที่มีคุณสมบัติเทียบเท่าในการอ่านค่าอุณหภูมิ

8.1.3 มิเตอร์วัดอัตราการไหล (Rate Meter) ไม่จำเป็นต้องทำการปรับเทียบ แต่ควรทำความสะอาดและบำรุงรักษาตามที่กำหนดไว้ในคู่มือ

8.1.4 บารอมิเตอร์ ปรับเทียบความถูกต้องเทียบกับบารอมิเตอร์ปรอท

8.2 การปรับเทียบสารละลายมาตรฐาน (Standardization)

8.2.1 การปรับเทียบสารละลายมาตรฐานไอโอดีน ปรับเทียบสารละลายมาตรฐานไอโอดีนความเข้มข้น 0.01 N ในวันที่ใช้งาน ตามขั้นตอนต่อไปนี้
 ปิเปตสารละลายไอโอดีนปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 3 M ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟตความเข้มข้น 0.01 N หรือสารละลาย Phenylarsine Oxide (C_6H_5AsO) ความเข้มข้น 0.01 N จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อนจนให้เข้ากันช้าๆ แล้วหยดสารละลาย Starch Indicator ลงไป 4 หยด สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีฟ้า ค่อยๆ ไตเตรทจนกระทั่งสีฟ้าหายไป บันทึกปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟตที่ใช้ V_{SI} หรือปริมาตรสารละลาย Phenylarsine Oxide (C_6H_5AsO) ที่ใช้ V_{AI} หน่วยเป็นมิลลิลิตร ทำซ้ำจนกระทั่งค่าที่ตรวจวัดได้มีความแตกต่างไม่เกิน 0.05 มิลลิลิตร คำนวณค่า Normality ของสารละลายไอโอดีนโดยใช้สมการ 11 - 3 ให้ทำการปรับเทียบสารละลายมาตรฐานทุกวันที่มีการใช้งาน

8.2.2 การปรับเทียบสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟต
 ปรับเทียบสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟตความเข้มข้น 0.1 N ดังนี้
 อบสารโปแตสเซียมไดโครเมท ($K_2Cr_2O_7$) ที่อุณหภูมิ 180 – 200 องศาเซลเซียส (360 – 390 องศาฟาเรนไฮต์) ชั่งน้ำหนักสารไดโครเมท (W) ปริมาณ 2 กรัม โดยให้จดบันทึกค่าน้ำหนักที่ใกล้เคียงที่สุดในหน่วยมิลลิกรัม เทสารไดโครเมทลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 500 มิลลิกรัม ละลายน้ำแล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ละลายสารโปแตสเซียมไอโอไดด์ (KI) ปริมาณ 3 กรัม ในน้ำกลั่น 45 มิลลิลิตร ในขวด Iodine Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 3 M ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ปิเปตสารละลายไดโครเมท ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในส่วนผสมค่อยๆ แก้วขวดให้สารผสมกัน ทิ้งไว้ในที่มืด 5 นาที เจือจางด้วยน้ำกลั่น 100 – 200 มิลลิลิตร ใช้น้ำกลั่นล้างขอบขวดรูปชมพู่

ไตเตรทด้วยสารโซเดียมไฮโอซัลเฟตความเข้มข้น 0.1 N จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลือง เติม Starch Indicator ปริมาตร 4 มิลลิลิตร แล้วค่อยๆ ไตเตรทจนถึงจุด End Point สารละลายเปลี่ยนเป็นสีเขียว บันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟตที่ใช้ V_s ในหน่วยมิลลิลิตร ทำซ้ำจนกระทั่งค่าที่ตรวจวัดได้มีค่าความแตกต่างไม่เกิน 0.05 มิลลิลิตร คำนวณค่า Normality ของสารละลายโดยใช้สมการ 11-1 ให้ทำการปรับเทียบมาตรฐานในแต่ละสัปดาห์ หรือหลังจากการเก็บตัวอย่างแต่ละครั้งขึ้นอยู่กับวาระเวลาใดสั้นกว่า

8.2.3 การปรับเทียบสารละลายมาตรฐาน Phenylarsine Oxide (C_6H_5AsO) ปรับเทียบ C_6H_5AsO มาตรฐาน ความเข้มข้น 0.01 N (กรณีที่ใช้) ดังนี้
 1. อบ C_6H_5AsO ละลาย Phenylarsine Oxide (C_6H_5AsO) อบสารโปแตสเซียมไดโครเมท ($K_2Cr_2O_7$) ที่อุณหภูมิ 180 – 200 องศาเซลเซียส (360 – 390 องศาฟาเรนไฮต์) ซึ่งน้ำหนักสารไดโครเมท (W) ปริมาณ 2 กรัม โดยให้จดบันทึกค่าน้ำหนักที่ใกล้เคียงที่สุดในหน่วยมิลลิกรัม เทสารไดโครเมทลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 500 มิลลิกรัม ละลายน้ำแล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ละลายสารโปแตสเซียมไอโอไดด์ (KI) ปริมาณ 0.3 กรัม ในน้ำกลั่น 45 มิลลิลิตร ในขวด Iodine Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 3 M ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ปิเปตสารละลายไดโครเมทปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลงในส่วนผสม ค่อยๆ แก้วขวดให้สารผสมกันทิ้งไว้ในที่มืด 5 นาที เจือจางด้วยน้ำกลั่น 100 – 200 มิลลิลิตร ใช้ น้ำกลั่นล้างขอบขวดรูปชมพู่ ไตเตรทด้วย C_6H_5AsO ความเข้มข้น 0.01 N จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลือง เติม Starch Indicator ปริมาตร 4 มิลลิลิตร แล้วค่อยๆ ไตเตรทจนถึงจุด End Point สารละลายเปลี่ยนเป็นสีเขียว บันทึกปริมาตร C_6H_5AsO ที่ใช้ V_A ในหน่วยมิลลิลิตร ทำซ้ำจนกระทั่งค่าที่ตรวจวัดได้มีค่าความแตกต่างไม่เกิน 0.05 มิลลิลิตร คำนวณค่า Normality ของสารละลายโดยใช้สมการ 11 - 2 ให้ทำการปรับเทียบมาตรฐานในแต่ละสัปดาห์หรือหลังจากการเก็บตัวอย่างแต่ละครั้ง ขึ้นอยู่กับวาระเวลาใดสั้นกว่า

9. วิธีการวิเคราะห์ (Analytical Procedure)

ให้ทำการไตเตรทสารละลายในพื้นที่ที่สะอาด และไม่ได้รับผลกระทบจากแสงแดด

9.1 ปิเปตสารละลายไอโอดีนความเข้มข้น 0.01 N ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในขวดชมพูขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริก 3 M ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงไป สารละลายจะเปลี่ยนเป็น Acidified I_2 ล้างด้วย Acidified I_2 ด้วยปริมาตรที่แน่นอนลงไปใน Iodine Flask ปิดปากขวดทันที แล้วเขย่าสักครู่

9.2 ให้ใช้ขั้นตอนต่อไปนี้หากไม่ได้ใช้สาร Antifoam B หรือกรณีที่พบสารละลายแคดเมียมซัลไฟด์ (CdS) สีเหลืองเหลืออยู่ใน Impinger สกัด CdS ที่เหลือออกจาก Impinger ที่ 3, 4 และ 5 โดยใช้สารละลาย Acidified I_2 ล้างลงใน Impinger ปิดฝาแล้วเขย่าสักพัก จากนั้นให้เทของเหลวลงไปใน Iodine Flask โดยตรงห้ามเทของเหลวที่ล้างจาก Impinger หนึ่งไปอีก Impinger หนึ่ง การใช้สารละลาย Acidified I_2 ล้างสารตกค้างลงไปในภาชนะแก้วที่บรรจุ CdS ต้องปิดฝาทลอดเวลา ยกเว้นหากต้องมีการเติมสารละลาย ซึ่งต้องทำอย่างรวดเร็วและระมัดระวัง หลังจากเติมสารละลาย Acidified I_2 ลงไปใน Iodine Flask แล้ว ให้ทิ้งไว้ประมาณ 2-3 นาที เพื่อให้เกิดการดูดซึมก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ ก่อนที่จะมีการเติมสารละลายอื่น ทำการสกัดไอโอดีนซ้ำจนกระทั่งกำจัด CdS ออกจาก Impinger ข้อต่ออุปกรณ์ที่เป็นแก้วทั้งหมด ล้างไอโอดีนออกจาก Impinger ข้อต่อ และปั๊มเกอร์ ลงไปใน Iodine Flask โดยใช้ น้ำกลั่น ปิดฝาและเขย่าสักครู่

9.3 ปลอ่ย Iodine Flask ทิ้งไว้ในที่มืด ประมาณ 30 นาที เพื่อให้ก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ดูดซึมในสารไอโอดีน จากนั้นทำการไตเตรทตามขั้นตอนในข้อ 9.5 และ 9.6

หมายเหตุ: ไอโอดีนจะระเหยออกจาก Acidified I_2 ดังนั้นตัวอย่างที่อยู่ใน Acidified I_2 อาจจะไม่ถูกกักเก็บ ดังนั้นต้องทำการวิเคราะห์ตามเวลาที่กำหนดข้างต้น

9.4 เตรียมสารละลาย Blanks โดยการเติมสารละลายดูดซึม $CdSO_4$ ปริมาตร 45 มิลลิลิตร ลงไปใน Iodine Flask ขนาด 125 มิลลิลิตร แล้วปิเปตสารละลายไอโอดีนความเข้มข้น 0.01 N ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงไปในขวด เติมกรดไฮโดรคลอริก 3 M

ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ปิดฝาขวดแล้วเขย่าสักครู่ ทิ้งไว้ในที่มีดประมาณ 30 นาที แล้วให้ไตเตรทพร้อมกับสารตัวอย่าง

หมายเหตุ: ในการวิเคราะห์สารละลาย Blank ต้องดำเนินการเช่นเดียวกับการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

9.5 ใช้สารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟตความเข้มข้น 0.01 N (หรือ C_6H_5AsO ความเข้มข้น 0.01 N) ให้ทำการไตเตรทสารตัวอย่างอย่างรวดเร็วใน Iodine Flask แก้วขวดเบาๆ ให้สารละลายผสมกัน จนกระทั่งสารละลายกลายเป็นสีเหลืองอ่อน เติมสารละลาย Starch Indicator ปริมาตร 4 มิลลิลิตร แล้วค่อยๆ ไตเตรทจนถึงจุด End Point สีฟ้าจางหายไป บันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟตที่ใช้ V_{TT} ในหน่วยมิลลิลิตร หรือปริมาตรของ C_6H_5AsO ที่ใช้ V_{AT} ในหน่วยมิลลิลิตร

9.6 ไตเตรทสารละลาย Blanks ด้วยขั้นตอนเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ตัวอย่าง ให้วิเคราะห์ Blanks ซ้ำทุกครั้งในวันที่วิเคราะห์ตัวอย่างจนพบว่ามีค่าความแตกต่างไม่เกิน 0.05 มิลลิลิตร ให้หาค่าเฉลี่ยของการไตเตรทที่มีค่าความแตกต่างไม่เกิน 0.05 มิลลิลิตร

10. การวิเคราะห์ข้อมูลและคำนวณผล (Data Analysis and Calculations)

ให้ทำการคำนวณผลการตรวจวัดโดยคงจำนวนตัวเลขนัยสำคัญไว้มากกว่าจำนวนเลขนัยสำคัญของค่าที่ได้จากการตรวจวัดอย่างน้อย 1 ตำแหน่ง และเมื่อได้ผลลัพธ์สุดท้ายของการคำนวณ ให้ปัดเลขนัยสำคัญตัวสุดท้ายตามหลักคณิตศาสตร์

10.1 สัญลักษณ์ที่ใช้ (Nomenclature)

C_{H_2S} = ค่าความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่สภาวะมาตรฐาน มีหน่วยเป็น มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เมตร (mg/dscm)

N_A = Normality ของสารละลายมาตรฐาน Phenylarsine Oxide (C_6H_5AsO) มีหน่วยเป็นกรัมสมมูลต่อลิตร (g-eq/liter)

N_I = Normality ของสารละลายมาตรฐานไอโอดีน มีหน่วยเป็นกรัมสมมูลต่อลิตร (g-eq/liter)

N_S = Normality ของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟต (≈ 0.1 N) มีหน่วยเป็นกรัมสมมูลต่อลิตร (g-eq/liter)

N_T = Normality ของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟต (≈ 0.01 N) มีหน่วยเป็นกรัมสมมูลต่อลิตร (g-eq/liter)

P_{bar} = ความดันบรรยากาศ ณ จุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท (mmHg)

P_{std} = ความดันสัมบูรณ์ที่สภาวะมาตรฐาน มีค่าเท่ากับ 760 มิลลิเมตรปรอท (mmHg)

T_m = อุณหภูมิสัมบูรณ์โดยเฉลี่ยของตัวอย่างที่เครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง มีหน่วยเป็นเคลวิน ($^{\circ}\text{K}$)

T_{std} = อุณหภูมิสัมบูรณ์ที่สภาวะมาตรฐาน มีค่าเท่ากับ 298 เคลวิน

V_A = ปริมาตรของ $\text{C}_6\text{H}_5\text{AsO}$ ที่ใช้ในการปรับมาตรฐาน มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ml)

V_{Al} = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน $\text{C}_6\text{H}_5\text{AsO}$ ที่ใช้ในการไตเตรท มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ml)

V_I = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานไอโอดีนที่ใช้ในการปรับมาตรฐาน มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ml)

V_{IT} = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานไอโอดีนที่ใช้ในการไตเตรท มีค่าเท่ากับ 50 มิลลิลิตร (ml)

V_m = ปริมาตรอากาศแห้งที่อ่านได้จากเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง มีหน่วยเป็นลิตร (l)

$V_{m(std)}$ = ปริมาตรอากาศแห้งที่อ่านได้จากเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง ที่สภาวะมาตรฐาน (25 องศาเซลเซียส และ 760 มิลลิเมตรปรอท) มีหน่วยเป็น ลิตร (l)

V_{SI} = ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 N ที่ใช้ในการไตเตรท มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ml)

V_T = ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (≈ 0.01 N) ที่ใช้ในการปรับมาตรฐานของสารละลายไอโอดีน (รายละเอียดตามข้อ 8.2.1) มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ml)

V_{TT} = ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (≈ 0.01 N) ที่ใช้ในการไตเตรท มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ml)

W = น้ำหนักของ $K_2Cr_2O_7$ ที่ใช้ในการปรับมาตรฐานสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และสารละลาย C_6H_5AsO (รายละเอียดตามข้อ 8.2.2 และ 8.2.3) มีหน่วยเป็นกรัม (g)

Y = ค่าสัมประสิทธิ์การปรับเทียบความถูกต้องของเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง

10.2 การคำนวณ Normality ของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (≈ 0.1 N)

$$N_s = \frac{2.039 W}{V_s} \quad \text{สมการ 11 - 1}$$

$$\begin{aligned} \text{เมื่อ Conversion Factor} &= 2.039 \\ &= (6 \text{ g-eq/l2/mole } K_2Cr_2O_7) \times (1,000 \text{ ml/liter}) / (294.2 \text{ g } K_2Cr_2O_7/\text{mole}) \times (10 \text{ Aliquot Factor}) \end{aligned}$$

10.3 การคำนวณ Normality ของสารละลายมาตรฐาน C_6H_5AsO (กรณี

$$N_A = \frac{0.2039 W}{V_A} \quad \text{สมการ 11 - 2}$$

$$\begin{aligned} \text{เมื่อ Conversion Factor} &= 0.2039 \\ &= (6 \text{ g-eq } I_2/\text{mole } K_2Cr_2O_7) \times (1,000 \\ &\quad \text{mL/liter}) / (294.2 \text{ g } K_2Cr_2O_7/\text{mole}) \\ &\quad \times (10 \text{ Aliquot Factor}) \end{aligned}$$

10.4 การคำนวณ Normality ของสารละลายมาตรฐานไอโอดีน

$$N_I = \frac{N_T V_T}{V_I} \quad \text{สมการ 11 - 3}$$

หมายเหตุ : หากใช้สาร C_6H_5AsO แทนโซเดียมไธโอซัลเฟต ให้แทนค่า N_T และ V_T ในสมการ 11 - 3 ด้วย N_A และ V_{AS} ตามลำดับ (รายละเอียดในหัวข้อ 8.2.1 และ 8.2.3)

10.5 เครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง (Dry Gas Meter ; DGM) ปรับค่าตรวจวัดปริมาตรอากาศเป็นสภาวะมาตรฐาน (25 องศาเซลเซียส และ มิลลิเมตรปรอท)

$$V_{m(std)} = V_m Y \frac{T_{std}}{T_m} \frac{P_{bar}}{P_{std}} \quad \text{สมการ 11 - 4}$$

10.6 ค่าความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ คำนวณค่าความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ในอากาศเสีย ที่สภาวะมาตรฐานโดยใช้สมการที่ 11 - 5

$$C_{H_2S} = 17.04 \times 10^3 \frac{(V_{IT} N_{IT} - V_{TT} N_{TT})_{\text{sample}} - (V_{IT} N_{IT} - V_{TT} N_{TT})_{\text{Blank}}}{V_{m(std)}} \quad \text{สมการ 11 - 5}$$

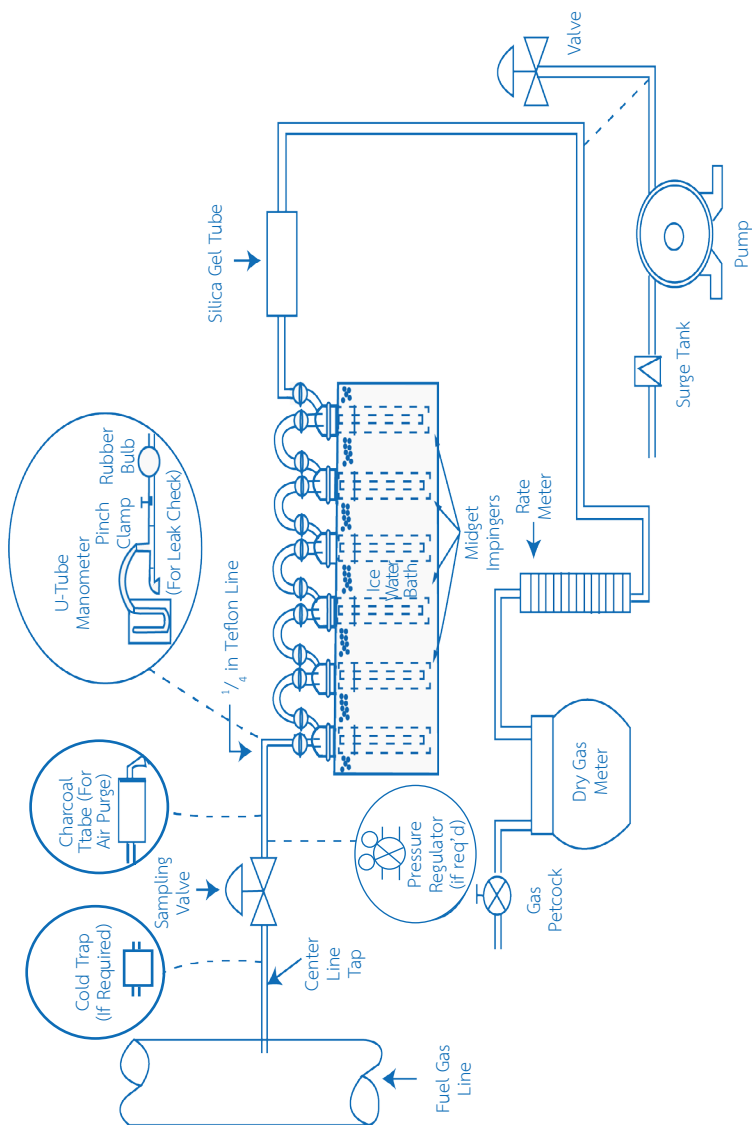
$$\begin{aligned}
 \text{เมื่อ : Conversion Factor} &= 17.04 \times 10^3 \\
 &= (34.07 \text{ g/mole H}_2\text{S}) \times (1,000 \text{ liter/m}^3) \\
 &\quad \times (1,000 \text{ mg/g}) / (1,000 \text{ ml/liter}) \times (2\text{H}_2\text{S} \\
 &\quad \text{eq/mole})
 \end{aligned}$$

หมายเหตุ : หากใช้สาร $\text{C}_6\text{H}_5\text{AsO}$ แทนโซเดียมไธโอซัลเฟต ให้แทนค่า N_A และ V_{AT} ในสมการ 11 – 5 ด้วย N_A และ V_{AT} ตามลำดับ (รายละเอียดในหัวข้อ 9.5 และ 8.2.3)

11.0 คุณลักษณะของวิธีการตรวจวัด (Method Performance)

11.1 ค่าความเที่ยงตรง (Precision) การทำการทดลองเพื่อเปรียบเทียบค่าการตรวจวัดภายในห้องปฏิบัติการเดียวกันควรมีค่าความเที่ยงตรงร้อยละ 2.2 ในขณะที่ทำการทดลองเพื่อเปรียบเทียบค่าการตรวจวัดระหว่างห้องปฏิบัติการควรมีค่าความเที่ยงตรงร้อยละ 5

11.2 ค่าความคลาดเคลื่อน (Bias) ค่าความคลาดเคลื่อนของวิธีการตรวจวัดเมื่อตรวจพบเฉพาะก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ ร้อยละ -4.8 หากพบสิ่งรบกวนตามข้อ 3 ค่าความคลาดเคลื่อนจะเป็นไปในทางบวกกรณีที่ค่าความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ต่ำ และค่าความคลาดเคลื่อนจะเป็นไปในทางลบกรณีที่ค่าความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์สูง ที่ระดับความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ 230 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เมตร ระดับของค่ามาตรฐาน พบค่าความคลาดเคลื่อนเท่ากับร้อยละ +2.7 สารกลุ่ม Thiols จะไม่มีผลกระทบกับค่าความเที่ยงตรง



ภาพที่ 11 – 1 แสดงชุดเก็บตัวอย่างก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์



Method 11 Determination of Hydrogen Sulfide Content of Fuel Gas Streams in Petroleum Refineries

11

Plant : Date :

Plant Location :

Sampling Location : Run No :

Sample Team Operator :

Note :

Leak Test :

Gas sampling rate: 1 L/min or 0.035 cfm ($\pm 10\%$)

Pre-test leak rate:L/min @.....10.....in Hg

Gas sampling time: 60 min

Post-test leak rate:L/min @.....10.....in Hg

Purge: 1 L/min or 0.035 cfm at least 1-2 min
(immediately before sampling)

(Leak rate must be less than 2% of sampling rate) = 0.0007 L/min)

Time: Start.....Finish.....Duration.....min

Duct diameter:in Duct cross-sectional area:in²

Ambient temperature :°F Barometric pressure (P_{bar}) :in Hg

Dry Gas Meter Calibration Factor (Y):

Sampling Time 0 (min)	Dry Gas Meter Reading (L)	Rate Meter Reading (1±10%) (L/min)	Stack Temp T _s (°C)	Probe Temp (>120) (°C)	Hot Box Temp (>120) (°C)	Impgr. Exit Temp (<20) (°C)	Dry Gas Meter Temp T _m (°C)	Vacuum (~1) In (in Hg)
0								
2								
4								
5								
8								
10								
13								
14								
16								
18								
20								
Total	Total V _m						Avg.T _m	

Plant : Date :

Sampling Location : Run No :

$$\text{Standard volume of dry sample gas (Vm)std} = Vm * Y * (Tstd / Pstd) * (P_{bar} / Tm)$$

$$= \dots \text{ft}^3$$



วิธีที่ 18 การตรวจวัดปริมาณการระบายก๊าซสารประกอบอินทรีย์จากแหล่งกำเนิดโดยใช้เทคนิค Gas Chromatography

(Measurement of Gaseous Organic Compound Emissions by Gas Chromatography)

18

1. การนำไปใช้และหลักการเบื้องต้น (Applicability and Principle)

1.1 หลักการ (Principle)

องค์ประกอบอินทรีย์หลักของก๊าซผสม (Gas Mixture) จะถูกแยกออกมาได้โดยเทคนิค Gas Chromatography (GC) และสารประกอบอินทรีย์แต่ละชนิดจะถูกวิเคราะห์เชิงปริมาณ โดยอาศัยหลักการตรวจวัดแบบ Flame Ionization, Photoionization, Electron Capture หรือหลักการอื่นๆ ที่เหมาะสม

Retention Time ของสารประกอบแต่ละชนิดที่ถูกแยกด้วย GC จะนำมาเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานที่ทำการแยกภายใต้สภาวะเดียวกัน ดังนั้นผู้วิเคราะห์ควรจะสืบค้นข้อมูลชนิดและความเข้มข้นโดยประมาณของสารประกอบอินทรีย์ที่ถูกระบายจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดล่วงหน้าเนื่องด้วยข้อมูลเหล่านี้จะช่วยให้ผู้ทำการวิเคราะห์สามารถที่จะจัดเตรียม หรือ ซื้อก๊าซมาตรฐานชนิดต่างๆ เพื่อใช้ในการสอบเทียบความถูกต้องของ GC ภายใต้สภาวะเดียวกันกับตัวอย่างได้ นอกจากนี้ ผู้วิเคราะห์ควรพิจารณาถึงความจำเป็นที่จะต้องทำการเจือจางสารตัวอย่างเพื่อป้องกันการเกิดสภาวะอิ่มตัวของเครื่องตรวจวัด (Detector Saturation) และการกรองก๊าซ (Gas Stream Filtration) เพื่อกำจัดอนุภาคของฝุ่นละออง และป้องกันการควบแน่นของไอน้ำ

หมายเหตุ : (1) การหาปริมาณก๊าซสารประกอบอินทรีย์ตามวิธีการนี้ ต้องอาศัยขั้นตอนในการตรวจวัดการระบายมลพิษทางอากาศตามวิธีที่ 1, 2 และ 3

(2) การตรวจวัดโดยวิธีนี้ให้ดำเนินการโดยผู้มีความรู้ ความชำนาญในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Gas Chromatography และการเก็บ ตัวอย่างอากาศจากปล่อง และควรให้ความสำคัญกับเรื่องความปลอดภัยในกรณี ที่ต้องใช้เครื่องมือหรืออุปกรณ์ทำการตรวจวัดในพื้นที่ที่มีความเสี่ยงต่อการเกิด ระเบิด

(3) ในกรณีไม่ทราบข้อมูลของสารมลพิษที่ระบายจาก แหล่งกำเนิดอุตสาหกรรมที่จะทำการเก็บตัวอย่างโดยวิธีการนี้เลย จะต้องทำการ สํารวจเบื้องต้น (Presurvey) ก่อนที่จะทำการตรวจวัดจริง ลักษณะของข้อมูล เบื้องต้นที่ต้องสำรวจจะเป็นไปตามแบบฟอร์ม คพ. 18-1 ทั้งนี้ข้อมูลบางส่วน สามารถรวบรวมได้จากเอกสารอ้างอิง หรือสอบถามผู้เชี่ยวชาญที่มีประสบการณ์

1.2 ขอบเขตของวิธีการ (Applicability)

1.2.1 วิธีนี้สามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณการระบายก๊าซสารประกอบ อินทรีย์ หรือก๊าซอินทรีย์ (Gaseous Organics) จากแหล่งกำเนิดประเภท อุตสาหกรรม

วิธีนี้ไม่สามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณของสารประกอบอินทรีย์ดังต่อไปนี้ (1) สารประกอบโพลีเมอร์ (มีน้ำหนักโมเลกุลสูง) (2) สารประกอบที่สามารถ รวมตัวเป็นโมเลกุลขนาดใหญ่ขึ้น (Polymerize) ก่อนจะทำการวิเคราะห์ หรือ (3) สารประกอบที่มีความดันไอต่ำ เมื่ออยู่ภายในปล่องหรืออยู่ภายใต้สภาวะการ ทำงานของเครื่องมือ

1.2.2 ช่วงค่าความเข้มข้นที่สามารถวิเคราะห์ได้และความไวในการ วิเคราะห์ (Range and Sensitivity)

ช่วงค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (Lower Range) จะ ถูกกำหนดโดยระบบการเตรียมตัวอย่าง (Sampling System) อาจนำสารดูดซับ (Absorbent) มาใช้ในการเพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่าง ซึ่งจะทำให้ขีดจำกัดล่าง (Lower Limit) ในการวิเคราะห์ความเข้มข้นต่ำสุด มีค่าต่ำกว่า 1 ส่วนในล้านส่วน

(ppm) ด้วยการวิเคราะห์โดยตรง (Direct Interface) หรือการวิเคราะห์จากตัวอย่างที่เก็บโดยถุงเก็บตัวอย่างอากาศ ชีตจำกัดบน (Upper Limit) ในการวิเคราะห์ความเข้มข้นสูงสุดที่สามารถตรวจวัดได้ จะขึ้นอยู่กับสภาวะอิ่มตัวของเครื่องตรวจวัด (Detector Saturation) หรือสภาวะที่คอลัมน์ได้รับสารในปริมาณที่มากเกินไป (Column Overloading) ซึ่งชีตจำกัดบนในการวิเคราะห์ความเข้มข้นสูงสุดสามารถขยายขึ้นไปได้ โดยการเจือจางสารตัวอย่างด้วยก๊าซเฉื่อย (Inert Gas) หรือการใช้ Sampling Loop ที่มีขนาดเล็กลง นอกจากนี้ ขอบเขตของการวิเคราะห์ความเข้มข้นสูงสุดยังถูกจำกัดด้วยการควมแน่นของสารประกอบที่มีจุดเดือดสูง

ความไวในการวิเคราะห์ (Sensitivity) ชีตจำกัดความไว (Sensitivity Limit) ในการวิเคราะห์สารประกอบใดๆ นั้น จะมีค่าเท่ากับความเข้มข้นต่ำสุดของสารนั้นที่เครื่องสามารถตรวจวัดได้ หรือค่าความเข้มข้นที่ให้สัญญาณเป็น 3 เท่าของสัญญาณรบกวน (Signal-To-Noise = 3 ต่อ 1) ซึ่งค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ จะสามารถหาได้จากการทำ Presurvey Calibration ของสารแต่ละชนิด

1.2.3 การรบกวนการวิเคราะห์ (Interferences)

การแยกสารที่รบกวนการวิเคราะห์ สามารถกำจัดออกได้โดยการเลือกใช้คอลัมน์และตัวตรวจวัดที่เหมาะสม หรือโดยการเปลี่ยนค่า Retention Time ด้วยการปรับอัตราการใช้ของก๊าซในคอลัมน์ และการทำโปรแกรมอุณหภูมิ (Temperature Programming)

การตรวจเช็คระบบการวิเคราะห์เพื่อยืนยันว่าปราศจากการปนเปื้อนของสารต่างๆ โดยการวิเคราะห์แบลงค์ (Blank) เป็นประจำ ซึ่งแบลงค์จะประกอบไปด้วยอากาศที่ปราศจากสารไฮโดรคาร์บอน หรือก๊าซไนโตรเจนที่มีความบริสุทธิ์สูง

การปนเปื้อนระหว่างการวิเคราะห์ตัวอย่างอาจเกิดขึ้นได้ เมื่อทำการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีความเข้มข้นสูงและความเข้มข้นต่ำ หรือก๊าซมาตรฐาน

สลับกันไป ซึ่งการแก้ไขปัญหาที่ดีที่สุดก็คือการไล่ก๊าซตัวอย่างที่ตกค้างภายใน Sample Loop ด้วยอากาศที่สะอาดหรือก๊าซไนโตรเจนที่มีความบริสุทธิ์สูง ระหว่างการวิเคราะห์แต่ละตัวอย่าง

เพื่อให้การตอบสนองของเครื่องตรวจวัด (Detector Response) มีความแน่นอนและสม่ำเสมอ ก๊าซสำหรับการปรับเทียบจะต้องเก็บในอากาศแห้ง (Dry Air) ในกรณีที่ต้องการหาค่าความเข้มข้นของก๊าซอินทรีย์ที่มีไอน้ำเจือปนอยู่ในตัวอย่าง จะต้องทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของไอน้ำที่มีในตัวอย่าง แล้วใช้ค่า Correction Factor มาใช้ในการคำนวณเพื่อปรับแก้ค่าความเข้มข้นของก๊าซอินทรีย์ที่วิเคราะห์ได้

2. การเก็บตัวอย่าง การเก็บรักษา การบรรจุ และการขนย้าย (Sample collection, Preservation, Storage, and Transport)

2.1 วิธีการเก็บตัวอย่างอากาศและวิธีวิเคราะห์ (Final Sampling and Analysis Procedure)

ควรคำนึงถึงหลักความปลอดภัยในการทำงาน โดยเฉพาะอันตรายที่เกิดจากประกายไฟ ควรเลือกวิธีการเก็บตัวอย่างและการวิเคราะห์ที่เหมาะสมกับสภาพของแหล่งกำเนิด ดังรายละเอียดในหัวข้อที่ 2.1.1, 2.1.2, 2.1.3 หรือ 2.1.4 ในสถานะแวดล้อมที่เปลวของก๊าซไฮโดรเจน (Hydrogen Flame) อาจก่อให้เกิดอันตราย อาทิ การระเบิด และเครื่อง GC ไม่มีระบบการป้องกันภัยที่เหมาะสม ควรใช้เทคนิคการเก็บตัวอย่างอากาศโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่างอากาศ (Flexible Bag Collection) หรือใช้หลอดดูดซับ (Absorption Tube)

2.1.1 การเก็บตัวอย่างอากาศโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่างอากาศและการวิเคราะห์ (Integrated Bag Sampling and Analysis)

2.1.1.1 วิธีการเก็บตัวอย่างโดยใช้ภาชนะบรรจุถุงเก็บตัวอย่างแบบสุญญากาศ (Evacuated Container Sampling Procedure)

ในวิธีการนี้ตัวอย่างอากาศจะถูกเติมเข้าถุงเก็บตัวอย่างอากาศ โดยการทำให้อากาศบรรจุถุงเก็บตัวอย่างอากาศ (Rigid Air-tight Container) เกิดเป็นสุญญากาศ การบันทึกข้อมูลจะต้องเป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในแบบ คพ. 18-2 และจะต้องทำการเก็บตัวอย่างจำนวน 3 ตัวอย่าง จากแหล่งกำเนิดแต่ละแห่ง

2.1.1.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ (Apparatus)

(1) ท่อเก็บตัวอย่างอากาศ (Probe) อาจทำจากเหล็กไร้สนิม (Stainless Steel) แก้วไพเร็กซ์ (Pyrex) หรือเทฟลอน (Teflon) ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิภายในปล่องระบายอากาศเสีย พร้อมสายท่อเทฟลอนที่มีความยาวเพียงพอที่จะเชื่อมต่อระหว่างท่อเก็บตัวอย่างอากาศกับถุงเก็บตัวอย่างอากาศได้

(2) ข้อต่อเร็ว (Quick Connects) จำนวน 2 ชุด ทำจากเหล็กไร้สนิม

(3) วาล์วแบบเข็ม (Needle Valve) ใช้สำหรับควบคุมอัตราการไหลของอากาศ

(4) เครื่องสูบลม (Pump) เป็นแบบ Leakless Teflon Coated Diaphragm Pump หรือแบบอื่นที่มีคุณสมบัติเทียบเท่า และต้องสูบลมอากาศได้อย่างน้อย 1 ลิตรต่อนาที (liter/min)

(5) หลอดดูดซับชนิดถ่านกัมมันต์ (Charcoal Adsorption Tube) บรรจุถ่านกัมมันต์ไว้ภายใน โดยมีใยแก้วติดตั้งไว้ที่ปลายแต่ละด้าน ใช้สำหรับดูดซับไอระเหยของสารอินทรีย์ที่หลงเหลืออยู่

(6) เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ (Flowmeter) ที่สามารถวัดอัตราการไหลในช่วง 0 - 500 มิลลิลิตร (mL) พร้อมทั้งมีกราฟการสอบเทียบอัตราการไหลของอากาศ (Calibration Curve) ของบริษัทผู้ผลิต

2.1.1.1.2 วิธีการเก็บตัวอย่าง (Sampling Procedure)

ประกอบชุดเก็บตัวอย่างดังแสดงในภาพที่ 18-1 ตรวจสอบรั่วของถุงเก็บตัวอย่างและภาชนะบรรจุ ทำการต่อสายสุญญากาศ (Vacuum Line)

จากวาล์วแบบเข็มเข้ากับสายเก็บตัวอย่างอากาศชนิดเทฟลอนจากท่อเก็บตัวอย่างอากาศ (Probe) เสียบปลายท่อเก็บตัวอย่างอากาศไว้ที่ตำแหน่งกึ่งกลางปล่อง หรือในตำแหน่งที่อยู่ห่างจากผนังปล่องไม่น้อยกว่า 1 เมตร (ในกรณีที่ปล่องมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 2 เมตร) เริ่มเปิดเครื่องสูบอากาศและปรับแต่งอัตราการไหลโดยปริมาตรสุดท้ายของตัวอย่างอากาศที่เก็บโดยประมาณจะเท่ากับร้อยละ 80 ของความจุของถุงเก็บตัวอย่าง เปิดไว้ชั่วระยะเวลาหนึ่งทำการเป่าไล่อากาศที่ตกค้างอยู่ในท่อเก็บตัวอย่างและสายเก็บตัวอย่างหลายๆ ครั้งด้วยอากาศภายในปล่อง หลังจากนั้นจึงต่อสายสุญญากาศเข้ากับภาชนะบรรจุถุงเก็บตัวอย่าง และทำการดูดอากาศออกจากภาชนะบรรจุถุงจนหมด สังเกตได้จากเครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศมีค่าเป็นศูนย์ จากนั้นจึงวางตำแหน่งชุดเก็บตัวอย่างให้พร้อมสำหรับการชักตัวอย่างอากาศ เริ่มทำการเก็บตัวอย่างจริงโดยรักษาอัตราการชักตัวอย่างให้สัมพันธ์กับความเร็วของอากาศภายในปล่อง (Stack Velocity)

ข้อควรระวัง คือ จะต้องกำหนดทิศทางของอากาศที่ผ่านออกจากเครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศแบบโรตاميเตอร์ให้ห่างจากจุดที่มีคนทำงานอยู่ เมื่อการชักตัวอย่างเสร็จสิ้น ปิดเครื่องสูบอากาศ ถอดสายเก็บตัวอย่างออกจากถุงเก็บตัวอย่างและถอดสายสุญญากาศออกจากภาชนะบรรจุถุงเก็บตัวอย่าง บันทึกค่าอุณหภูมิและความดันอากาศภายในปล่อง ค่าอุณหภูมิในบรรยากาศโดยทั่วไป ค่าอัตราการไหลที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง เวลาเริ่มต้นและเวลาสุดท้ายในการเก็บตัวอย่างอากาศลงในแบบฟอร์มการบันทึกข้อมูล ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในแบบ คพ. 18-2 พยายามหลีกเลี่ยงไม่ให้ถุงเก็บตัวอย่างภายในภาชนะบรรจุสัมผัสกับแสงแดดโดยตรง ควรบันทึกช่วงต่างของเวลาที่ทำการชักตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิด และการวิเคราะห์ตัวอย่าง แล้วจึงทำ Recovery Study ตามวิธีในหัวข้อ 2.3.2

2.1.1.2 วิธีการเก็บตัวอย่างโดยใช้เครื่องสูบอากาศโดยตรง (Direct Pump Sampling)

เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในตัวข้อ 2.1.1.1 ยกเว้นตำแหน่งการวางเครื่องสูบอากาศและวาล์วแบบเข็ม โดยในวิธีนี้อุปกรณ์ทั้งสองจะวางอยู่ระหว่างท่อเก็บตัวอย่างอากาศ และถุงเก็บตัวอย่างอากาศ เครื่องสูบอากาศและวาล์วแบบเข็มต้องทำจากวัสดุเฉื่อย (Inert Material) ที่ทนทานต่อก๊าซจากปล่องระบายอากาศเสีย ทำการตรวจสอบรอยรั่วของระบบ และใส่ตัวอย่างอากาศที่ตกค้างอยู่ในระบบโดยการแทนที่ด้วยตัวอย่างอากาศภายในปล่อง ก่อนที่จะต่อเชื่อมเข้ากับถุงเก็บตัวอย่างอากาศที่ผ่านการทำสุญญากาศมาแล้ว

2.1.1.3 วิธีการเก็บตัวอย่างโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่างในพื้นที่ที่เสี่ยงต่อการระเบิด (Explosion Risk Area Bag Sampling)

ให้เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.1.1 ยกเว้นการแทนที่เครื่องสูบอากาศด้วยระบบถังดูดอากาศ ภาพที่ 18-1ก วิธีการนี้ใช้สำหรับพื้นที่ที่เสี่ยงต่อการเกิดระเบิด อันเนื่องมาจากการใช้เครื่องสูบอากาศท่อเก็บตัวอย่างอากาศที่ถูกทำให้ร้อน หรืออุปกรณ์ที่อาจก่อให้เกิดประกายไฟอื่น ๆ

2.1.1.4 วิธีการประยุกต์ในการเก็บตัวอย่างด้วยถุงเก็บตัวอย่าง (Other Modified Bag Sampling)

ในกรณีที่มีการควบแน่นของไอน้ำเกิดขึ้นในถุงเก็บตัวอย่างขณะที่ทำการเก็บตัวอย่าง และไม่สามารถใช้ระบบการตรวจวิเคราะห์โดยตรง (Direct Interface System) ได้ การเก็บตัวอย่างทำได้โดยให้ความร้อนแก่ถุงเก็บตัวอย่างอากาศในระหว่างการเก็บตัวอย่าง และรักษาระดับอุณหภูมิไว้ให้คงที่ตลอดช่วงเวลาปฏิบัติงาน ทั้งนี้ อาจให้ความร้อนแก่ภาชนะที่บรรจุถุง จนถึงอุณหภูมิประมาณ $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$) แล้วขนย้ายถุงเก็บตัวอย่างไปยังบริเวณที่จะทำการวิเคราะห์ให้เร็วที่สุด หรืออาจหุ้มภาชนะบรรจุด้วยฉนวนกันความร้อน และให้รักษาระดับอุณหภูมิของตัวอย่างไว้จนกว่าจะเริ่มทำการวิเคราะห์

ข้อควรระวัง คือ ระบบการให้ความร้อนและการควบคุมระบบให้ความร้อนที่ใช้แผงวงจรอิเล็กทรอนิกส์จะต้องมีความปลอดภัยเพียงพอสำหรับการทำงานในพื้นที่เสี่ยงในแต่ละแห่งนั้น

2.1.1.5 การวิเคราะห์ตัวอย่างในถุง (Analysis of Bag Samples)

2.1.1.5.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ (Apparatus)

(1) ท่อเทฟลอน (Teflon Tubing) ควรมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความยาวที่เหมาะสมกับการเชื่อมต่อระหว่างหัวควบคุมความดันก๊าซของถังก๊าซ (Cylinder Regulator) และเครื่อง GC และอาจจะต้องใช้ท่อสำหรับเชื่อมต่อ Sample Loop ของเครื่อง GC เข้ากับถุงเก็บตัวอย่างด้วย

(2) เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟ (Gas Chromatograph ; GC) เป็นเครื่อง GC ที่มีเครื่องตรวจวัดที่เหมาะสม, คอลัมน์, อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ, Sample Loop, ส่วนประกอบของวาล์ว และคู่มือที่สามารถตั้งโปรแกรมอุณหภูมิได้ ซึ่งเครื่อง GC ต้องมีความไวในการวิเคราะห์เพียงพอสำหรับสารประกอบที่จะทำการศึกษา

(3) เครื่องสูบลม (Pump) ต้องมีอัตราการสูบลมได้ไม่น้อยกว่า 100 มิลลิลิตรต่อนาที (mL/min) เพื่อไว้สูบลมผ่านเข้าสู่ Sample Loop

(4) เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ (Flowmeter) ใช้สำหรับตรวจวัดค่าอัตราการไหลของอากาศ

(5) อุปกรณ์ควบคุมความดันก๊าซ (Regulators) ใช้ติดตั้งกับถังบรรจุก๊าซเพื่อควบคุมความดันก๊าซ ที่ใช้งานกับ GC และสำหรับถังก๊าซมาตรฐาน

(6) เครื่องบันทึกข้อมูล (Recorder) อย่างน้อยที่สุดควรเป็นเครื่องบันทึกข้อมูลแบบ Linear Strip Chart และควรมี Integrator

(7) หลอดฉีดยา (Syringes) เป็นหลอดฉีดยาชนิด Air Tight ที่มีความถูกต้องสูง และขนาด 0.5 มิลลิลิตร (mL), 1.0 และ 10 ไมโครลิตร (μ L) หรือขนาดอื่นที่เหมาะสม ใช้สำหรับเตรียมสารมาตรฐานที่ใช้สอบเทียบ (Calibration Standards)

(8) ข้อต่อท่อชนิดต่างๆ (Tubing Fittings) ใช้สำหรับเชื่อมต่อ GC และถังก๊าซเข้าด้วยกัน

(9) Septums ใช้สำหรับการฉีดยาเข้าสู่เครื่อง GC โดยหลอดฉีดยา

(10) Glass Jars หากจำเป็นต้องเก็บตัวอย่างอากาศที่มีการควบแน่นเกิดขึ้น ให้ใช้ Glass Jars ที่มีฝาปิดเป็นเทฟลอน ขนาดที่เลือกใช้ขึ้นอยู่กับปริมาณของตัวอย่าง

(11) เครื่องวัดอัตราการไหลแบบใช้ฟองสบู่ (Soap Film Flow Meter) ใช้สำหรับวัดอัตราการไหลของก๊าซ

(12) ถุงเก็บตัวอย่างอากาศ (Tedlar Bag) ให้ใช้ขนาด 10-50 ลิตร ในการเตรียมก๊าซมาตรฐาน

(13) เครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง (Dry Gas Meter) ที่ติดตั้งอุปกรณ์วัดความดันและอุณหภูมิที่มีความผิดพลาดของการวัดไม่เกินร้อยละ 2 สำหรับใช้เตรียมก๊าซมาตรฐาน

(14) Midget Impinger และ Hot Plate ใช้สำหรับการเตรียมก๊าซมาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์

(15) ระบบการเจือจาง (Dilution System) ผ่านการปรับเทียบ และได้รับการติดตั้งตามวิธีการที่ได้รับการยอมรับ

(16) ท่อชักตัวอย่างอากาศ (Sample Probes) ทำจากวัสดุแก้ว Pyrex หรือเหล็กไร้สนิม มีความยาวเพียงพอที่จะยื่นไปถึงจุดกึ่งกลาง (Centroid) ของปล่อง หรือน้อยกว่า 1 เมตร นับจากผนังด้านในของปล่อง

(17) เครื่องวัดความดันบรรยากาศ (Barometer) ใช้สำหรับวัดความดันบรรยากาศ

2.1.1.5.2 สารเคมี (Reagents)

(1) น้ำกลั่นที่ปราศจากไอออน (Deionized Distilled Water)

(2) Methylene Dichloride

(3) ก๊าซมาตรฐานสำหรับสอบเทียบ (Calibration Gas) ก๊าซมาตรฐานแต่ละช่วงความเข้มข้นจะต้องประกอบด้วยสารประกอบทุกตัวที่ต้องการจะวิเคราะห์

(4) สารละลายสารประกอบอินทรีย์ (Organic Compound Solutions) ที่ใช้ในการเตรียมก๊าซมาตรฐานสำหรับปรับเทียบต้องมีความบริสุทธิ์อย่างน้อยร้อยละ 99.9 หรือมากที่สุดเท่าที่สามารถจัดหาได้

(5) ตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัด (Extraction Solvents) ใช้สำหรับสกัดแยกสารตัวอย่างที่ถูกดูดซับอยู่ในหลอดดูดซับก่อนที่จะทำการวิเคราะห์

(6) ก๊าซที่ใช้เป็นเชื้อเพลิง (Fuel Gas) เลือกใช้ตามข้อกำหนดของบริษัทผู้ผลิตเครื่อง GC

(7) ก๊าซตัวพา (Carrier Gas) เป็นก๊าซตัวพาที่ปราศจากสารไฮโดรคาร์บอน โดยให้เลือกใช้ตามข้อกำหนดของบริษัทผู้ผลิต GC ซึ่งต้องมีความเหมาะสมกับเครื่องตรวจวัดและคอลัมน์ที่ใช้งาน

(8) ก๊าซสำหรับปรับเทียบค่าศูนย์ (Zero Gas) ให้ใช้อากาศที่ปราศจากสารไฮโดรคาร์บอน หรือใช้ก๊าซไนโตรเจนในการเจือจางสารตัวอย่าง การเตรียม Blank และการเตรียมก๊าซมาตรฐาน

2.1.1.5.3 วิธีการ (Procedure)

(1) กำหนดสภาวะการทำงานของเครื่อง GC ที่เหมาะสมตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 4.2 แล้วบันทึกข้อมูลในการวิเคราะห์ทั้งหมดตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในแบบ คพ. 18-3 เตรียมการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC โดยให้ก๊าซผ่านเข้าสู่ Sample Valve ส่งก๊าซมาตรฐานผสมเข้าสู่ Sample Loop เปิด Sample Valve แล้วทำการวิเคราะห์ (ความดันที่ใช้ในการส่งก๊าซเข้าสู่ GC ณ Sample Valve จะต้องเหมือนกัน ทั้งในขั้นตอนการปรับเทียบความถูกต้องและการวิเคราะห์ตัวอย่างจริง) ควรทำการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานให้ได้โครมาโตแกรม (ค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้กราฟ) อย่างน้อย 3 ชุด ผลการวิเคราะห์จะเป็นที่ยอมรับได้ก็ต่อเมื่อพื้นที่ใต้กราฟจากการฉีดก๊าซทั้ง 3 ครั้งติดต่อกันมีความแตกต่างกันไม่เกินร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ย หากไม่อยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด ให้ทำการวิเคราะห์เพิ่มเติมหรือปรับปรุงแก้ไขวิธีการวิเคราะห์ให้ถูกต้องตามเกณฑ์ที่กำหนด จากนั้นให้ทำการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานผสมอื่นอีก 2 ชุดตามวิธีการที่กล่าวมาแล้วข้างต้น

แล้วจึงทำการพลาสมามาตรฐานสำหรับปรับเทียบความถูกต้อง (Calibration Curve) ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 4.2

18

(2) ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างสำหรับตรวจประเมิน (Field Audit Sample) จำนวน 2 ตัวอย่าง ตามที่กำหนดในหัวข้อ 3.2 โดยการต่อถุงทดสอบที่บรรจุก๊าซผสมสำหรับตรวจประเมินเข้ากับ Sample Valve คำนวณผลการวิเคราะห์ จดบันทึก และรายงานผลแก่ผู้ตรวจประเมิน (Audit Supervisor)

(3) ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิด โดยเชื่อมต่อถุงเก็บตัวอย่างอากาศเข้ากับ Sampling Valve ผ่านทางท่อเทพล่อนที่เตรียมไว้สำหรับถุงแต่ละใบ ทำการวิเคราะห์ถุงเก็บตัวอย่างแต่ละถุงอย่างน้อย 3 ครั้ง บันทึกข้อมูลในการวิเคราะห์ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในแบบฟอร์ม คพ. 18-4 หากมีปริมาณความเข้มข้นต่ำกว่าที่เครื่องตรวจจับ (Detector) จะสามารถวิเคราะห์ได้ ให้ระบุผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องหมาย “N.A.” หลังจากวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมดเสร็จสิ้นให้ทำการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานในการปรับเทียบความถูกต้องอีกครั้ง เปรียบเทียบผลการตอบสนองของเครื่อง GC ต่อก๊าซมาตรฐานที่ทำการวิเคราะห์ก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ หากโครมาโตแกรมของก๊าซมาตรฐานที่ได้มีความแตกต่างกัน (ค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้กราฟ) มากกว่าร้อยละ 5 ให้ลองวิเคราะห์ช่วงความเข้มข้นอื่นของก๊าซมาตรฐานสำหรับสารนั้นๆ แล้วเตรียมกราฟมาตรฐานโดยใช้ค่าจากการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานทั้งก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ หากโครมาโตแกรมของก๊าซมาตรฐานแตกต่างกันน้อยกว่าร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้กราฟ ผู้วิเคราะห์อาจใช้แค่เส้นกราฟมาตรฐานของสารใดๆ ที่เตรียมก่อนที่จะวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศในการหาความเข้มข้นของสารที่พบในตัวอย่างอากาศที่จะวิเคราะห์

2.1.1.6 การหาปริมาณความชื้นในถุงเก็บตัวอย่าง (Determination of Bag Water Vapor Content)

ทำการตรวจวัดและบันทึกผลของค่าอุณหภูมิและความดันบรรยากาศ บริเวณที่เก็บใกล้ถุงเก็บตัวอย่าง และนำมาคำนวณหาปริมาณไอน้ำโดยใช้ตาราง

ค่าความดันไอที่อิ่มตัวของน้ำ (Water Saturation Vapor Pressure Table) บันทึกค่าไว้เป็นเลขทศนิยม โดยสมมติว่าความชื้นสัมพัทธ์ที่สมบูรณ์มีค่าเท่ากับร้อยละ 100 หากต่ำกว่านั้นจะต้องทราบค่าที่แน่นอน แต่หากว่ามีการเก็บรักษาถุงเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิสูง ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 7.1.4 ให้ทำการหาปริมาณความชื้นของตัวอย่างอากาศในปล่อง (Stack Gas Water Content) ตามวิธีที่ 4 (Method 4) ของ US.EPA, CFR Part 60 Appendix A)

2.1.1.7 การตรวจประเมินความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ก๊าซ (Audit Gas Analysis)

ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศจากปล่อง จะต้องทำการตรวจประเมินความถูกต้องของการวิเคราะห์ตามวิธีในหัวข้อ 3.2 เสียก่อน

2.1.1.8 การคำนวณค่าการระบายสารมลพิษจากแหล่งกำเนิด (Emission Calculations)

จากค่าเฉลี่ยของเส้นกราฟมาตรฐานดังรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.1.5 ให้เลือกค่า C_s ที่สอดคล้องกับพื้นที่ใต้กราฟ นำมาคำนวณหาความเข้มข้นของ C_c ในหน่วยของส่วนในล้านส่วน (ppm) ที่สถานะแห้ง แยกตามสารอินทรีย์แต่ละชนิดโดยใช้สมการ 18-5 ในหัวข้อ 6.6

2.1.2 การเก็บตัวอย่างวิเคราะห์โดยตรง (Direct Interface Sampling)

วิธีการนี้จะใช้ได้ก็ต่อเมื่อปริมาณความชื้นในก๊าซไม่ส่งผลกระทบต่อขั้นตอนการวิเคราะห์ สถานที่เก็บตัวอย่างเหมาะสมกับการติดตั้งอุปกรณ์ตรวจวัด ณ จุดที่ทำการเก็บตัวอย่าง และความเข้มข้นของก๊าซระบายจากแหล่งกำเนิดต้องอยู่ในช่วงความเข้มข้นที่เครื่องตรวจวัดสามารถวิเคราะห์ได้ พร้อมทั้งต้องปฏิบัติตามข้อกำหนดในเรื่องความปลอดภัยในการทำงานทุกด้าน

2.1.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ (Apparatus)

(1) ท่อเก็บตัวอย่างอากาศ (Probe) ทำด้วยวัสดุที่เป็นเหล็กไร้สนิม แก้วไฟเร็กซ์ หรือท่อเทฟลอน การเลือกวัสดุใดขึ้นอยู่กับอุณหภูมิภายในปล่องระบายอากาศเสีย และความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาของสารที่ต้องการตรวจวัด

ภายในอาจบรรจุใยแก้วเพื่อกรองฝุ่นละอองออกจากตัวอย่างอากาศ บางครั้งอาจจำเป็นต้องให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่างอากาศด้วยเทปทำความร้อน (Heating Tape) หรืออุปกรณ์ให้ความร้อนอื่นๆ ที่สามารถรักษาระดับอุณหภูมิของท่อเก็บตัวอย่างอากาศให้มีค่าสูงกว่า 110°C เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการควบแน่นของสารภายในท่อเก็บตัวอย่างอากาศ

(2) สายเก็บตัวอย่างอากาศ (Sample Lines) ทำจากวัสดุท่อพลาสติก มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 6.4 มิลลิเมตร (mm) มีระบบให้ความร้อนที่รักษาอุณหภูมิไว้ได้สูงกว่า 110°C เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการควบแน่นของสารภายในสายเก็บตัวอย่างอากาศ

(3) ข้อต่อเร็ว (Quick Connects) ใช้สำหรับต่อเชื่อมตัวอย่างเข้ากับ Sampling Valve ของเครื่อง GC และเครื่องสุบอากาศเพื่อดูดตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิด ใช้ข้อต่อเร็วหรือแบบอื่นที่เหมาะสมสำหรับเชื่อมต่อถึงก๊าซหรืออุปกรณ์มาตรฐานที่ใช้ในการเปรียบเทียบความถูกต้องเข้ากับ Sampling Valve บนเครื่อง GC

(4) เครื่องตรวจวัดอุณหภูมิ (Thermocouple Readout Device) เป็นเทอร์โมมิเตอร์แบบ Digital ใช้สำหรับตรวจวัดอุณหภูมิจากปล่องระบายอากาศและท่อเก็บตัวอย่างอากาศ

(5) Heated Gas Sampling Valve สำหรับ Two-Position, Six-Port Design เพื่อให้สามารถไล่อากาศในระบบที่ตกค้างอยู่ด้วยตัวอย่างอากาศหรือดูดตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิดเข้าไปในเครื่อง GC ได้

(6) วาล์วแบบเข็ม (Needle Valve) ใช้สำหรับควบคุมอัตราการเก็บตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิด

(7) เครื่องสุบอากาศ (Pump) แบบ Leakless Teflon-Coated Diaphragm หรือแบบอื่นที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงกัน มีความสามารถในการสุบตัวอย่างอากาศได้อย่างน้อย 1 ลิตร/นาที (liter/min)

(8) เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ (Flowmeter) มีช่วงการตรวจวัดที่เหมาะสมกับอัตราการเก็บตัวอย่างอากาศ

(9) ชุดถ่านกัมมันต์ (Charcoal Adsorber) ใช้สำหรับดูดซับไอระเหยของสารอินทรีย์ที่ระเหยจากแหล่งกำเนิด เพื่อป้องกันการสัมผัสของผู้ปฏิบัติงาน

(10) ถังบรรจุก๊าซ (Gas Cylinders) ใช้บรรจุก๊าซตัวพา (Carrier Gas) ก๊าซออกซิเจนและเชื้อเพลิงที่จำเป็นต่อการทำงานของเครื่อง GC และเครื่องตรวจวัด

(11) Gas Chromatograph สามารถเคลื่อนย้ายไปในพื้นที่เก็บตัวอย่างได้โดยสะดวก ประกอบด้วยเครื่องตรวจจับ วาล์วเก็บตัวอย่างที่มีระบบให้ความร้อน คอลัมน์ที่สามารถทำการวิเคราะห์แยกสารที่ต้องการได้โดยสมบูรณ์ และสามารถเลือกตั้งโปรแกรมอุณหภูมิในการวิเคราะห์ได้

(12) เครื่องบันทึกข้อมูล (Recorder/Integrator) ใช้ในการบันทึกผลข้อมูลการวิเคราะห์ที่ได้

2.1.2.2 วิธีการ (Procedure)

ทำการปรับเทียบเครื่อง GC ตามวิธีในหัวข้อ 2.1.1.5.3 ส่วนการเก็บตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิดนั้น ให้ประกอบอุปกรณ์เก็บตัวอย่างตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในภาพที่ 18-2 ตรวจเช็คให้มั่นใจว่าจุดเชื่อมต่อทุกจุดแน่นไม่มีการรั่วซึม เปิดระบบให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่างอากาศและสายเก็บตัวอย่าง จนกระทั่งอุณหภูมิของอุปกรณ์ทั้งสองสูงถึงค่าที่ต้องการ สังเกตจากค่าที่อ่านได้จากเครื่องตรวจวัดอุณหภูมิ ควบคุมความร้อนที่ได้เพื่อรักษาอุณหภูมิไว้ที่ระดับสูงกว่า 110 °C ทำการปรับเทียบความถูกต้องของ GC แบบ 3-point Calibration โดยการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมแต่ละชุดซ้ำ 3 ครั้ง แล้วสร้างกราฟมาตรฐานของการปรับเทียบความถูกต้อง เลื่อนท่อเก็บตัวอย่างอากาศให้อยู่ที่จุดกึ่งกลางปล่อง หรือ ณ จุดที่มีระยะห่างจากผนังปล่องไม่น้อยกว่า 1 เมตร (m) แล้วชักตัวอย่างอากาศจากปล่องผ่านท่อเก็บตัวอย่างอากาศเข้าสู่

สายเก็บตัวอย่างที่มีระบบให้ความร้อน และ Sample Loop ทำการไล่อากาศที่ตกค้างอยู่ในระบบออก แล้วจึงทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศด้วยสภาวะการวิเคราะห์เช่นเดียวกันกับการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานผสม เปรียบเทียบผลการตอบสนองของเครื่อง GC ต่อก๊าซมาตรฐานที่ทำการวิเคราะห์ก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ หากโครมาโตแกรมของก๊าซมาตรฐานที่ได้มีความแตกต่างกัน (ค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้กราฟ) มากกว่าร้อยละ 5 ให้ลองวิเคราะห์ช่วงความเข้มข้นอื่นของก๊าซมาตรฐานสำหรับสารนั้นๆ ความเข้มข้นของตัวอย่างอากาศจากปล่องให้ระบุโดยเทียบกับกราฟมาตรฐานซึ่งจัดทำโดยใช้ค่าจากการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานทั้งก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ หากโครมาโตแกรมของก๊าซมาตรฐานแตกต่างกันน้อยกว่าร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้กราฟ ผู้วิเคราะห์อาจใช้แค่เส้นกราฟมาตรฐานของสารใดๆ ที่เตรียมก่อนที่จะวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศในการหาความเข้มข้นของสารที่พบในตัวอย่างอากาศที่จะวิเคราะห์ บันทึกข้อมูลการสอบเทียบและข้อมูลที่ต้องการอื่นๆ ในแบบฟอร์มรายงานผล ดังรายละเอียดที่กำหนดไว้ในแบบ คพ. 18-4 โดยไม่ต้องบันทึกข้อมูลในส่วนของการเจือจางก๊าซ

ข้อควรระวัง : การดึงตัวอย่างอากาศและการดึงก๊าซมาตรฐานผสมที่ใช้ในการปรับเทียบความถูกต้อง และการตรวจประเมิน (Audits) ผ่าน Sample Loop ของเครื่อง GC จะต้องกระทำภายใต้ความดัน (Pressure) เดียวกัน

2.1.2.3 การหาปริมาณความชื้นของตัวอย่างอากาศในปล่อง (Determination of Stack Gas Moisture Content) ให้เป็นไปตามวิธีการตรวจวัดที่ 4 (Method 4) ของ U.S.EPA, 40 CFR Part 60, Appendix A ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้สำหรับวัดปริมาณความชื้นของตัวอย่างอากาศภายในปล่องได้โดยตรง

2.1.2.4 การประกันคุณภาพ (Quality Assurance) ให้เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.1.7 โดยให้ก๊าซที่ใช้ในการตรวจประเมินความถูกต้อง (Audit Gases) ผ่านเข้าสู่สายตัวอย่างอากาศ ซึ่งต่ออยู่หลังท่อเก็บตัวอย่างอากาศได้โดยตรง

2.1.2.5 การคำนวณค่าการระบายสารมลพิษจากแหล่งกำเนิด (Emission Calculations) ให้เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดในหัวข้อ 2.1.1.8

2.1.3 การเก็บตัวอย่างวิเคราะห์โดยวิธีเจือจาง (Dilution Interface Sampling and Analysis)

วิธีนี้ใช้สำหรับแหล่งกำเนิดที่มีความเข้มข้นของสารอินทรีย์สูงเกินกว่าที่เครื่องตรวจวัด (Detector) ของ GC จะสามารถทำการวิเคราะห์ได้ จึงจำเป็นต้องทำการเจือจางความเข้มข้น เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในวิธีนี้คล้ายคลึงกันกับการวิเคราะห์โดยตรง ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.2 มีเพียงระบบทำการเจือจางซึ่งเพิ่มเติมเข้ามา โดยติดตั้งอยู่ระหว่างสายเก็บตัวอย่างอากาศที่มีระบบให้ความร้อน และ Sample Valve เครื่องมือชุดดังกล่าวสามารถเจือจางตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิดได้ในอัตราส่วน 10:1 หรือ 100:1 ก่อนที่จะถูกส่งผ่านเข้าสู่เครื่อง GC เพื่อทำการวิเคราะห์ วิธีการเก็บตัวอย่างแบบนี้จำเป็นต้องใช้เครื่องสูบลมอากาศที่มีสมรรถนะสูงขึ้น โดยเครื่องสูบลมอากาศจะถูกทำให้ร้อน และติดตั้งอยู่ระหว่างสายเก็บตัวอย่างอากาศและระบบทำการเจือจาง

2.1.3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ (Apparatus) เฉพาะอุปกรณ์ที่จำเป็นต้องใช้เพิ่มเติมจากที่ได้ระบุไว้ในหัวข้อ 2.1.2 มีดังนี้

(1) เครื่องสูบลมตัวอย่างอากาศ (Sample Pump) เป็น Leakless Teflon-Coated Diaphragm-Type ซึ่งสามารถทนความร้อนได้ถึง 120 °C และสามารถสูบลมอากาศได้ในอัตรา 1.5 ลิตร/นาที (liters/min)

(2) เครื่องสูบลมอากาศสำหรับการเจือจาง (Dilution Pump) เป็นแบบ Model A-150 Komhyr Teflon Positive Displacement Type ซึ่งสามารถสูบลมอากาศได้ในอัตรา 150 มิลลิเมตร/นาที (ml/min) จำนวน 2 ชุด หรือแบบอื่นที่มีคุณสมบัติเทียบเท่า ในบางกรณีอาจใช้เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ (Flowmeter) ที่ผ่านการสอบเทียบความถูกต้องแล้วร่วมกับเครื่องสูบลมอากาศแบบ Teflon-Coated Diaphragm Pump

(3) วาล์ว (Valve) เป็นแบบ Teflon three-way จำนวน 2 ชุด ซึ่งเหมาะสมกับการเชื่อมต่อสายท่อเทฟลอน

(4) เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ (Flowmeter) จำนวน 2 ชุด ใช้สำหรับตรวจวัดอัตราการไหลของก๊าซที่ใช้เจือจาง (Diluent Gas)

(5) ก๊าซที่ใช้เจือจาง (Diluent Gas) บรรจุอยู่ในถังพร้อม Regulator โดยก๊าซที่ใช้เจือจางนี้อาจจะเป็นไนโตรเจนหรืออากาศแห้งที่สะอาด (Clean Dry Air) ขึ้นอยู่กับลักษณะของก๊าซในปล่อง

(6) ชุดกล่องร้อน (Heated Box) ทนต่อการถูกให้ความร้อนถึง 120 °C ใช้สำหรับบรรจุเครื่องสูบอากาศจำนวน 3 ชุด Three-way valve และ อุปกรณ์เชื่อมต่อที่เกี่ยวข้อง กล่องนี้ควรจะต้องติดตั้งชุดข้อต่อเร็ว (Quick Connect fittings) เพื่อใช้สำหรับเชื่อมต่อส่วนต่างๆ ของชุดเก็บตัวอย่างดังนี้ (1) สายเก็บตัวอย่างอากาศที่ถูกให้ความร้อน ซึ่งเชื่อมต่อจากท่อเก็บตัวอย่างอากาศ (Probe) (2) Gas Sampling Valve (3) ก๊าซมาตรฐานผสมสำหรับการปรับเทียบความถูกต้อง และ (4) สายท่อของก๊าซที่ใช้เจือจาง แผนผังแสดงส่วนประกอบต่างๆ และการเชื่อมต่อชุดเก็บตัวอย่างแสดงไว้ในภาพที่ 18-3

ในบางกรณีอาจออกแบบท่อเก็บตัวอย่าง (Probe) ให้ติดตั้งอยู่กับชุดกล่องร้อนโดยตรง ซึ่งวิธีนี้ชุดกล่องร้อนจะมีอุปกรณ์ควบคุมสำหรับระบบให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่าง หรือถ้าชุดกล่องร้อนสามารถวางต่อโดยตรงกับปล่องระบายอากาศที่จะเก็บตัวอย่าง ระบบให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่างอากาศก็อาจไม่จำเป็นต้องใช้ แต่ไม่ว่าจะในกรณีใดก็ตามจะต้องใช้สายเทพล่อนที่มีระบบให้ความร้อนในการเชื่อมต่อระหว่างชุดกล่องร้อนและ Gas Sampling Valve บนเครื่อง GC

ข้อควรระวัง : จะต้องทำการตรวจเช็คการรั่วไหลของระบบก่อนทำเจือจาง เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการระเบิดได้

2.1.3.2 วิธีการเก็บตัวอย่าง (Procedure)

(1) ประกอบชุดเก็บตัวอย่างโดยติดตั้งชุดกล่องร้อนให้อยู่ระหว่างสายเก็บตัวอย่างอากาศร้อนที่ต่อจากท่อเก็บตัวอย่างอากาศ และ Gas Sampling Valve บนเครื่อง GC เปิดระบายตัวอย่างอากาศจาก Gas Sampling Valve ผ่านเข้าไปที่ชุดถ่านกัมมันต์ (Charcoal Filter) โดยตรง ไม่ผ่านเครื่องสูบอากาศ

และโรตاميเตอร์ ให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่างอากาศ สายเก็บตัวอย่างอากาศ และชุดกลองร้อน เสียบท่อเก็บตัวอย่างอากาศ และเครื่องตรวจวัดอุณหภูมิไปที่กึ่งกลางของปล่อง หรือจุดที่ห่างผนังของปล่องไม่น้อยกว่า 1 เมตร (ในกรณีที่ปล่องมีเส้นผ่านศูนย์กลางไม่น้อยกว่า 2 เมตร) วัดอุณหภูมิภายในปล่อง และปรับระบบให้ความร้อนทั้งหมดให้ควบคุมอุณหภูมิของชุดเก็บตัวอย่างให้สูงกว่าอุณหภูมิภายในปล่องประมาณ 0-3 °C ถ้าอุณหภูมิที่ตั้งสูงจนอาจเป็นอันตรายต่อส่วนประกอบต่างๆ ที่ทำด้วยเทฟลอน ให้ปรับการให้ความร้อนเพื่อรักษาค่าของอุณหภูมิให้สูงเพียงพอที่จะป้องกันไม่ให้ไอน้ำและสารอินทรีย์เกิดการกลั่นตัวเป็นของเหลว (สูงกว่า 110 °C) จากนั้นทำการปรับเทียบความถูกต้องของเครื่อง GC ผ่านระบบการทำเจือจาง ตามขั้นตอนในหัวข้อ 2.1.1.5.3 หาค่าความเข้มข้นของก๊าซมาตรฐานที่ใช้ในการปรับเทียบหลังผ่านระบบการทำเจือจาง โดยใช้ค่า Dilution Factor และค่าความเข้มข้นของก๊าซมาตรฐานที่ได้รับการรับรอง (Certified Concentration) จัดบันทึกข้อมูลลงในแบบ คพ. 18-4

(2) เมื่อระบบการเจือจางและการทำงานของ GC อยู่ในเกณฑ์ที่สามารถยอมรับได้ จึงเริ่มทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศจากปล่อง โดยรักษาอัตราส่วนการทำเจือจางให้เหมือนกับการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานที่ใช้ในการปรับเทียบความถูกต้อง

(3) ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างสำหรับตรวจประเมินความถูกต้อง (Field Audit Sample) โดยผ่านระบบการทำเจือจาง หรือต่อตรงเข้าสู่ Gas Sampling Valve วิธีการใดวิธีการหนึ่ง บันทึกข้อมูลที่ได้ทั้งหมดแล้วรายงานผลต่อผู้ตรวจประเมินความถูกต้อง

2.1.3.3 การหาค่าปริมาณความชื้น (Determination of Stack Gas Moisture Content) ให้เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.2.3

2.1.3.4 การประกันคุณภาพ (Quality Assurance) ให้เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.2.4

2.1.3.5 การคำนวณค่าการระบายสารมลพิษจากแหล่งกำเนิด (Emission Calculation) ให้เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.2.5

โดยใช้ Dilution Factors มาเป็นส่วนหนึ่งในการคำนวณ

2.1.4 วิธีการเก็บตัวอย่างโดยใช้หลอดดูดซับ (Absorption Tube Procedure)

สารดูดซับ (Absorbent) ใดๆ ที่มีขายในท้องตลาดสามารถนำมาใช้กับวิธีการนี้ หากผ่านเกณฑ์การทำ Recovery Study ตามรายละเอียดในหัวข้อ 2.3.3 ผู้ทำการวิเคราะห์อาจเลือกใช้สารดูดซับใดๆ โดยปรึกษากับบริษัทผู้ขาย หรือศึกษารายละเอียดของวิธีการเก็บตัวอย่างสารอินทรีย์ของสถาบัน National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH) ของสหรัฐอเมริกา สิ่งรบกวน (Interference) ที่สำคัญสำหรับวิธีการนี้คือ ไอน้ำ ผู้วิเคราะห์อาจจะวาง Midget Impinger ในอ่างน้ำแข็งไว้ข้างหน้าหลอดดูดซับ ซึ่งน้ำที่ตกสะสมใน Midget Impinger หัวข้อ 2.3.3 จะต้องนำไปวิเคราะห์หาสารที่สนใจด้วย และการทำ Spike สำหรับ Recovery Study จะต้องทำทั้งใน Midget Impinger และหลอดดูดซับ การทำ Combined Recovery (การนำผลรวมของปริมาณที่ Recovery ได้ใน Impinger และหลอดดูดซับไปคำนวณค่า R) จึงจะเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนดในหัวข้อ 2.3.3

หมายเหตุ : การตรวจสอบการรั่วซึมภายหลังการเก็บตัวอย่าง (Post-Test Leak-Checks) ไม่สามารถทำได้สำหรับวิธีการเก็บตัวอย่างนี้ เนื่องจากอาจทำให้เกิดการปนเปื้อนได้

2.1.4.1 เครื่องมือและอุปกรณ์เพิ่มเติม (Additional Apparatus)

(1) ท่อเก็บตัวอย่างอากาศ (Probe) ทำจากแก้ว Borosilicate หรือ เหล็กไร้สนิม มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในประมาณ 6 มิลลิเมตร (mm) พร้อมระบบให้ความร้อน ในกรณีที่อาจมีการกลั่นตัวของไอน้ำซึ่งจะก่อให้เกิดปัญหาในการเก็บตัวอย่าง และชุดกรองแบบติดตั้งภายในปล่องหรือภายนอกปล่องที่ถูกให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิเท่ากับภายในปล่อง ใช้สำหรับกรองฝุ่นละอองและอนุภาคต่างๆ ออกจากตัวอย่างอากาศ วัสดุที่ใช้ได้แก่ โยแก้ว (Glass Wool)

(2) สายเก็บตัวอย่างแบบอ่อน (Flexible Tubing) เพื่อเชื่อมต่อระหว่างท่อเก็บตัวอย่างอากาศและหลอดดูดซับ (Absorption Tube) ต้องทำจากวัสดุที่ไม่ดูดซับสารจากตัวอย่างอากาศ

(3) เครื่องสูบลูกอากาศที่ไม่มีการรั่ว (Leakless Sample Pump) มีระบบควบคุมการไหลของอากาศ มีอัตราการดูดอากาศที่คงที่ โดยใช้ Orifices

(4) เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ (Bubble-Tube Flowmeter) มีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกินร้อยละ ± 1 ใช้สำหรับปรับเทียบความถูกต้องของอัตราการสูบลูกอากาศของเครื่องสูบลูกอากาศ

(5) นาฬิกาจับเวลา (Stop Watch) ใช้ในการจับเวลาสำหรับการเก็บตัวอย่าง และจับเวลาสำหรับการปรับเทียบความถูกต้องของเครื่องสูบลูกอากาศ

(6) หลอดดูดซับ (Absorption Tubes) บรรจุ Precleaned Adsorbent มวลของสารดูดซับที่บรรจุไว้จะถูกกำหนดโดยปริมาตรของอากาศและความเข้มข้นของสารในปล่อง

(7) เครื่องวัดความดันบรรยากาศ (Barometer) มีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 5 มิลลิเมตรปรอท (mmHg) ใช้สำหรับตรวจวัดความดันบรรยากาศในระหว่างการเก็บตัวอย่างและการปรับเทียบความถูกต้องของเครื่องสูบลูกอากาศ

(8) Rotameter ที่มีช่วงค่าอยู่ระหว่าง 0-100 ซีซี/นาที (cc/min) สำหรับตรวจหาอัตราการไหลของอากาศที่เปลี่ยนแปลงไปในระหว่างการเก็บตัวอย่าง

2.1.4.2 การเก็บตัวอย่างและการวิเคราะห์ (Sampling and Analysis)

(1) ทำการปรับเทียบความถูกต้องของเครื่องสูบลูกอากาศ และกำหนดอัตราการไหลของอากาศ (ด้วย Orifice) ที่ต้องการให้ผ่านหลอดดูดซับ โดย Bubble Tube Flowmeter ก่อนที่จะเริ่มเก็บตัวอย่าง ชุดเก็บตัวอย่างสามารถทำงานเป็นระบบที่หมุนเวียนได้ (Recirculating Loop) บันทึกค่าของอุณหภูมิและความดันบรรยากาศโดยทั่วไป ในระหว่างที่ทำการเก็บตัวอย่างให้ใช้ Rotameter ตรวจสอบความคงที่ของอัตราการเก็บตัวอย่างโดยเครื่องสูบลูกอากาศและ Orifice

(2) ใช้ท่อเก็บตัวอย่างอากาศ (ในกรณีที่เป็น) เพื่อทำการเก็บตัวอย่างที่ตำแหน่งจุดกึ่งกลางปล่องหรือจุดที่มีระยะห่างจากผนังปล่องไม่น้อยกว่า 1 เมตร พยายามให้สายเก็บตัวอย่างแบบอ่อนที่ติดตั้งอยู่ระหว่างท่อเก็บตัวอย่าง

อากาศ และหลอดดูดซับมีความยาวน้อยที่สุด สามารถติดตั้งหลอดดูดซับต่อเนื่องกันเป็นชุดเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับ (หากจำเป็น) หลอดดูดซับควรจะวางในแนวตั้งตลอดเวลาที่ทำการเก็บตัวอย่าง เพื่อป้องกันการเกิด Channeling ส่งผ่านตัวอย่างอากาศเข้าสู่ระบบการเก็บตัวอย่างด้วยแรงดันที่พอเหมาะกับขนาดของ Orifice ที่กำหนดไว้ บันทึกเวลาที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างทั้งหมด อัตราการไหลของตัวอย่าง (หรือจำนวนครั้งของการดึงตัวอย่างอากาศของเครื่องสูบลม) แรงดันบรรยากาศ และค่าของอุณหภูมิในบรรยากาศโดยทั่วไปหาปริมาณของตัวอย่างอากาศทั้งหมดเทียบเคียงกับค่าความเข้มข้นของสารอินทรีย์ระเหยง่ายที่ปรากฏ และนำมาหาค่า Loading Factors (ในหน่วยน้ำหนักสารอินทรีย์ที่เก็บตัวอย่างต่อน้ำหนักของสารที่ใช้ในการดูดซับ) ในบางครั้งอาจจำเป็นต้องวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการเพื่อหาค่าสัดส่วนของปริมาณที่ต้องการก่อนที่จะทำการเก็บตัวอย่างจริง หากในตัวอย่างอากาศมีปริมาณความชื้นมากกว่าร้อยละ 2-3 จะทำให้ความสามารถในการดูดซับลดลงอย่างมาก การทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC ให้เป็นไปตามขั้นตอนที่กำหนดไว้ในคู่มือของบริษัทผู้ผลิต หลังจากสามารถกำหนดสภาวะการวิเคราะห์ที่เหมาะสมที่สุดได้แล้ว ให้ทำการตรวจสอบและบันทึกสภาวะการทำงานดังกล่าวไว้ตลอดการใช้งาน ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องของเครื่องวิเคราะห์สารที่ใช้ประเมินความถูกต้อง (Audit Samples) แล้วจึงทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศจากปล่อง

2.1.4.3 มาตรฐานและการเปรียบเทียบความถูกต้อง (Standard and Calibration)

ถ้าใช้การดูดซับแบบให้ความร้อน (Thermal Desorption) จะต้องจัดเตรียมก๊าซมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบดังรายละเอียดในหัวข้อ 4.1 ถ้าใช้การสกัดโดยใช้สารละลาย (Solvent Extraction) ให้เตรียมสารมาตรฐานในสถานะของเหลวในสารละลายที่ใช้สกัดตัวดูดซับดังกล่าว เตรียมสารมาตรฐานอย่างน้อย 3 ค่าความเข้มข้น โดยให้มีช่วงค่าความเข้มข้นครอบคลุมความเข้มข้นเฉลี่ยของสารที่สนใจในตัวอย่างอากาศ ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างในแต่ละวัน ดังรายละเอียดในหัวข้อ 2.1.1.5.3

2.1.4.4 การประกันคุณภาพ (Quality Assurance)

(1) การทำ Recovery study ของสารมลพิษที่สนใจ ดังรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.3.3

(2) การหาประสิทธิภาพในการเก็บตัวอย่าง (Sample Collection Efficiency) จากแหล่งกำเนิด ให้ทำการวิเคราะห์สารที่ใช้ในการดูดซับส่วนแรก (Primary) และส่วนหลัง (Backup) ที่เป็นส่วนสำรองของหลอดดูดซับแยกจากกัน ถ้าส่วน Backup มีผลการวิเคราะห์เกินกว่าร้อยละ 10 ของปริมาณทั้งหมด (Primary รวมกับ Backup) แสดงว่าเกิดภาวะ Sample Breakthrough การพิจารณาว่าการเก็บตัวอย่างโดยใช้หลอดดูดซับและการวิเคราะห์มีความเหมาะสมกับการเก็บตัวอย่างสารใด ๆ นั้น จะพิจารณาจากผลการทำ Recovery Study ในหัวข้อ 2.3.3 เท่านั้น

(3) การตรวจสอบรอยรั่วของเครื่องสูบอากาศและการตรวจสอบอัตราการไหลของอากาศ (Pump Leak Checks and Volume Flow Rate Checks) ทำการตรวจเช็คทั้ง 2 อย่างนี้ หลังการเก็บตัวอย่างเสร็จสิ้น โดยส่วนประกอบต่างๆ ของชุดเก็บตัวอย่างยังอยู่ที่เดิม ใช้อุปกรณ์วัดอัตราการไหลชนิดฟองสบู่อากาศ (Bubble Tube Flowmeter) เพื่อตรวจวัดอัตราการไหลของอากาศของเครื่องสูบอากาศ โดย Orifice แบบเดียวกับที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง บันทึกผล หากผลที่ได้มีค่าเปลี่ยนแปลงมากกว่าร้อยละ 5 แต่ไม่เกินร้อยละ 20 ให้ทำการคำนวณค่าเฉลี่ยอัตราการไหลของอากาศสำหรับการเก็บตัวอย่างครั้งนั้น แต่หากผลที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงมากกว่าร้อยละ 20 ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องของเครื่องสูบอากาศซ้ำอีกครั้ง และเริ่มเก็บตัวอย่างใหม่

(4) การคำนวณ (Calculations) ปรับปริมาตรของตัวอย่างอากาศไปที่สภาวะมาตรฐาน ถ้ามีการใช้ระบบการทำเจือจาง ให้คุณผลการวิเคราะห์ด้วยสัดส่วนการทำเจือจางที่เหมาะสม และควรทำการปรับผลการวิเคราะห์ให้ถูกต้องตามขั้นตอนในหัวข้อ 2.3.3 รายงานผลการวิเคราะห์ในหน่วย ppm โดยปริมาตร ณ สภาวะแห้ง (Dry Basis)

2.2 การรายงานผล (Reporting of Results) หลังจากการเก็บตัวอย่าง และตรวจวิเคราะห์ภาคสนามเสร็จสิ้นแล้ว ตรวจสอบให้แน่ใจว่าแบบ คพ. 18-4 ได้รับการกรอกข้อมูลจนมีรายละเอียดครบถ้วนสมบูรณ์ ทำการสรุปข้อมูลทั้งหมดลงในแบบ คพ. 18-5

2.3 Recovery Study หลังจากสำรวจข้อมูลเบื้องต้น และกำหนดชนิดของสารมลพิษตัวอย่างที่ต้องการจะตรวจวัดแล้ว ให้ทำการทดสอบการ Recovery ของสารที่สนใจบนพื้นฐานของวิธีการเก็บตัวอย่าง ซึ่งเลือกใช้สำหรับสารนั้น

2.3.1 Recovery Study สำหรับการเก็บตัวอย่างวิเคราะห์โดยตรง (Direct Interface Sampling) หรือโดยทำการเจือจาง (Dilution Interface Sampling)

หากเก็บตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิดและวิเคราะห์ตามรายละเอียดที่ระบุไว้ในหัวข้อ 2.1.2 หรือ 2.1.3 หลังจากการปรับเทียบความถูกต้องเสร็จสิ้นให้ผ่านก๊าซปรับเทียบความถูกต้องช่วงความเข้มข้นในระดับกลาง (Mid-level Calibration Gas) สำหรับสารมลพิษที่ต้องการอย่างน้อย 1 ชนิด เข้าสู่ปากท่อเก็บตัวอย่างอากาศ หรือส่วนที่ใกล้เคียงกับปากท่อมากที่สุด และต้องอยู่ก่อนที่จะถึงชุดกรอง จากนั้นทำการปรับเทียบความถูกต้องอีกครั้ง โดยให้ก๊าซปรับเทียบความถูกต้องผ่านระบบการเก็บตัวอย่างและระบบการวิเคราะห์ทั้งหมด ทำเช่นนี้ซ้ำกัน 3 ครั้ง ค่าเฉลี่ยของการตอบสนองของระบบการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC ต่อก๊าซปรับเทียบความถูกต้อง ซึ่งไหลผ่านท่อเก็บตัวอย่างอากาศและชุดเก็บตัวอย่างทั้งระบบ จะต้องแตกต่างกันไม่เกินร้อยละ 10 หากมีค่าแตกต่างกันเกินเกณฑ์ที่กำหนด ให้ทำการตรวจสอบรอยรั่วของชุดเก็บตัวอย่าง แล้วทำการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานที่ผ่านระบบการเก็บตัวอย่างซ้ำจนกว่าจะได้ตามเกณฑ์ที่กำหนด

2.3.2 Recovery Study สำหรับการเก็บตัวอย่างโดยถุงเก็บตัวอย่างอากาศ (Recovery Study for Bag Sampling)

2.3.2.1 หากเก็บตัวอย่างโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่างอากาศ และวิธีการวิเคราะห์ตามรายละเอียดที่ระบุในตัวข้อ 2.1.1 หลังจากการวิเคราะห์ตัวอย่างจากถุงเก็บตัวอย่างจำนวน 3 ตัวอย่างเสร็จสิ้น ให้เลือกตัวอย่างมา 1 ถุง ซึ่งตัวอย่งนี้จะใช้เป็น Spiked Bag โดย Spike สารมาตรฐานที่รู้ค่าความเข้มข้นที่แน่นอนของสารมลพิษที่ต้องการทดสอบ ค่าความเข้มข้นในหน่วย ppm จะต้องมีความอยู่ระหว่างร้อยละ 40-60 ของค่าความเข้มข้นเฉลี่ยที่ตรวจพบได้จากตัวอย่างในถุงอากาศ 3 ตัวอย่าง ถ้าผลการวิเคราะห์ไม่พบสารตัวอย่างที่ต้องการจากถุงเก็บตัวอย่างใดๆ ความเข้มข้นของสารที่ต้อง Spike เข้าถุง ต้องมีค่าสูงกว่าขีดจำกัดของการตรวจวัดของสารนั้นๆ (Limit of Detection) ประมาณ 5 เท่า เก็บ Spiked Bag ไว้ชั่วระยะเวลาหนึ่ง โดยต้องนานพอ กับการเก็บถุงตัวอย่างอากาศจริงก่อนที่จะทำการวิเคราะห์ในภาคสนาม หลังจากนั้นให้ทำการวิเคราะห์ Spiked Bag โดยเครื่อง GC ซ้ำกัน 3 ครั้ง แล้วคำนวณหาค่าเฉลี่ยของ Fraction Recovered (R) ของสารเป้าหมายที่ Spike แต่ละชนิด ด้วยสมการในหัวข้อ 6.7

2.3.2.2 สำหรับการเก็บตัวอย่างโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่างอากาศ ค่า R จะต้องอยู่ระหว่าง $0.70 \leq R \leq 1.30$ จึงจะถือว่าใช้ได้สำหรับสารหนึ่งๆ แต่หากค่า R ของสารที่สนใจไม่เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด แสดงว่าการเก็บตัวอย่างวิธีนี้ไม่เป็นที่ยอมรับ หรือไม่เหมาะสมกับสารตัวอย่างที่สนใจ ดังนั้นจึงต้องทำการประเมินเทคนิคการเก็บตัวอย่างวิธีอื่นๆ เพื่อหาวิธีที่เป็นที่ยอมรับ (โดยการทำการ Recovery Study กับเทคนิคการเก็บตัวอย่างวิธีการอื่น) รายงานค่า R ลงในแบบรายงานผลการทดสอบ และทำการปรับผลการวิเคราะห์ภาคสนามให้ถูกต้องด้วยค่า R ที่คำนวณได้ โดยใช้สมการในหัวข้อ 6.8

2.3.3 Recovery Study สำหรับการเก็บตัวอย่างโดยวิธีการดูดซับ (Adsorption Tube)

หากเก็บตัวอย่างโดยใช้หลอดดูดซับตามรายละเอียดที่ระบุไว้ในหัวข้อที่ 2.1.4 ให้ทำ Recovery Study ของสารมลพิษที่สนใจในระหว่างการทำ

ทดสอบภาคสนาม ทำการประกอบชุดเก็บตัวอย่างที่เหมือนกันจำนวน 2 ชุด นำท่อเก็บตัวอย่างอากาศของทั้ง 2 ชุดเสียบเข้าไปในปล่อง โดยให้ท่อเก็บตัวอย่างอากาศทั้ง 2 ชุดอยู่ในแนวระนาบเดียวกัน ให้ปลายของท่อเก็บตัวอย่างชุดที่ 1 อยู่ห่างจากขอบนอกของชุดที่ 2 ประมาณ 2.5 เซนติเมตร (cm) ทำการ Spike สารที่สนใจ (ในสถานะก๊าซหรือของเหลว) ลงในหลอดที่บรรจุตัวดูดซับ (Adsorption Tube) ในชุดเก็บตัวอย่างที่ถูกเลือกเป็น Spiked Train ก่อนที่จะทำการชักตัวอย่างอากาศ โดยมวลของสารแต่ละชนิดที่เติมเข้าไปจะมีค่าประมาณร้อยละ 40-60 ของมวลสารที่คาดว่าจะเก็บสะสมได้ในชุดเก็บตัวอย่างที่เป็น Unspiked Train ทำการชักตัวอย่างอากาศเข้าสู่ชุดเก็บตัวอย่างทั้ง 2 ชุดพร้อมๆ กัน ทำการวิเคราะห์หลอดที่บรรจุตัวดูดซับ (Absorbent Tube) จากชุดเก็บตัวอย่างทั้ง 2 ชุด โดยใช้วิธีการและเครื่องมือในการวิเคราะห์ที่เหมือนกัน คำนวณหา Fraction Recovered (R) โดยใช้สมการในหัวข้อ 6.9

2.3.3.1 ทำตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.3.3 ซ้ำอีก 2 ครั้ง รวมทั้งหมดเป็นจำนวน 3 ครั้ง การเก็บตัวอย่างโดยวิธีการดูดซับและการวิเคราะห์จะเป็นที่ยอมรับ หากค่าเฉลี่ยของ R (จากการทำซ้ำ 3 ครั้ง) อยู่ระหว่าง $0.70 \leq R \leq 1.30$ หากค่าเฉลี่ยของ R ไม่เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนดนี้ วิธีการเก็บตัวอย่างดังกล่าวก็ไม่เป็นที่ยอมรับสำหรับสารที่สนใจ ดังนั้นจึงต้องประเมินเทคนิคการเก็บตัวอย่างโดยวิธีอื่นแทน (โดยการทำซ้ำ Recovery Study กับเทคนิคการเก็บตัวอย่างวิธีการอื่น) รายงานค่า R ลงในแบบรายงานผลการทดสอบ และทำการปรับผลการวิเคราะห์ภาคสนามให้ถูกต้องด้วยค่า R ที่คำนวณได้ โดยใช้สมการในหัวข้อ 6.8

3. การควบคุมคุณภาพ (Quality Control)

18

3.1 มาตรการควบคุมคุณภาพ

หัวข้อ	มาตรการการควบคุมคุณภาพ	ผลกระทบ
2.3.1 Recovery Study สำหรับการเก็บตัวอย่างวิเคราะห์โดยตรง		ตรวจสอบให้มั่นใจว่าไม่มีการรั่วซึมในระบบการเก็บตัวอย่าง
2.3.2 Recovery Study สำหรับการเก็บตัวอย่างด้วยถุง		พิสูจน์ให้เห็นว่าวิธีการที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างและวิธีการวิเคราะห์นั้นเหมาะสม
2.3.3 Recovery Study สำหรับการเก็บตัวอย่างด้วยหลอดดูดซับ		พิสูจน์ให้เห็นว่าวิธีการที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างและวิธีการวิเคราะห์นั้นเหมาะสม

3.2 การประกันคุณภาพในขั้นตอนการวิเคราะห์ตัวอย่าง

หลังการเตรียมกราฟมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบ ให้ทำการตรวจประเมินความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ (Audit Analysis) ในกรณีที่มีก๊าซสำหรับประเมินความถูกต้องตามวิธีการใน 40 CFR Part 61, Appendix C, Procedure 2 : “Procedure for Field Auditing GC Analysis” ข้อมูลที่ต้องบันทึกเป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในแบบ คพ. 18-3 และ 18-6 การตรวจประเมินจะต้องให้ค่าความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ของ Audit Material ไม่แตกต่างกันเกินร้อยละ 10 ของค่าเข้มข้นที่ได้รับการรับรอง (Certified Audit Concentration)

4. การปรับเทียบความถูกต้องและการปรับมาตรฐาน (Calibration and Standardization)

18

4.1 สารมาตรฐานสำหรับปรับเทียบ (Calibration Standards)

จัดหาสารมาตรฐานสำหรับสอบเทียบของสารที่สนใจแต่ละชนิดสาร (หรือก๊าซ) มาตรฐานที่มีจำหน่าย (Commercial Cylinder Gases) และมีการรับรองโดยผู้ผลิตว่ามีค่าความถูกต้องอยู่ในช่วงร้อยละ 1 หรือ 2 ของค่าความเข้มข้นที่ระบุไว้ในใบรับรองก็ถือว่านำมาใช้ได้ ในบางครั้งผู้ทำการวิเคราะห์อาจนำสาร (หรือก๊าซ) มาตรฐานที่มีค่าความเข้มข้นสูงและผ่านการรับรองมาใช้ โดยเตรียมผ่านระบบการทำเจือจาง ตามวิธีการใน Method 205, 40 CFR Part 51, Appendix M เพื่อจัดเตรียมสารมาตรฐานสำหรับสอบเทียบที่ครอบคลุม ช่วงความเข้มข้นต่างๆ กัน (Multi-level Calibration Gas Standard) อย่างน้อย 3 ความเข้มข้นสำหรับแต่ละสารที่สนใจจะตรวจวัดในตัวอย่างอากาศ โดยจะต้องเลือกช่วงความเข้มข้นสารอินทรีย์แต่ละสารให้ครอบคลุมค่าความเข้มข้นของสารนั้นๆ ที่คาดว่าจะพบในแหล่งกำเนิด ในกรณีที่เก็บตัวอย่างด้วยหลอดดูดซับ (Adsorbent Tubes) ให้เตรียมสารมาตรฐานด้วยการใช้ตัวทำละลายชนิดเดียวกันที่ใช้ในการสกัดสารออกจากตัวดูดซับ ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อที่ 2.1.4 ควรมีการตรวจสอบความเสถียรของสารมาตรฐาน (Stability)

4.2 การเตรียมกราฟมาตรฐานสำหรับปรับเทียบ (Calibration Curves)

4.2.1 เลือกสภาวะการทำงานที่เหมาะสมของเครื่อง GC แล้วจึงผ่านก๊าซมาตรฐานเข้าสู่ Sampling Loop เป็นเวลา 30 วินาที โดยปล่อยให้ความดันภายใน Sampling Loop มีค่าเทียบเท่าความดันบรรยากาศ (Atmospheric Pressure) แล้วทำการกระตุ้น Sampling Loop เพื่อส่งผ่านสารมาตรฐานเข้าสู่คอลัมน์ของเครื่อง GC บันทึกค่าความเข้มข้นของสารมาตรฐาน, Attenuator Factor, Injection Time, Chart Speed, Retention Time, Peak Area, Sample



Loop Temperature, Column Temperature, Carrier Gas Flow Rate ให้ทำการวิเคราะห์สารมาตรฐานแต่ละสารซ้ำ 3 ครั้ง

4.2.2 ทำการวิเคราะห์สารมาตรฐานแต่ละตัวในลักษณะเดียวกัน แล้วจึงสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบ โดยการ Plot กราฟระหว่างค่าความเข้มข้น (C_u) และค่าพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากการเปรียบเทียบ (Calibration Area Values) ทำการวิเคราะห์ค่าความสัมพันธ์ (Regression) แล้วลากเส้น Least Square Line

18

5.วิธีการวิเคราะห์ (Analytical Procedure)

5.1 การเลือกพารามิเตอร์ของ GC (Selection of GC Parameter)

5.1.1 การเลือกคอลัมน์ (Column Choice) การเลือกใช้คอลัมน์ที่เหมาะสมจะทำให้สามารถวิเคราะห์ได้อย่างรวดเร็วและได้ผลดี ซึ่งค้นคว้าได้จากเอกสารที่มีการศึกษาเรื่องดังกล่าว หรือติดต่อขอคำแนะนำจากบริษัทผู้ผลิต ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับข้อมูลการผลิตของโรงงาน และการคาดการณ์การระบายนมสาร

บริษัทผู้ผลิตคอลัมน์สามารถให้คำแนะนำเกี่ยวกับการเลือกคอลัมน์และตัวตรวจวัดที่เหมาะสมสำหรับใช้แยกสารประกอบ รวมทั้งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับสิ่งรบกวนในการวิเคราะห์สภาวะการทำงานที่เหมาะสม และข้อจำกัดของคอลัมน์ได้ด้วย นอกจากนี้โรงงานที่มีห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ก็สามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับขั้นตอนการวิเคราะห์ที่เหมาะสมได้ด้วย

5.1.2 การปรับ GC เบื้องต้น (Preliminary GC Adjustment) ให้ใช้สารมาตรฐานและคอลัมน์ที่ผ่านการเลือกแล้วจากหัวข้อที่ 5.1.1 มาทำการทดสอบเบื้องต้นสำหรับหาสภาวะการทำงานที่เหมาะสม เพื่อให้สามารถแยกสารประกอบที่สนใจได้อย่างดี และใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยที่สุด

5.1.3 การเตรียมตัวอย่างของการสำรวจเบื้องต้น (Preparation of Presurvey Samples) หากเก็บตัวอย่างโดยสารดูดซับ (Adsorbent) ให้ทำการ

สกัดตัวอย่างเพื่อแยกสารประกอบที่สนใจออกมาด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม (ตามคำแนะนำของบริษัทผู้ผลิต) สำหรับการวิเคราะห์ด้วย GC แล้วจึงทำการเตรียมตัวอย่างในขั้นตอนต่อไปด้วยวิธีที่เหมาะสม

5.1.4 การวิเคราะห์ตัวอย่าง (Sample Analysis)

5.1.4.1 ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์จะต้องให้ความร้อนแกสารตัวอย่างจนมีอุณหภูมิเทียบเท่าอุณหภูมิภายในปล่อง เพื่อให้สารใดๆ ที่เกิดการกลั่นตัวกลับกลายเป็นไอ แล้วจึงวิเคราะห์ตัวอย่างด้วย GC แล้วเปรียบเทียบเวลาการแยกตัวของแต่ละสาร (Retention Time) กับเวลาของสารมาตรฐานที่มีองค์ประกอบที่คาดว่าจะมีอยู่ในตัวอย่าง ถ้าไม่สามารถบอกชนิดหรือองค์ประกอบที่พบได้ด้วยวิธีนี้ให้ใช้วิธีวิเคราะห์อื่น เช่น GC/Mass Spectroscopy (GC/MS) หรือ GC/Infrared (GC/IR) แต่ควรใช้วิธี GC/MS จะเหมาะสมกว่า

5.1.4.2 ทำการฉีดสารตัวอย่างครั้งแรกภายใต้สภาวะของ GC ที่ได้จากหัวข้อที่ 5.1.2 จากนั้นก็ฉีดสารตัวอย่างครั้งต่อไป โดยการปรับเปลี่ยน GC Parameter ต่างๆ เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสม จนเมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับตรวจวัดที่ดีที่สุดแล้วจึงเริ่มฉีดสารตัวอย่างซ้ำเพื่อหาค่า Retention Time ของแต่ละสารประกอบที่สนใจ การฉีดสารตัวอย่างทำได้โดยฉีดเข้าไปใน Sample Loop ด้วยอัตราการไหลคงที่ (เช่น 100 มิลลิเมตร/นาที (ml/min) เป็นเวลา 30 วินาที)

ข้อควรระวัง คือ อย่าเพิ่มความดันของก๊าซภายใน Loop ปิดเครื่องสูบอากาศแล้วให้ก๊าซเคลื่อนที่ใน Sample Loop ด้วยความดันบรรยากาศ (Ambient Pressure) กระตุ้น Sample Valve บันทึกข้อมูลต่างๆ ที่ใช้ในการฉีดสาร ได้แก่ เวลาที่ใช้ในการฉีดตัวอย่าง (Injection Time) อุณหภูมิของ Loop อุณหภูมิคอลัมน์ อัตราการไหลของก๊าซพา (Carrier Gas) อัตราการเคลื่อนที่ของกระดาษบันทึกสัญญาณ (Chart Speed) และกำลังขยายสัญญาณ (Attenuator Setting) คำนวณค่า Retention Time ของแต่ละ Peak โดยใช้ระยะทางที่กระดาษเคลื่อนที่ตั้งแต่เริ่มฉีดสารจนถึงตำแหน่งที่ได้ Peak สูงสุด หารด้วย Chart Speed ค่า Retention Time ของสารที่ได้จากการทำซ้ำไม่ควรแตกต่างกันเกิน 0.5 วินาที

5.1.4.3 ถ้าความเข้มข้นของสารสูงเกินไปให้ใช้ Sample Loop ที่มีขนาดเล็กลงหรืออาจทำการเจือจางตัวอย่างก๊าซ และถ้าตัวอย่างเป็นของเหลวให้เจือจางด้วยตัวทำละลาย หาความเข้มข้นของตัวอย่างจากกราฟมาตรฐาน (รายละเอียดดังหัวข้อที่ 4.2)

5.1.4.4 การระบุ Peak ทำได้โดยเปรียบเทียบค่า Retention Time ที่ทราบอยู่แล้วของสารประกอบมาตรฐาน กับค่า Retention Time ของแต่ละ Peak ที่พบในตัวอย่างอากาศ Peak ที่ไม่สามารถระบุชนิดของสารได้ และมีพื้นที่ได้ Peak มากกว่าร้อยละ 5 ของพื้นที่ Peak ทั้งหมด อาจใช้เทคนิค GC/MS ช่วยวิเคราะห์ นอกจากนั้นจะถือเป็นสารที่ไม่สามารถระบุชนิด หรืออาจจะระบุสารที่ คาดว่าจะเป็นไปได้ จากการเปรียบเทียบค่า Retention Time ของ Peak ตัวอย่างกับสารประกอบมาตรฐาน แล้วจึงทำการยืนยันด้วยการวิเคราะห์ GC ครั้งต่อไป

6. การวิเคราะห์ข้อมูล และการคำนวณ (Data Analysis and Calculation)

18

6.1 สัญลักษณ์ที่ใช้ (Nomenclature)

- B_{ws} = ปริมาณไอน้ำต่อปริมาตรของถุงเก็บตัวอย่างหรืออากาศใน
ปล่อง เป็นสัดส่วนโดยปริมาตร
- C_s = ความเข้มข้นของสารอินทรีย์จากกราฟมาตรฐานสำหรับ
เปรียบเทียบ (ppm)
- G_v = ปริมาตรของก๊าซหรือสารอินทรีย์ที่ฉีด (ml)
- L_v = ปริมาตรของของเหลวอินทรีย์ที่ฉีด (μ l)
- M = น้ำหนักโมเลกุลของสารอินทรีย์ (g/g-mole)
- m_s = มวลรวมของสารที่ตรวจวัดบนตัวดูดซับในชุดเก็บตัวอย่างที่
ถูกเลือกเป็น Spiked Train (μ g)
- m_u = มวลรวมของสารที่ตรวจวัดบนตัวดูดซับในชุดเก็บตัวอย่างที่
ถูกเลือกเป็น Unspiked Train (μ g)
- m_v = มวลต่อปริมาตรที่ตรวจวัดได้ของสารที่ทำ Spike (μ g/L)
- P_i = ค่าความดันสัมบูรณ์ของ Sample Loop ณ เวลาที่ทำการ
วิเคราะห์ (mmHg)
- P_m = ความดันสัมบูรณ์ของมิเตอร์วัดอากาศแห้ง (mmHg)
- P_r = ความดันอ้างอิง คือ ความดันสัมบูรณ์ของ Sample loop
ระหว่างที่ทำการเปรียบเทียบ (mmHg)
- P_s = ความดันสัมบูรณ์ของหลอดฉีดยาก่อนที่จะทำการฉีดสาร
(mmHg)
- q_c = อัตราการไหลของก๊าซปรับเทียบความถูกต้องก่อนที่จะ
ทำการเจือจาง
- q_{c1} = อัตราการไหลของก๊าซปรับเทียบความถูกต้องก่อนที่จะ
ทำการเจือจาง ขั้นที่ 1



q_{c2}	= อัตราการไหลของก๊าซปรับเทียบความถูกต้องก่อนที่จะทำการเจือจาง ขั้นที่ 2
q_d	= อัตราการไหลของก๊าซที่ใช้ทำเจือจาง
q_{d1}	= อัตราการไหลของก๊าซที่ใช้ทำเจือจาง ขั้นที่ 1
q_{d2}	= อัตราการไหลของก๊าซที่ใช้ทำเจือจาง ขั้นที่ 2
s	= ความเข้มข้นทางทฤษฎี (ppm) ของสารเป้าหมายที่ Spike ภายในถุงเก็บตัวอย่าง
S	= มวลทางทฤษฎีของสารเป้าหมายที่ Spike บนตัวดูดซับใน Spiked Train (μg)
t	= ความเข้มข้นเฉลี่ยที่ตรวจวัดได้ (ppm) ของสารเป้าหมายและตัวอย่างอากาศ (ผลการวิเคราะห์หลังจากทำ Spike ของถุงเก็บตัวอย่าง)
T_i	= อุณหภูมิของ Sample Loop ณ เวลาที่ทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง (K)
T_m	= อุณหภูมิสัมบูรณ์ของมิเตอร์วัดอากาศแห้ง (K)
T_s	= อุณหภูมิสัมบูรณ์ของหลอดฉีดยาก่อนฉีด (K)
u	= ความเข้มข้นเฉลี่ยของสารเป้าหมายในถุงเก็บตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิด (ppm) (ผลการวิเคราะห์ก่อนการทำ Spike ของถุงเก็บตัวอย่าง)
V_m	= ปริมาตรของก๊าซอ่านได้จากมิเตอร์วัดก๊าซแห้ง (liters)
V_s	= ปริมาตรของตัวอย่างอากาศจากปล่องที่เก็บด้วยชุดเก็บตัวอย่างอากาศ Spiked Train (L)
V_u	= ปริมาตรของตัวอย่างอากาศจากปล่องที่เก็บด้วยชุดเก็บตัวอย่างอากาศ Unspiked Train (L)
X	= สัดส่วนโมล หรือสัดส่วนโดยปริมาตรของสารอินทรีย์ในก๊าซปรับเทียบที่จะถูกทำการเจือจาง
Y	= Factor ของการปรับเทียบมิเตอร์วัดก๊าซแห้ง (ไม่มีหน่วย)
μl	= ความหนาแน่นของสารเหลวอินทรีย์ที่ตรวจวัด (g/ml)

24.055 = ปริมาตรเชิงโมลของก๊าซอุดมคติ ที่ 293 K และ 760 mmHg
(liters/g-mole)

1000 = ตัวคูณสำหรับการแปลงหน่วย (mL/liter)

10^6 = ตัวคูณสำหรับการแปลงหน่วยเป็น ppm

18

6.2 คำนวณค่าความเข้มข้น, C_s , ในหน่วย ppm โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$C_s = \frac{10^6 (\bar{X} q_c)}{q_c + q_d} \quad \text{สมการ 6-1}$$

6.3 คำนวณค่าความเข้มข้น, C_s , ในหน่วย ppm ของสารอินทรีย์ในก๊าซผสมสุดท้าย (Final Gas Mixture) โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$C_s = 10^6 \bar{X} \left[\frac{q_{c1}}{q_{c1} + q_{d1}} \right] \left[\frac{q_{c2}}{q_{c2} + q_{d2}} \right] \quad \text{สมการ 6-2}$$

6.4 คำนวณค่าความเข้มข้นของสารอินทรีย์มาตรฐานและชนิด, C_s , ในหน่วย ppm โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$C_s = \frac{G_v (10^6) \frac{293}{T_s} \frac{P_s}{760}}{\frac{V_m Y}{\frac{293}{T_m} \frac{P_m}{760}} \times 1000} \quad \text{สมการ 6-3}$$

$$= \frac{G_v (10^3) \frac{P_s}{T_s} \frac{T_m}{P_m}}{V_m Y}$$



6.5 คำนวณค่าความเข้มข้นของสารอินทรีย์มาตรฐานแต่ละชนิด, C_s ในหน่วย ppm โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$C_s = \frac{\frac{L_v}{M} P (24.055 \times 10^6)}{V_m Y \frac{293}{T_m} \frac{P_m}{760} 1000} = 6.24 \times 10^4 \frac{L_v P T_m}{M V_m Y P_m} \text{ สมการ 6-4}$$

18

6.6 คำนวณค่าความเข้มข้น C_c ในหน่วย ppm ณ สภาวะแห้ง (dry basis) ของสารอินทรีย์แต่ละชนิดในตัวอย่างอากาศ โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$C_c = \frac{C_s P_T T_i F_r}{P_i T_r (1 - B_{ws})} \quad \text{สมการ 6-5}$$

6.7 คำนวณค่าเฉลี่ยของ Fraction Recovered (R) ของการ Spike สารเป้าหมาย โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$R = \frac{(t - u)}{s} \quad \text{สมการ 6-6}$$

6.8 ปรับแต่งความถูกต้องของค่าการตรวจวัดภาคสนาม (Field Measurements) ด้วยค่า R ของสารเป้าหมายใดๆ โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$\text{ผลการตรวจวัด} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารที่ตรวจวัดได้ (ppm)}}{R} \quad \text{สมการ 6-7}$$

6.9 หาค่ามวลต่อปริมาตรของสาร Spiked ที่ตรวจวัดได้ โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$m_v = \frac{m_s - m_u}{V_s - V_u} \quad \text{สมการ 6-8}$$

6.10 คำนวณสัดส่วนของ Spiked Compound Recovered (R) โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$R = \frac{m_v \times V_s}{S} \quad \text{สมการ 6-9}$$

7. คุณลักษณะของวิธีการตรวจวัด (Method Performance)

7.1 เนื่องจากตัวอย่างอากาศอาจจะประกอบไปด้วยสารหลายชนิดที่มาจากแหล่งกำเนิดที่แตกต่างกันไป ดังนั้นจึงเป็นการยากที่การวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศจะมีค่าความแม่นยำสูง ค่าความแม่นยำในช่วงร้อยละ 5-10 ของค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Deviation ; RSD) ของการวิเคราะห์โดยเทคนิค Gas Chromatography ถือว่าเป็นปกติ ทั้งนี้ความแม่นยำจะขึ้นอยู่กับประสิทธิภาพของผู้วิเคราะห์ และประสิทธิภาพของเครื่องมือวิเคราะห์ ซึ่งผู้วิเคราะห์ที่มีความชำนาญกับเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีความแม่นยำ จะให้ความแม่นยำในช่วงร้อยละ 5 RSD ดังนั้น สำหรับการวิเคราะห์ด้วย GC จะต้องพิจารณาหลักเกณฑ์ดังต่อไปนี้

(1) ความแม่นยำ (Precision) ในการวิเคราะห์สารมาตรฐานสำหรับสอบเทียบซ้ำ 3 ครั้ง จะต้องมีความแตกต่างกันไม่เกินร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ย (Mean Value)

(2) ความถูกต้อง (Accuracy) ผลวิเคราะห์ตัวอย่างที่เตรียมขึ้นเพื่อใช้ในการตรวจประเมิน (Audit Samples) จะต้องมีความอยู่ภายในร้อยละ 10 ของค่าความเข้มข้นที่ใช้ในการเตรียมสาร

(3) ค่า Recovery หลังจากพัฒนาระบบการเก็บและวิเคราะห์ตัวอย่างที่เหมาะสมกับสารมลพิษที่สนใจได้แล้ว ให้ทำ Recovery Study ตามวิธีการในหัวข้อ 2.3 ณ จุดที่ทำการเก็บตัวอย่าง ทำการบันทึกข้อมูลและผลการดำเนินการดังรายละเอียดในหัวข้อ 2.2



แบบ คพ. 18-1 แบบบันทึกข้อมูลในการสำรวจเบื้องต้น

18

1. ชื่อบริษัท _____ วันที่ _____

ที่อยู่ _____

ชื่อผู้ติดต่อในบริษัท _____ โทร. _____

โทรสาร _____

ขั้นตอนในการเก็บตัวอย่าง _____

ปล่องที่เก็บตัวอย่าง _____

2. รายละเอียดของขบวนการผลิต _____

วัตถุดิบที่ใช้ _____

ผลผลิตที่ได้ _____

ขั้นตอนการผลิต

ลักษณะกระบวนการ : แบบไม่ต่อเนื่อง (Batch) _____

แบบต่อเนื่อง (Continuous) _____

แบบเป็นรอบ (Cyclic) _____

ระยะเวลาของกระบวนการของแบบไม่ต่อเนื่องหรือเป็นรอบ _____

เวลาที่ดียที่สุดสำหรับการทดสอบ _____





แบบ คพ. 18-1 แบบบันทึกข้อมูลในการสำรวจเบื้องต้น (ต่อ)

3. จุดตรวจวัด

ก. รายละเอียด

ลักษณะของสถานที่ _____

รูปร่างและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของปล่อง _____

วัสดุที่ใช้ทำปล่อง _____

ความหนาของผนังปล่อง _____ นิ้ว

ระยะทางปลายทางจากจุดรับกวนการไหลของอากาศ (Downstream) จนถึงจุดเก็บตัวอย่าง _____ นิ้ว คิดเป็น _____ เท่าของเส้นผ่านศูนย์กลาง

ระยะทางต้นทางจากจุดรับกวนการไหลของอากาศ (Upstream) จนถึงจุดเก็บตัวอย่าง _____ นิ้ว คิดเป็น _____ เท่าของเส้นผ่านศูนย์กลาง

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของ Port _____

จำนวนของ Port _____

ขนาดของพื้นที่ปฏิบัติงาน _____

ภาวะอันตราย _____ อุณหภูมิในบรรยากาศโดยรอบ _____ °F

ข. คุณสมบัติของตัวอย่างอากาศในปล่อง

อุณหภูมิ _____ °C _____ °F แหล่งข้อมูล _____

ความเร็ว _____ m/s แหล่งข้อมูล _____

ความดันสถิต _____ นิ้วน้ำ (in H₂O) แหล่งข้อมูล _____

ปริมาณความชื้น _____ % แหล่งข้อมูล _____

ปริมาณฝุ่นละออง _____ แหล่งข้อมูล _____

ส่วนประกอบของก๊าซ

N₂ _____ % สารไฮโดรคาร์บอน _____ ppm

O₂ _____ % อื่นๆ (ระบุ) _____ ppm

CO _____ % อื่นๆ (ระบุ) _____ ppm

CO₂ _____ % อื่นๆ (ระบุ) _____ ppm

SO₂ _____ % อื่นๆ (ระบุ) _____ ppm

ส่วนประกอบไฮโดรคาร์บอน

_____ ppm

_____ ppm

_____ ppm

_____ ppm

_____ ppm

_____ ppm



แบบ คพ. 18-1 แบบบันทึกข้อมูลในการสำรวจเบื้องต้น (ต่อ)

18

- ค. เกณฑ์การพิจารณาในการเก็บตัวอย่าง
สถานที่ติดตั้ง GC _____

- อันตรายพิเศษที่ควรคำนึงถึง _____

- แหล่งจ่ายไฟฟ้าบริเวณ _____

- แหล่งจ่ายไฟฟ้าสำหรับเครื่อง GC _____

- ข้อกำหนดทางด้านความปลอดภัยของโรงงาน _____

- กฎในการสัญจรของยานพาหนะ _____

- ข้อกำหนดในการเข้าออกโรงงาน _____

- ข้อตกลงเกี่ยวกับการรักษาความปลอดภัย _____

- ปัญหาที่อาจเกิดขึ้น _____

- ง. แผนผังแสดงสถานที่ทำงาน (แนบรายละเอียดเพิ่มเติมถ้าจำเป็น)





แบบ คพ. 18-2 ข้อมูลการเก็บตัวอย่างภาคสนาม – โดยใช้ถุงเก็บตัวอย่าง

บริษัท _____ วันที่ _____

สถานที่ _____

18

ตัวอย่างที่ 1 ตัวอย่างที่ 2 ตัวอย่างที่ 3

อุณหภูมิที่แหล่งกำเนิด (°C) _____

ความดันบรรยากาศ (mmHg) _____

อุณหภูมิบรรยากาศ (°C) _____

อัตราการไหลของตัวอย่างอากาศ (โดยประมาณ) _____

หมายเลขถุง _____

เวลาเริ่มต้น _____

เวลาสิ้นสุด _____



แบบ คพ. 18-3 การเตรียมสารมาตรฐานโดยการทำให้เจือจางก๊าซมาตรฐาน

18

ถังก๊าซมาตรฐาน (Cylinder Standard) : สารอินทรีย์ _____ ความเข้มข้นที่ได้รับรองไว้ _____ ppm

ข้อมูลการเตรียมมาตรฐาน : วันที่ _____

ขั้นตอนที่ 1

ความเข้มข้นที่ 1 ความเข้มข้นที่ 2 ความเข้มข้นที่ 3

อัตราการไหลของก๊าซมาตรฐานที่อ่านได้ _____

อัตราการไหลของก๊าซเจือจางที่อ่านได้ _____

อุณหภูมิในห้องปฏิบัติการ (°K) _____

ความดันบรรยากาศ (mmHg) _____

ความดันที่เกจของ Flowmeter (mmHg) _____

อัตราการไหลของก๊าซในถังที่สภาวะมาตรฐาน (ml/min) _____

อัตราการไหลของก๊าซเจือจางที่สภาวะมาตรฐาน (ml/min) _____

ความเข้มข้นที่คำนวณได้ (ppm) _____

ขั้นตอนที่ 2 (ถ้าใช้)

ก๊าซมาตรฐานอ่านได้จาก Flowmeter _____

ก๊าซเจือจางที่อ่านได้จาก Flowmeter _____

อัตราการไหลของก๊าซของขั้นที่ 1 ที่สภาวะมาตรฐาน (ml/min) _____

อัตราการไหลของก๊าซเจือจางที่สภาวะมาตรฐาน (ml/min) _____

ความเข้มข้นที่คำนวณได้ (ppm) _____

สภาวะการทำงานของ GC :

ปริมาตรของ Sample Loop (ml) _____

อุณหภูมิที่ Sample Loop (°C) _____

อัตราการไหลของก๊าซตัวพา (ml/min) _____

อุณหภูมิใน column :

เริ่มต้น (°C) _____

อัตราการเปลี่ยนแปลง (°C/min) _____

สุดท้าย (°C) _____

การหาค่ากราฟของสารอินทรีย์และความเข้มข้นที่คำนวณได้ :

เวลาในการฉีดสาร (ตามเวลานาฬิกา) _____

ระยะทางจนถึงยอดกราฟ (cm) _____

ความเร็วของ Chart (cm/min) _____

ระยะเวลาปรากฏของสารอินทรีย์ (min) _____

ค่า Attenuation Factor _____

พื้นที่ใต้ยอดกราฟ (mm²) _____

พื้นที่ใต้ยอดกราฟ X ค่า Attenuation Factor _____

นำผลคูณระหว่างพื้นที่ใต้ยอดกราฟ (Peak Area) และ Attenuation Factor กับค่าความเข้มข้นที่ได้จาก การคำนวณมาทำการหามาตรฐานในการเปรียบเทียบความถูกต้อง





แบบ คพ. 18-4 ข้อมูลการวิเคราะห์ภาคสนาม

บริษัท _____ วันที่ _____

สถานที่ _____

1. ข้อมูลทั่วไป

อุณหภูมิที่แหล่งกำเนิด (°C) _____

อุณหภูมิที่เก็บตัวอย่างอากาศ (°C) _____

อุณหภูมิบรรยากาศ (°C) _____

ความดันบรรยากาศภายนอก (mmHg) _____

ความดันที่แหล่งกำเนิด (mmHg) _____

ความดันสมบูรณ์ที่แหล่งกำเนิด (mmHg) _____

อัตราการเก็บตัวอย่างอากาศ (liter/min) _____

ปริมาตรของ Sample Loop (ml) _____

อุณหภูมิที่ Sample Loop (°C) _____

อุณหภูมิคอลัมน์ (°C) _____

เริ่มต้น (°C) / เวลา (min) _____

อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ (°C/min) _____

สุดท้าย (°C) / เวลา (min) _____

อัตราการไหลของก๊าซตัวพา (ml/min) _____

อุณหภูมิของตัวตรวจวัด (°C) _____

เวลาในการฉีดสาร (24 hr) _____

ความเร็วของ Chart (mm/min) _____

อัตราการไหลของก๊าซเฉื่อย (mm/min) _____

ชนิดของก๊าซเฉื่อยที่ใช้ (สัญลักษณ์) _____

อัตราส่วนการเจือจาง _____

18





แบบ คพ. 18-4 ข้อมูลการวิเคราะห์ภาคสนาม (ต่อ)

18

2. ข้อมูลการวิเคราะห์ภาคสนาม - ก๊าซสอบเทียบความถูกต้อง

การวิเคราะห์ครั้งที่ _____ เวลา _____

ส่วนประกอบ	พื้นที่	Attenuation	A X A Factor	ความเข้มข้น (ppm)
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____

การวิเคราะห์ครั้งที่ _____ เวลา _____

ส่วนประกอบ	พื้นที่	Attenuation	A X A Factor	ความเข้มข้น (ppm)
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____

การวิเคราะห์ครั้งที่ _____ เวลา _____

ส่วนประกอบ	พื้นที่	Attenuation	A X A Factor	ความเข้มข้น (ppm)
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____





แบบ คพ. 18-6 การเตรียมสารมาตรฐานในถุงเก็บตัวอย่างและกราฟเปรียบเทียบความถูกต้อง

สารมาตรฐาน

วันที่เตรียมสารมาตรฐาน : _____

ความเข้มข้นที่ 1 ความเข้มข้นที่ 2 ความเข้มข้นที่ 3

ชื่อสารอินทรีย์ : _____

หมายเลขประจำถุง _____

ค่าการเปรียบเทียบความถูกต้องของ

เครื่องวัดปริมาณอากาศแห้ง :

ค่ามิเตอร์ที่อ่านครั้งสุดท้าย (liter) _____

ค่ามิเตอร์ที่อ่านครั้งแรก (liter) _____

ปริมาตรอากาศจากมิเตอร์ (liter) _____

อุณหภูมิเฉลี่ยของมิเตอร์ (K) _____

ความดันเฉลี่ยของมิเตอร์ (mmHg) _____

ความดันบรรยากาศเฉลี่ย (mmHg) _____

ความดันสมบูรณ์เฉลี่ยของมิเตอร์ (mmHg) _____

อุณหภูมิของหลอดฉีดสาร (K) (ข้อ 6.2.2.1) _____

ความดันสมบูรณ์ของหลอดฉีดสาร (mmHg) (ข้อ 6.2.2.1) _____

ปริมาตรของก๊าซในกระบอกฉีด (ml) (ข้อ 6.2.2.1) _____

ความหนาแน่นของสารอินทรีย์เหลว (g/ml) (ข้อ 6.2.2.2) _____

ปริมาณของเหลวในหลอดฉีดสาร (liter) (ข้อ 6.2.2.2) _____

สภาวะการทำงานของ GC :

ปริมาตรใน Sample Loop (ml) _____

อุณหภูมิใน Sample Loop (°C) _____

อัตราการไหลของก๊าซตัวพา (Carrier Gas) (ml/min) _____

อุณหภูมิในคอลัมน์

เริ่มต้น (°C) _____

อัตราการเปลี่ยนแปลง (°C/min) _____

สุดท้าย (°C) _____

18





แบบ คพ. 18-6 การเตรียมสารมาตรฐานในถุงเก็บตัวอย่างและกราฟเปรียบเทียบความถูกต้อง (ต่อ)

18

การระบุยอดกราฟของสารอินทรีย์และความเข้มข้นที่คำนวณได้:

สารมาตรฐาน

	ความเข้มข้นที่ 1	ความเข้มข้นที่ 2	ความเข้มข้นที่ 3
เวลาในการฉีดสาร (ระบุเป็นเวลานาฬิกา)	_____	_____	_____
ระยะทางจุดเริ่มต้นจนถึงยอดกราฟ (Peak)	_____	_____	_____
ความเร็วของ Chart (cm/min)	_____	_____	_____
ระยะเวลาปรากฏของสารอินทรีย์ (min)	_____	_____	_____
ค่า Attenuation Factor	_____	_____	_____
ความสูงของยอดกราฟ	_____	_____	_____
พื้นที่ใต้ยอดกราฟ (mm ²)	_____	_____	_____
พื้นที่ใต้กราฟ X ค่า Attenuation (mm ²)	_____	_____	_____
ความเข้มข้นที่คำนวณได้ (ppm) (สมการ 6-3 หรือ 6-4)	_____	_____	_____

ให้นำผลคูณระหว่างพื้นที่ใต้กราฟ และ ค่า Attenuation Factor กับค่าความเข้มข้นจากการคำนวณมาทำกราฟมาตรฐานสอบเทียบความถูกต้อง


แบบ คพ.18-7 การเปรียบเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์วัดอัตราการไหล (Flowmeter)

หมายเลขประจำเครื่อง Flowmeter_____

ชนิดของ Flowmeter_____

เครื่องมือที่ใช้ในการเปรียบเทียบ (X): Bubble Meter____Spirometer____Wet Test Meter

ค่าที่อ่านได้จากห้องปฏิบัติการ:

 อุณหภูมิในห้องปฏิบัติการ (T_{lab})_____K

 ความดันบรรยากาศในห้องปฏิบัติการ (P_{lab})_____(mmHg)

ข้อมูลการไหลของอากาศ:

Flowmeter			Calibration Device		
ค่าที่อ่านได้ (ตามที่ทำ เครื่องหมาย)	อุณหภูมิ (K)	ความดัน (สัมบูรณ์)	เวลา (min)	ปริมาณก๊าซ ^a	อัตราการไหล ^b

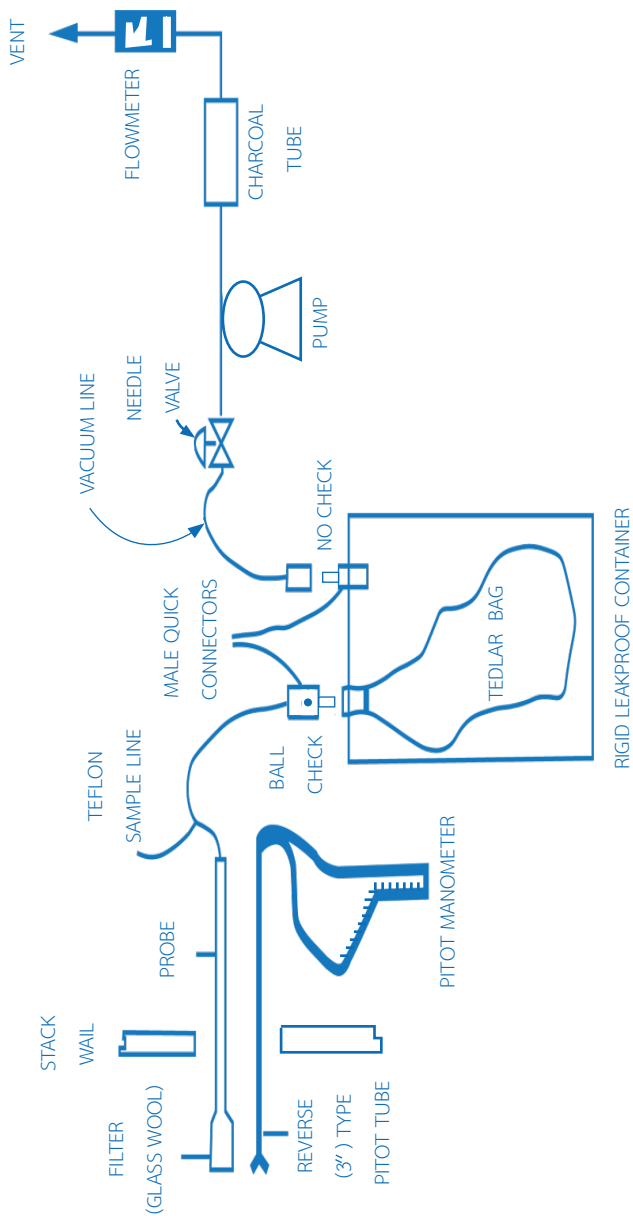
a = ปริมาตรก๊าซที่วัดด้วยเครื่องมือปรับเทียบ ปรับแก้ที่สภาวะมาตรฐาน (liter)

 b = ปริมาตรก๊าซของเครื่องมือสอบเทียบ/เวลา โดยปรับไปที่สภาวะมาตรฐาน ณ 20 °C, 760 mmHg -สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าที่อ่านได้จาก Flowmeter เทียบกับอัตราการไหล (ที่ภาวะมาตรฐาน) แล้วทำให้กราฟเป็นเส้นตรง ถ้า Flowmeter ที่นำมาสอบเทียบเป็น Rotameter หรือเครื่องมือที่ใช้วัดอัตราการไหลแบบอื่น ซึ่งขึ้นกับความหนืด อาจจำเป็นต้องสร้างกราฟมาตรฐานการปรับเทียบความถูกต้องให้ครอบคลุมช่วงค่าของความดัน และอุณหภูมิการใช้งานของ Flowmeter ต่าง ๆ กันด้วย -ขณะตรวจสอบเทคนิคก่อนนำไปใช้งาน ควรจะทำการคำนวณค่าอัตราการไหลของอากาศที่อ่านได้จาก Rotameter ไปที่สภาวะมาตรฐาน (Q_{std}) ดังนี้

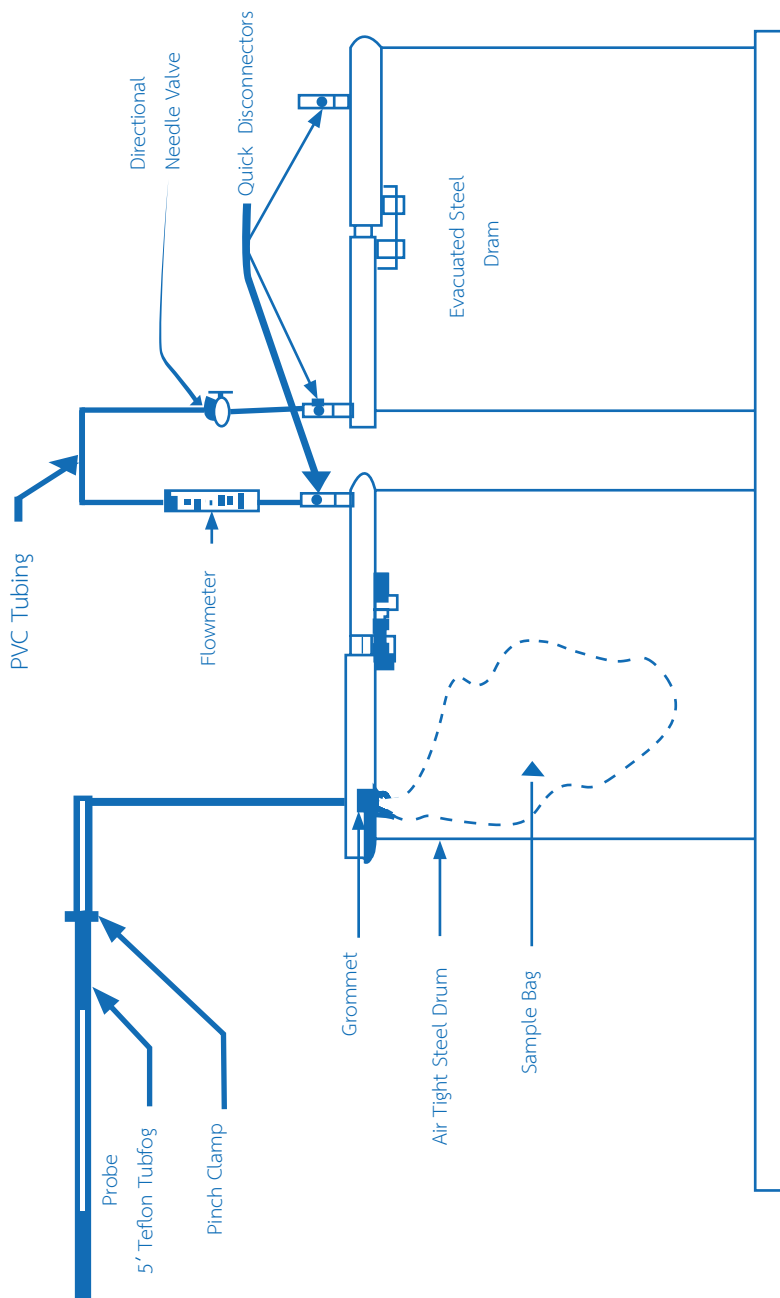
$$Q_{std} = Q_{lab} \left(\frac{760 \times T_{lab}}{P_{lab} \times 298} \right)^{1/2}$$

 อัตราการไหลของอากาศ
(สภาวะในห้องปฏิบัติการ)

 อัตราการไหลของอากาศ
(สภาวะมาตรฐาน)

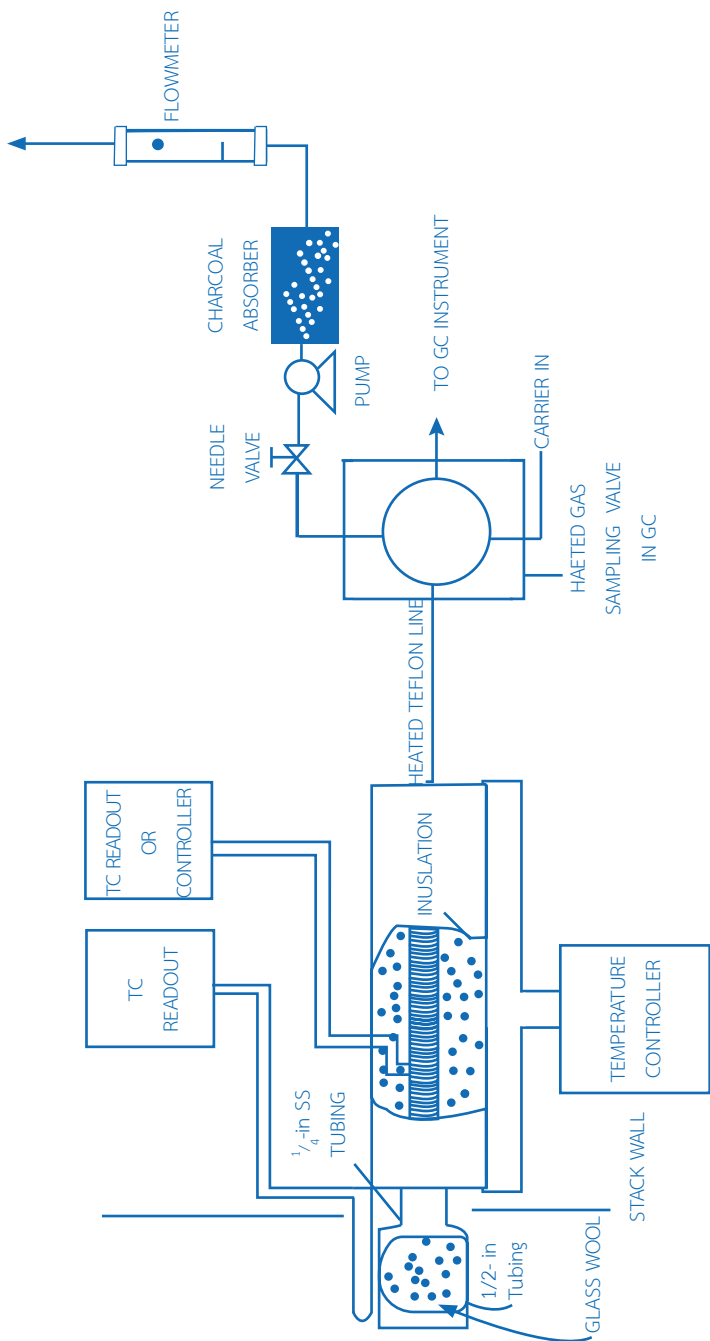


ภาพที่ 18-1 ชุดเก็บตัวอย่างอากาศโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่าง

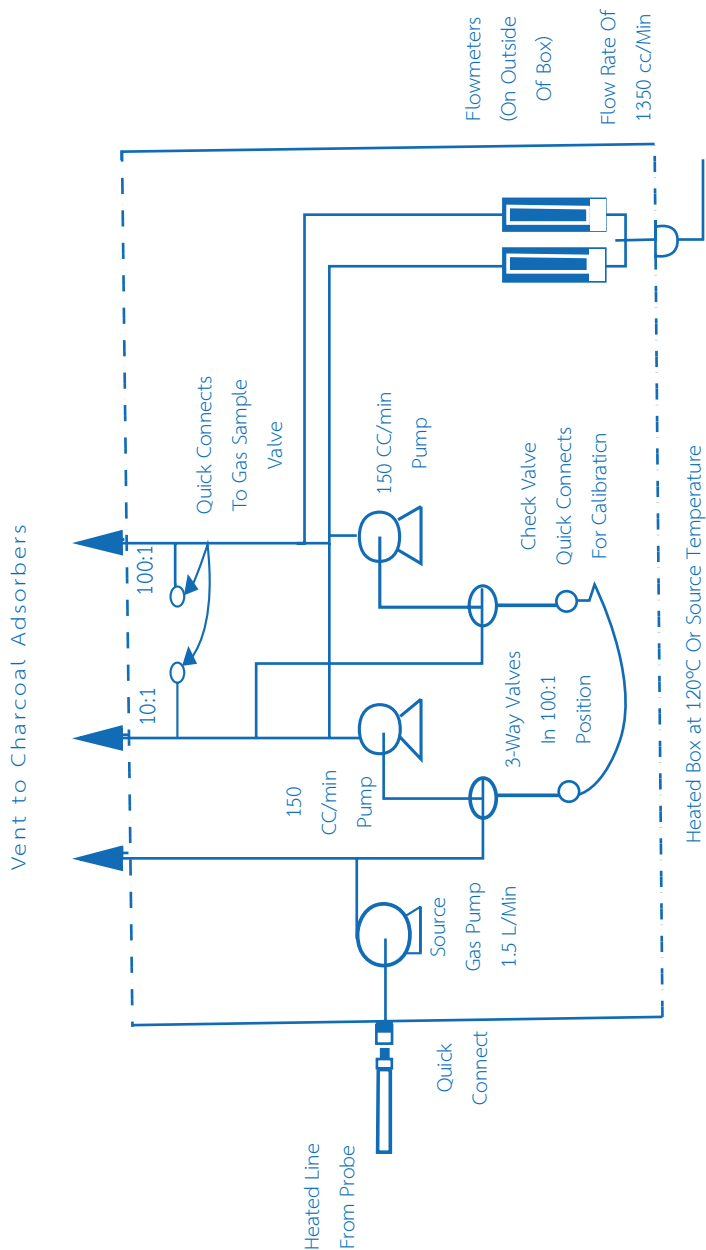


ภาพที่ 18-1ก วิธีการเก็บตัวอย่างอากาศโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่าง

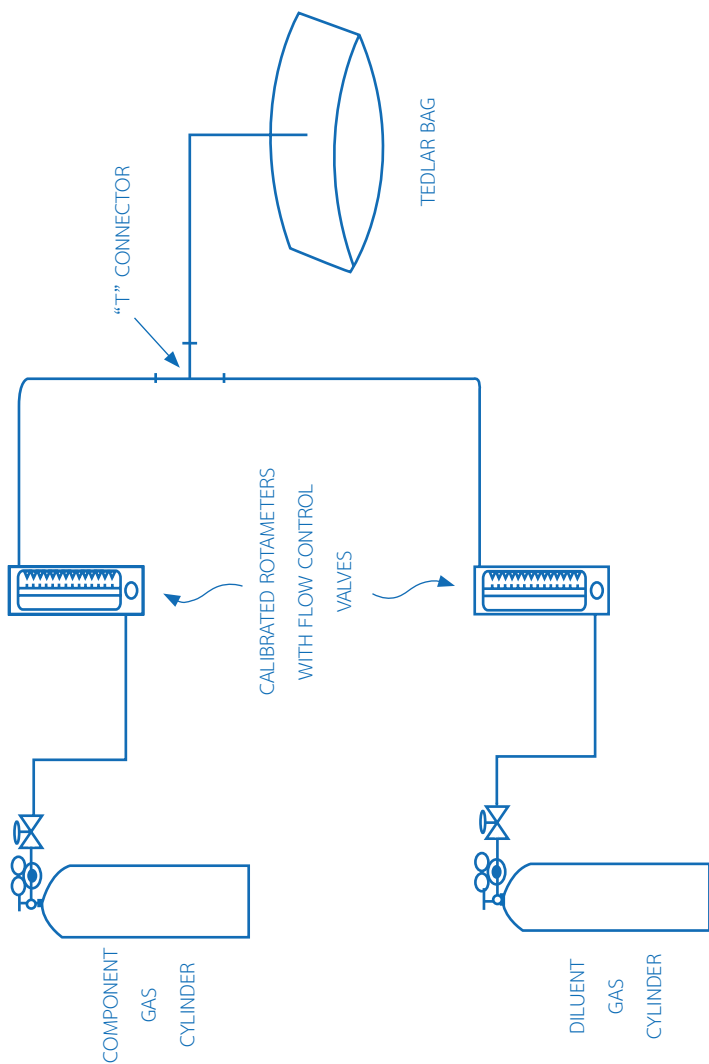
18



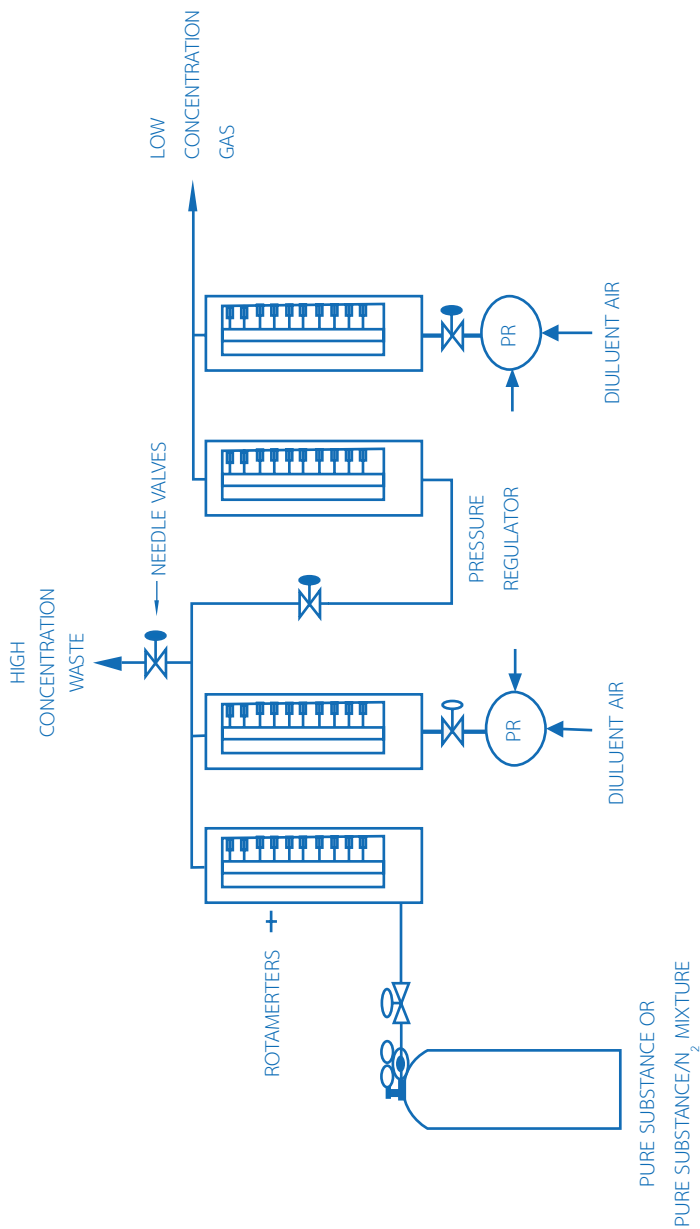
ภาพที่ 18-2 ชุดเก็บตัวอย่างวิเคราะห์โดยตรง (Direct Interface Sampling System)



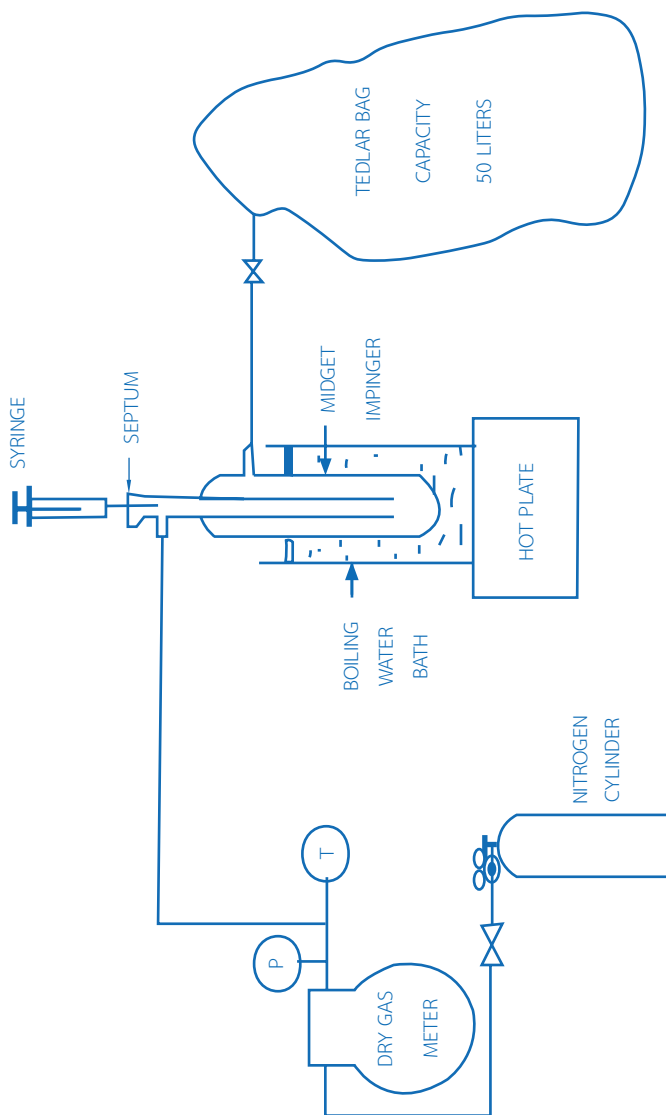
ภาพที่ 18-3 แผนภาพแสดงชุดกล่องร้อน (Heater box) ซึ่งใช้สำหรับการทำเจือจางตัวอย่างอากาศ



ภาพที่ 18-4 ระบบการทำเจือจางก๊าซสอบเทียบแบบขนานเดียว



ภาพที่ 18-5 อุปกรณ์การทำเจือจางแบบ 2 ขั้นตอน



ภาพที่ 18-6 อุปกรณ์สำหรับการเตรียมสารที่มีสถานะเป็นของเหลว

วิธีที่ 26 การหาปริมาณการระบายก๊าซไฮโดรเจนเฮไลด์และฮาโลเจน
จากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่
(Determination of Hydrogen Halide and Halogen Emissions from
Stationary Sources Non-Isokinetic Method)

1.หลักการและขอบเขตของวิธีการ
(Principle and Applicability)

26

1.1 หลักการ (Principle) ตัวอย่างอากาศที่เป็นก๊าซจะถูกดึงจากปล่องของแหล่งกำเนิดมลพิษผ่านท่อชักตัวอย่างอากาศและแผ่นกรองที่มีระบบให้ความร้อนเข้าสู่สารละลายกรดซัลฟิวริกเจือจางและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจางซึ่งจะเป็นตัวดักจับไฮโดรเจนเฮไลด์และฮาโลเจนตามลำดับ แผ่นกรองจะเป็นตัวดักจับฝุ่นละออง ซึ่งรวมถึงเกลือเฮไลด์ (Halide Salt) ไฮโดรเจนเฮไลด์จะละลายในสารละลายกรดและให้คลอไรด์ไอออน (Cl^-), โบรไมด์ไอออน (Br^-) และฟลูออไรด์ไอออน (F^-) สำหรับฮาโลเจนซึ่งมีความสามารถละลายในสารละลายกรดต่ำมากจะผ่านเข้าสู่สารละลายเบสซึ่งจะถูก Hydrolyze ให้โปรตอน (H^+), เฮไลด์ไอออน และกรดไฮโปเฮลีส (HClO or HBrO) จากนั้นโซเดียมไฮโอซัลเฟตจะถูกเติมลงในสารละลายต่างเพื่อทำให้น้ำหนักเกิดปฏิกิริยากับกรดไฮโปเฮลีสเพื่อจะเปลี่ยนรูปเป็น Second Halide Ion เพื่อที่เฮไลด์ไอออน 2 ตัวจะถูกรวมเข้าด้วยกันกลายเป็นก๊าซฮาโลเจน เฮไลด์ไอออนที่ไม่ได้รวมตัวในสารละลายจะถูกตรวจวัดโดยไอออนโครมาโตกราฟี (IC)

การหาปริมาณการระบายไฮโดรเจนคลอไรด์จากปล่องตามที่กำหนดไว้ในประกาศนี้ได้มาวิธีการตามที่กำหนดไว้ใน 40 CFR Part 60 Appendix A Method 26 Determination of Hydrogen Chloride Emissions from Stationary Sources, 2001 Edition ขององค์การพิทักษ์สิ่งแวดล้อม แห่งประเทศสหรัฐอเมริกา มาประยุกต์ใช้โดยได้ปรับปรุงแก้ไขตามความเหมาะสมเพื่อให้สอดคล้องกับการใช้งานในประเทศไทย

1.2 ขอบเขตของวิธีการ (Applicability) วิธีการนี้เป็นวิธีการสำหรับใช้วิเคราะห์หาไฮโดรเจนเฮไลด์ (HX) ได้แก่ ไฮโดรเจนคลอไรด์ (HCl), ไฮโดรเจนโบรไมด์ (HBr) และไฮโดรเจนฟลูออไรด์ (HF) และฮาโลเจน (X_2) ได้แก่ คลอไรด์ (Cl_2) และโบรไมด์ (Br_2) จากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทโรงงานอุตสาหกรรม สำหรับแหล่งกำเนิดที่มีระบบควบคุมมลพิษแบบ Wet Scrubber และมีการระบายฝุ่นละอองพร้อมไอกรด (Acid Particulate Matter) เช่น ไฮโดรเจนเฮไลด์ที่ละลายในหยดน้ำ ควรทำการเก็บตัวอย่างโดยใช้วิธีที่ 26 A

2. อุปกรณ์และวัสดุ (Equipment and Supplies)

2.1 ขั้นตอนการเก็บตัวอย่าง ชุดเก็บตัวอย่างแสดงดังภาพที่ 26-1 อุปกรณ์ที่ใช้มีรายละเอียดดังนี้

2.1.1 ท่อชักตัวอย่าง (Probe) ทำจากแก้วโบโรซิลิเคท (Borosilicate) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในประมาณ 9 มิลลิเมตร (3/8 นิ้ว) และประกอบด้วยระบบทำความร้อน (Heating System) ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิของท่อชักตัวอย่างและตัวจับแผ่นกรอง (Filter Holder) ได้มากกว่าหรือเท่ากับ 120 องศาเซลเซียส ในระหว่างที่ทำการเก็บตัวอย่างเพื่อป้องกันการควบแน่นของอากาศกลายเป็นหยดน้ำบริเวณท่อเก็บตัวอย่าง และติดตั้งแผ่นกรองชนิด Teflon Glass ตรงบริเวณปลายท่อชักตัวอย่างด้าน Outlet เพื่อกรองฝุ่นละอองจากกระแสน้ำอากาศ ไม่ควรใช้ใยแก้วอุดตรงปลายท่อชักตัวอย่างด้าน Inlet เพื่อกรองฝุ่นละออง เนื่องจากอาจทำให้ผลที่ได้มีค่าน้อยกว่าค่าที่แท้จริง (Negative Bias)

2.1.2 Three-Way Stopcock ทำจากแก้วโบโรซิลิเคท (Borosilicate) ที่มีระบบทำความร้อนเพื่อป้องกันการควบแน่นของอากาศกลายเป็นหยดน้ำ ติดตั้งบริเวณที่ต่อจากแผ่นกรองที่มีระบบให้ความร้อนเช่นกัน และอยู่ก่อนด้าน Inlet

ของ Impinger ใบที่ 1 ระบบให้ความร้อนครอบคลุมถึง Inlet ของ Impinger ใบที่ 1 ด้วยเช่นกัน ควรใช้โซ่โซ่ที่ทำจากซิลิโคนทาบๆ บริเวณรอยต่อของอุปกรณ์ต่างๆ ที่เชื่อมต่อเข้าด้วยกันเพื่อป้องกันการรั่วของชุดเก็บตัวอย่าง

2.1.3 Impinger ประกอบด้วย Impinger ชนิด Midget Impinger ขนาดปริมาตร 30 มิลลิลิตร จำนวน 4 ใบ เรียงต่อกันด้วยข้อต่อทำด้วยแก้ว ปราศจากรอยรั่ว ควรใช้โซ่โซ่ที่ทำจากซิลิโคนทาบๆ บริเวณรอยต่อของอุปกรณ์ต่างๆ ที่เชื่อมต่อเข้าด้วยกันเพื่อป้องกันการรั่วของชุดเก็บตัวอย่าง

กรณีเก็บตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิดที่มีความชื้นของอากาศสูง หรือใช้ระยะเวลาในการเก็บตัวอย่างอากาศมากกว่า 1 ชั่วโมง ควรใช้ Midget Impinger ชนิดที่มีแกนด้านในเป็นแบบปลายสั้น (Short-ended Stem) วางไว้ด้านหน้า Impinger ใบที่ 1 เพื่อป้องกันไม่ให้ตัวอย่างอากาศที่ผ่านเข้ามาแตกตัวเป็นฟอง

2.1.4 Drying Tube หรือ Impinger ที่บรรจุด้วยสารดูดความชื้นประเภทซิลิกาเจล (Silica Gel) ขนาด 6 - 16 mesh หรือเทียบเท่า เพื่อที่จะทำให้ตัวอย่างอากาศแห้ง และช่วยปกป้องเครื่องมือตรวจวัดและเครื่องสูบลมอากาศจากความชื้น ถ้าซิลิกาเจลผ่านการใช้งานแล้ว ให้นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 175 องศาเซลเซียส (หรือ 350 องศาฟาเรนไฮต์) ประมาณ 2 ชั่วโมง

2.1.5 แผ่นกรอง (Filter) กรณีที่อุณหภูมิของก๊าซในปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียสูงเกิน 210 องศาเซลเซียส (410 องศาฟาเรนไฮต์) และความเข้มข้นของไฮโดรเจนคลอไรด์สูงกว่า 20 ppm ควรใช้แผ่นกรองชนิด Quartz

2.1.6 ตัวจับและแผ่นรองแผ่นกรอง (Filter Holder and Support) ควรทำด้วยเทฟลอน หรือควอทซ์ และแผ่นรองแผ่นกรองควรทำด้วยเทฟลอน

2.1.7 สายเก็บตัวอย่างอากาศ (Sample Line) เป็นชนิดปราศจากรอยรั่วและสามารถยึดต่อเข้ากันได้ดีกับ Impinger ใบสุดท้ายและวาล์วแบบเข็ม (Needle Valve)

2.1.8 เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศแบบโรตاميเตอร์ (Rotameter) หรือแบบอื่นที่เทียบเท่า สามารถวัดอัตราการไหลได้ที่ 2 ลิตรต่อนาที (0.07 ลูกบาศก์ฟุตต่อนาที) และคลาดเคลื่อนได้ภายในร้อยละ 2 ของอัตราการไหลที่เลือก เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศควรเป็นชนิดที่สามารถอ่านค่าได้ 0 - 5 ลิตรต่อนาที

2.1.9 เครื่องสูบลอากาศ (Pump) แบบ Leak-Free Diaphragm Pump หรือเครื่องสูบลอากาศแบบอื่นที่มีคุณสมบัติเทียบเท่า โดยมีถังพักอากาศขนาดเล็ก (Surge Tank) ติดตั้งไว้ระหว่างเครื่องสูบลอากาศและเครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ เพื่อให้อัตราการไหลของอากาศเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ เครื่องสูบลอากาศควรมีความสามารถในการสูบลอากาศออกจากระบบที่เชื่อมต่อกันแล้วได้ในอัตรา 2 ลิตรต่อนาที

2.1.10 ไช้สำหรับทาจุดปิด (Stopcock Grease) ทำจากซิลิโคน ที่มีคุณสมบัติไม่ละลายในอะซิโตนและทนความร้อน

2.1.11 เครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง (Dry Gas Meter) ที่สามารถวัดปริมาตรอากาศแห้งได้ละเอียดถึงร้อยละ 2 และมีอุปกรณ์วัดอุณหภูมิแบบหมุนหรือเทียบเท่าที่สามารถวัดอุณหภูมิได้ละเอียดถึง 3 องศาเซลเซียส หรือ 5.4 องศาฟาเรนไฮต์

2.1.12 วาล์ว (Valve) เป็นแบบเข็ม (Needle Valve) สำหรับใช้ปรับอัตราการไหลของตัวอย่างอากาศ

2.1.13 บารอมิเตอร์ (Barometer) แบบปรอท หรือแอนนิรอยด์ (Aneroid) หรือแบบอื่นที่เทียบเท่าที่สามารถวัดความดันบรรยากาศได้ถึง 2.5 มิลลิเมตรปรอท (หรือ 0.1 นิ้วปรอท)

2.1.14 เครื่องวัดสุญญากาศ (Vacuum Gauge) และโรตاميเตอร์ สำหรับใช้ทดสอบรอยรั่วของชุดชักตัวอย่างอากาศ โดยสามารถวัดค่าความเป็นสุญญากาศได้ไม่ต่ำกว่า 760 มิลลิเมตรปรอท หรือ 30 นิ้วปรอท และโรตاميเตอร์ที่สามารถวัดอัตราการไหลได้ระหว่าง 0-40 มิลลิลิตรต่อนาที

2.1.15 เครื่องมือตรวจวัดอุณหภูมิ (Temperature Measuring Device) สามารถตรวจติดตามอุณหภูมิของท่อชักตัวอย่างอากาศ และอุณหภูมิของระบบเก็บตัวอย่างตั้งแต่บริเวณด้าน Outlet ของท่อชักตัวอย่างอากาศถึงด้าน Inlet ของ Impinger ใบที่ 1

2.1.16 ถังน้ำแข็ง (Ice Water Bath) เพื่อควบคุมอุณหภูมิในส่วนของ Impinger ป้องกันไม่ให้เกิดการสูญเสียสารละลายดูดซึมกรดและเบสเนื่องจากการระเหย

2.2 ขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่าง

2.2.1 Wash Bottle ทำด้วยโพลีเอทิลีน ขนาด 500 มิลลิลิตร หรือใหญ่กว่า จำนวน 2 ใบ

2.3.2 ขวดเก็บตัวอย่างทำจากโพลีเอทิลีนความหนาแน่นสูง พร้อมฝาปิดแบบเกลียวทำจากเทฟลอน เพื่อเก็บสารเคมีจาก Impingers ขนาด 100 หรือ 250 มิลลิลิตร

2.3 ขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่าง

2.3.1 ขวดปรับปริมาตร Class A ขนาด 100 มิลลิลิตร

2.3.2 ปิเปตปรับปริมาตร Class A สำหรับใช้เจือจางตัวอย่างให้ได้ อยู่ในช่วงการปรับเทียบความถูกต้องของเครื่องอออนโครมาโตกราฟ (IC)

2.3.3 เครื่องอออนโครมาโตกราฟ (IC) แบบ Suppressed หรือ Nonsuppressed ด้วยเครื่องตรวจจับค่าความนำไฟฟ้า และ Electronic Integrator ที่ทำงานในช่วงสูง อาจจะใช้เครื่องตรวจจับแบบอื่น เครื่องบันทึกกราฟ และ Peak Heights

3. สารเคมี และสารมาตรฐาน (Reagents and Standards)

3.1 ขั้นตอนการเก็บตัวอย่าง

3.1.1 น้ำกลั่นดีไอออนไนซ์ (Deionized Distilled Water) ตามมาตรฐาน American Society of Testing and Materials (ASTM)

3.1.2 สารละลายดูดซึมกรด (กรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.1 N) เตรียมสารละลาย 100 มิลลิลิตร ดังนี้ ค่อยๆ ใส่กรดซัลฟูริกเข้มข้นปริมาตร 0.28 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นประมาณ 90 มิลลิลิตร และกวนไปพร้อมๆ กัน แล้วปรับปริมาตรสุดท้ายให้ได้ 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น ผสมให้เข้ากัน

3.1.3 สารละลายดูดซึมต่าง (โซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 N) เตรียมสารละลาย 100 มิลลิลิตร ดังนี้ ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.4 กรัมด้วยน้ำกลั่นประมาณ 90 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรสุดท้ายให้ได้ 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น ผสมให้เข้ากัน

3.1.4 โซเดียมไธโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

3.1.5 ซิลิกาเจล (Silica Gel) ขนาด 6-16 mesh หรือเทียบเท่า หากซิลิกาเจลผ่านการใช้งานแล้วให้นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 175 องศาเซลเซียส (หรือ 350 องศาฟาเรนไฮต์) ประมาณ 2 ชั่วโมง

3.2 ขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่าง

3.2.1 น้ำกลั่นดีไอออนไนซ์เหมือนกับ 3.1.1

3.2.2 สารละลายแบลงค์ใช้ในการดูดซึมสารเคมี สำหรับใช้วิเคราะห์ควบคุมไปกับการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ เตรียมโดยเจือจางสารละลายที่ใช้ในการดูดซึมสารแต่ละชนิดปริมาตร 30 มิลลิลิตร ในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่บ้างแล้ว จากนั้นปรับปริมาตรสุดท้ายให้ได้ 100 มิลลิลิตร โดยการเติมน้ำ ผสมให้เข้ากัน

3.2.3 สารละลายเกลือเฮไลด์มาตรฐาน (Halide Salt Stock Standard Solutions) เตรียมจากโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) โซเดียมโบรไมด์ (NaBr) และโซเดียมฟลูออไรด์ (NaF) โดยทำการอบสารแต่ละชนิดที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส (230 องศาฟาเรนไฮต์) เป็นเวลาอย่างน้อย 2 ชั่วโมง และทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องในสารดูดความชื้นทันที (Desiccator) จากนั้นนำสารแต่ละชนิดมาชั่งน้ำหนักโซเดียมคลอไรด์ 1.6-1.7 กรัม (ความคลาดเคลื่อน 0.1 มิลลิกรัม) แล้วละลายในน้ำ และเจือจางให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร คำนวณหาค่าความเข้มข้นของคลอไรด์ไอออนโดยใช้สมการ 26-1 ใน 8.2 เตรียมสารละลายโซเดียมโบรไมด์และโซเดียมฟลูออไรด์เหมือนกับโซเดียมคลอไรด์ โดยชั่งน้ำหนักโซเดียมโบรไมด์ 1.2-1.3 กรัม และโซเดียมฟลูออไรด์ 2.2-2.3 กรัม แล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร คำนวณหาค่าความเข้มข้นของโซเดียมโบรไมด์ไอออน และโซเดียมฟลูออไรด์ไอออน โดยใช้สมการ 26-2 และ 26-3 ใน 8.2 อีกทางเลือกหนึ่งคือใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตรที่มีขายโดยเก็บไว้ในตู้เย็นได้ไม่เกิน 1 เดือน

3.2.4 Chromatographic Eluent สำหรับ Nonsuppressed IC ซึ่งใช้หอแลกเปลี่ยนไอออนที่มี Base เป็นซิลิกาหรือเรซิน คือสารละลายประกอบด้วยสารละลายโปแตสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตความเข้มข้น 4 ซึ่งถูกปรับค่า pH เท่ากับ 4.0 โดยใช้สารละลายโซเดียมโบเรอิมด์ และสารละลาย 4-hydroxy benzoate ความเข้มข้น 4 มิลลิโมล (mM) ซึ่งถูกปรับค่า pH เท่ากับ 8.6 โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 N ส่วน Eluents สำหรับ Suppressed IC คือสารละลายประกอบด้วยโซเดียมไบคาร์บอเนตความเข้มข้น 3 มิลลิโมล และโซเดียมคาร์บอเนตความเข้มข้น 2.4 มิลลิโมล อาจจะใช้สารละลายชนิดอื่นที่ถูกปรับให้ได้ pH เหมือนกันและไม่มีไอออนที่รบกวนผลการวิเคราะห์ ในกรณีใช้ Suppressed IC ถ้าผล Water Did จากการฉีดตัวอย่างรบกวน Chloride Peak ให้ใช้สารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนตความเข้มข้น 2.4 มิลลิโมล และโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 มิลลิโมล เป็นสารชะล้าง (Eluents)

4.การเก็บตัวอย่าง การเก็บรักษา การบรรจุ และการขนย้าย (Sample Collection, Preservation, Storage, and Transport)

4.1 การเก็บตัวอย่าง

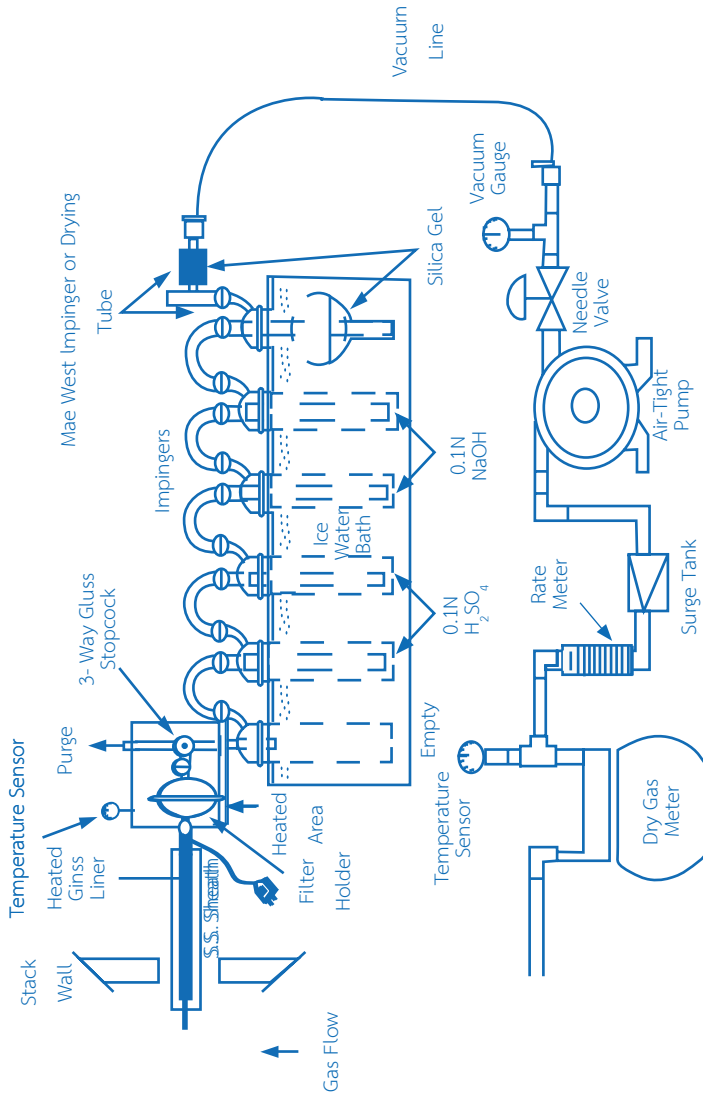
4.1.1 เตรียมชุดเก็บตัวอย่างอากาศ (Preparation of Collection Train) โดยประกอบชุดเก็บตัวอย่างดังภาพที่ 26-1 โดยเตรียมสารบรรจุใน Impinger ดังนี้

- (1) Impinger ใบที่ 1 เป็น Knockout Impinger (ว่างเปล่า)
- (2) Impinger ใบที่ 2 และ 3 ให้เติมสารละลายดูดซึมกรด (กรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.1 N) ปริมาตร 15 มิลลิลิตร
- (3) Impinger ใบที่ 4 และ 5 ให้เติมสารละลายดูดซึมเบส (โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 N) ปริมาตร 15 มิลลิลิตร
- (4) Impinger ใบที่ 6 ให้ใส่ซิลิกาเจล หรือใช้ Drying Tube บรรจุซิลิกาเจล

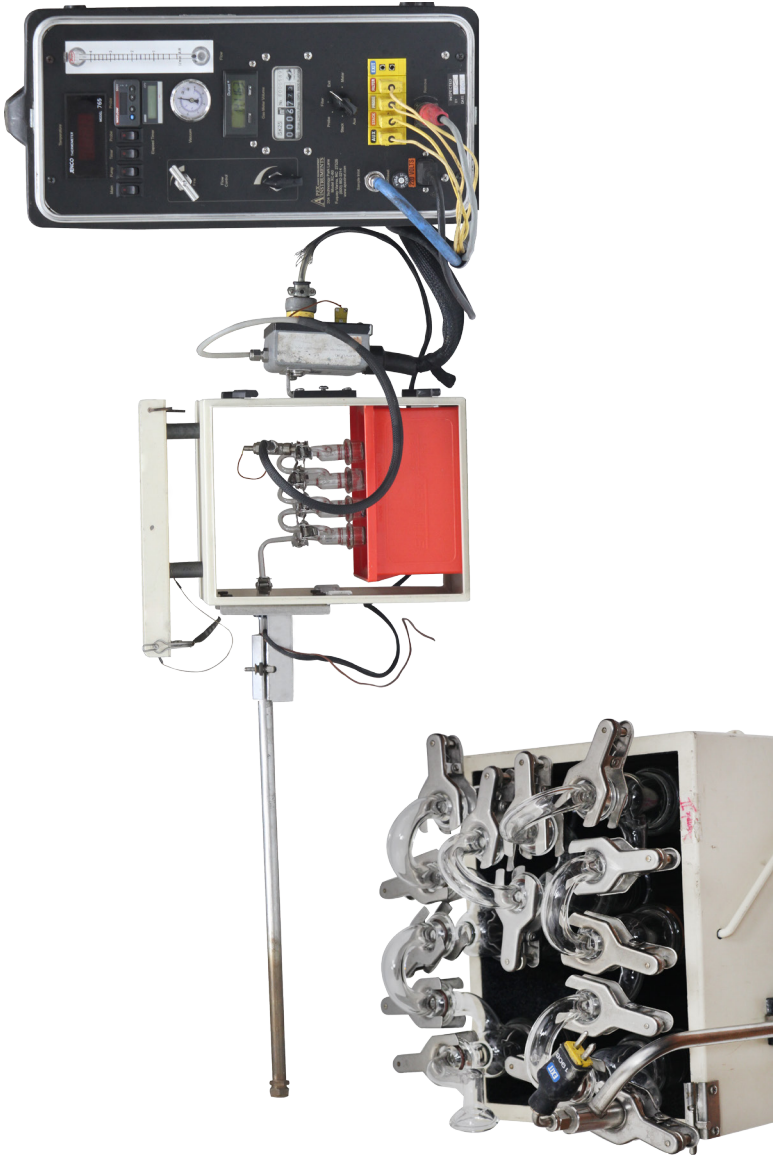
4.1.2 ปรับอุณหภูมิของท่อชักตัวอย่างอากาศ แผ่นกรอง และ Stopcock และบริเวณที่จะต้องมีการให้ความร้อน ให้มีอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิของแหล่งกำเนิดอย่างน้อย 20 องศาเซลเซียส และมากกว่า 120 องศาเซลเซียส (248 องศาฟาเรนไฮต์) เพื่อป้องกันไม่ใหตัวอย่างอากาศเกิดการควบแน่นเป็นหยดน้ำ ควรหมั่นตรวจสอบค่าอุณหภูมิตลอดเวลาเพื่อให้ได้อุณหภูมิที่คงที่ตลอดระยะเวลาที่ทำการเก็บตัวอย่าง

4.1.3 ขั้นตอนการตรวจสอบรอยรั่ว (Leak-Check Procedure) อาจไม่จำเป็นต้องตรวจสอบรอยรั่วก่อนการเก็บตัวอย่าง แต่ต้องทำการตรวจสอบรอยรั่วหลังการเก็บตัวอย่าง โดยให้ปฏิบัติดังนี้

26



ภาพที่ 26- 1 แสดงชุดเก็บตัวอย่างก๊าซไฮโดรเจนเฮไลด์และฮาโลเจนจากปล่องปล่อยทิ้ง
อากาศเสียของแท่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่



ภาพที่ 26-1ก แสดงชุดเก็บตัวอย่างก๊าซไฮโดรเจนเฮไลด์และฮาโลเจนจากปล่องทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่

4.1.3.1 ติดตั้ง Rotameter (0-40 มิลลิลิตรต่อนาที) เข้ากับทางออก (Outlet) ของเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง และวางเครื่องวัดสุญญากาศไว้ที่ทางเข้า (Inlet) ของท่อชักตัวอย่างหรือใกล้ๆ อุดปลายท่อเก็บตัวอย่างด้านที่ดึงอากาศเข้า (Inlet) และดึงอากาศให้ระบบเป็นสุญญากาศที่ 250 มิลลิเมตรปรอท (10 นิ้วปรอท) บันทึกค่าอัตราการไหลจากโรตاميเตอร์ อัตราการรั่วของชุดเก็บตัวอย่างอากาศจะต้องมีค่าไม่เกินร้อยละ 2 ของอัตราการชักตัวอย่างอากาศโดยเฉลี่ย

ข้อควรระวัง เมื่อเสร็จสิ้นการตรวจสอบเรียบร้อยแล้ว ค่อยๆ ปล่อยสุญญากาศที่อุดปลายท่อชักตัวอย่างอากาศออกช้า ๆ แล้วจึงปิดเครื่องสุบอากาศ

4.1.4 ขั้นตอนการไล่อากาศออกจากระบบ (Purge Procedure) ก่อนเริ่มทำการชักตัวอย่าง ให้ต่อสาย Purge Line เข้ากับ Stopcock เปิดวาล์วของ Stopcock เพื่อให้เครื่องสุบอากาศสามารถสุบไล่อากาศออกจากท่อชักตัวอย่างได้ เปิดเครื่องสุบอากาศและปรับอัตราการไหลของอากาศ 2 ลิตรต่อนาที ทำการไล่อากาศออกจากระบบเป็นเวลาอย่างน้อย 5 นาที ก่อนทำการชักตัวอย่าง

4.1.5 การชักตัวอย่างอากาศ (Sample Collection)

4.1.5.1 วางปลายท่อชักตัวอย่างอากาศในตำแหน่งชักตัวอย่าง บันทึกค่าเริ่มต้นของเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง และความดันบรรยากาศ เปิดเครื่องสุบอากาศ ค่อยๆ ปรับค่าสุญญากาศ 25 มิลลิเมตรปรอท (1 นิ้วปรอท) เปิดวาล์ว Stopcock เพื่อให้อากาศถูกดึงเข้าสู่ชุด Impinger ปรับอัตราการไหลของอากาศ 2 ลิตรต่อนาที และรักษาอัตราการไหลของอากาศคงที่ร้อยละ +10 ในขณะที่ทำการชักตัวอย่างอากาศ

4.1.5.2 ระหว่างที่ดำเนินการเก็บตัวอย่างให้บันทึกค่าต่อไปนี ปริมาตรอากาศแห้ง อุณหภูมิที่เครื่องวัดอากาศแห้งและที่ทางออก (Outlet) ของ Impinger ใปลายท่อ อัตราการไหลของอากาศ ค่าอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องตรวจวัด และค่าสุญญากาศ ทุกๆ 5 นาทีเป็นอย่างน้อย ให้รักษาระดับอุณหภูมิของชุด Impinger ในขณะที่ชักตัวอย่างอากาศ โดยการใส่น้ำแข็งรอบๆ ชุด Impinger เพื่อให้ก๊าซที่ออกจาก Impinger ใปลายท่อ มีอุณหภูมิที่ 20 องศาเซลเซียส (68 องศาฟาเรนไฮต์) หรือต่ำกว่า

4.1.5.3 ควรทำการชักตัวอย่างอากาศเป็นระยะเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง หากใช้ระยะเวลาสั้นกว่า อาจส่งผลให้ค่าความเข้มข้นของไฮโดรเจนคลอไรด์มีความไม่น่าเชื่อถือเนื่องจากมี Negative Bias เกิดขึ้น

4.1.5.4 เมื่อเสร็จสิ้นการชักตัวอย่าง ให้ดึงท่อชักตัวอย่างอากาศออกจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสีย ทิ้งไว้ให้อุ่นหมุ่เย็นลง และทำการตรวจสอบรอยรั่วตามขั้นตอนในข้อ 4.1.3

26

4.2 การเก็บรักษาตัวอย่าง (Sample Recovery) หลังจากเสร็จสิ้นการชักตัวอย่าง และตรวจสอบรอยรั่วของชุดเก็บตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว ให้ถอดชุด Impinger ออกจากระบบ เพื่อนำมาถ่ายเทสารสำหรับการวิเคราะห์ ดังนี้

4.2.1 Impinger ใบที่ 1, 2 และ 3 (Knockout and Acid Impinger) ให้เทสารลงในขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 1 ล้าง Impinger และเชื่อมต่อแก้วต่างๆ ด้วยน้ำกลั่น โดยเริ่มตั้งแต่ Stopcock จนถึงเชื่อมต่อแก้วที่เชื่อมต่อด้านทางเข้าของ Impinger ตัวที่ 3 (Inlet) ปิดขวดเก็บตัวอย่างให้สนิท ผสมให้เข้ากัน ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลว และเขียนป้ายบอกรายละเอียดกำกับที่ขวด

4.2.2 Impinger ใบที่ 4 และ 5 (Alkaline Impinger) ให้เทสารลงในขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 2 ล้าง Impinger และเชื่อมต่อแก้วต่างๆ โดยเริ่มตั้งแต่เชื่อมต่อแก้วที่เชื่อมต่อด้านทางออกของ Impinger ตัวที่ 3 (Outlet) จนถึงเชื่อมต่อแก้วที่เชื่อมต่อด้านทางเข้าของ Impinger ใบที่ 6 ด้วยน้ำกลั่น ใส่โซเดียมไฮโอซัลเฟต ปริมาณ 25 มิลลิกรัมต่อปริมาณฮาโลเจนในหน่วยส่วนในล้านส่วน (ppm) ที่คาดว่าจะมีในอากาศเสียคูณด้วยปริมาตรอากาศเสียที่ชักตัวอย่าง (หมายเหตุ : ปริมาณโซเดียมไฮโอซัลเฟตที่ใช้ได้รวมค่า Safety Factor ประมาณ 5 เพื่อให้แน่ใจว่าโซเดียมไฮโอซัลเฟตสามารถทำปฏิกิริยากับสารละลายกรดไฮโปฮาไลต์ (Hypohalous Acid) ในสารละลายเบสเกิด Second Cl^- อย่างสมบูรณ์) ปิดขวดเก็บตัวอย่างให้สนิทผสมให้เข้ากัน ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลว และเขียนป้ายบอกรายละเอียดกำกับที่ขวด

4.2.3 เตรียม Reagent Blank สำหรับการวิเคราะห์ควบคู่ไปกับตัวอย่าง ดังนี้

4.2.3.1 ให้เก็บสารเคมีที่ใช้ในการดูดซึม ได้แก่ กรดซัลฟูริก ความเข้มข้น 0.1 N และโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 N เท่ากับ ปริมาณที่ใช้ในชุดเก็บตัวอย่าง ลงในขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 3 และ 4 ตามลำดับ เจือจางให้ได้ปริมาตรเท่ากับปริมาตรตัวอย่างในขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 1 และ 2 ตามลำดับ โดยใช้น้ำล้างโดยตรงจากขวดฉีดน้ำกลั่นใส่โซเดียมไฮโอซัลเฟตในสัดส่วน ที่เท่ากันกับที่ใส่ในขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 2 ลงใน 0.1 N NaOH Absorbing Reagent Blank (ขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 4) ปิดขวดเก็บตัวอย่างให้สนิท ผสมให้ เข้ากัน ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลว และเขียนป้ายบอกรายละเอียด กำกับที่ขวด

4.2.3.2 ให้เก็บน้ำกลั่นที่ใช้ในการล้างตัวอย่างลงในขวดเก็บ ตัวอย่างใบที่ 5 โดยมีปริมาตรเท่ากับปริมาตรตัวอย่างในขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 1 และ 2 ปิดขวดเก็บตัวอย่างให้สนิท ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลว และเขียนป้ายบอกรายละเอียดกำกับที่ขวด

4.2.4 ก่อนการขนย้ายตัวอย่าง ตรวจสอบขวดเก็บตัวอย่างทุกขวด เพื่อให้มั่นใจว่าปิดฝาสนิท และพันด้วยเทพล่อนที่ฝาปิด ขวดเก็บตัวอย่างต้อง ตั้งตรงในระหว่างการขนย้าย

5. การควบคุมคุณภาพ (Quality Control)

5.1 การควบคุมคุณภาพทั่วไป

หัวข้อ	มาตรการการควบคุมคุณภาพ	ผลกระทบ
4.1.3 และ 6.1	การตรวจสอบรอยร้าว และการเปรียบเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์เก็บตัวอย่าง	ตรวจสอบให้มั่นใจว่าการตรวจวัด อัตราการไหลและปริมาตร อากาศเสียถูกต้องแม่นยำ
7.3	Audit Sample Analysis	ประเมินเทคนิคและการเตรียมสารมาตรฐานของนักวิเคราะห์

5.2 การตรวจสอบระบบเครื่องตรวจวัด ปฏิบัติตามขั้นตอนในวิธีที่ 5

6. การปรับเทียบความถูกต้องและการปรับเทียบมาตรฐาน (Calibration and Standardisation)

6.1 หัวเก็บตัวอย่าง Pitot Tube ระบบเครื่องตรวจวัด อุปกรณ์ให้ความร้อนท่อชักตัวอย่าง อุปกรณ์วัดอุณหภูมิ การตรวจสอบรอยร้าวระบบเครื่องตรวจวัด และบารอมิเตอร์ ปฏิบัติตามขั้นตอน ในวิธีที่ 5

6.2 การทำกราฟปรับเทียบความถูกต้อง (Ion Chromatograph)

6.2.1 การปรับเทียบความถูกต้องของสารมาตรฐาน ให้เจือจางสารละลายเกลือเฮไลต์มาตรฐานปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร หรือมากกว่าให้ได้ ปริมาตรที่สะดวกด้วยกรดซัลฟริกความเข้มข้น 0.1 N หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 N แล้วแต่ว่าเป็นสารละลายดูดซึมกรดหรือด่าง ให้เตรียมสารละลายเกลือเฮไลต์มาตรฐานที่ใช้ในการปรับเทียบความถูกต้องอย่างน้อย

4 ตัวอย่าง (ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ กัน) เพื่อจะได้กราฟของ Field Sample (ตัวอย่างที่เตรียมไปในภาคสนามแต่ไม่ได้ใช้) ที่เป็นเส้นตรง

6.2.2 ใช้สารละลายที่เตรียมใน 6.2.1 จำนวน 1 ตัวอย่างของสารละลายแต่ละชุดมาทดสอบดูการแยกยอดกราฟของสารแต่ละชนิดที่สนใจ

6.2.3 ฉีดสารละลายแต่ละชุดเข้าเครื่องอออนโครมาโตกราฟ โดยเริ่มจากสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นต่ำสุดก่อน ทั้งก่อนและหลังการฉีด Quality Contrd Sample, Reagent Blanks และ Field Samples โดยให้มีความคลาดเคลื่อนได้ไม่เกินร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ยของการฉีดซ้ำ 2 ครั้ง

6.2.4 หาค่าพื้นที่ใต้ยอดกราฟ หรือความสูงของยอดกราฟของสารละลายมาตรฐาน แล้วลงในกราฟระหว่างค่าพื้นที่หรือความสูงกับความเข้มข้นของเฮไลด์อออนในหน่วยไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

6.2.5 ลากเส้นกราฟผ่านจุดที่ได้จาก 6.2.4 โดยใช้ Linear Regression เพื่อคำนวณหาสมการของเส้นกราฟนั้น

7. วิธีการวิเคราะห์

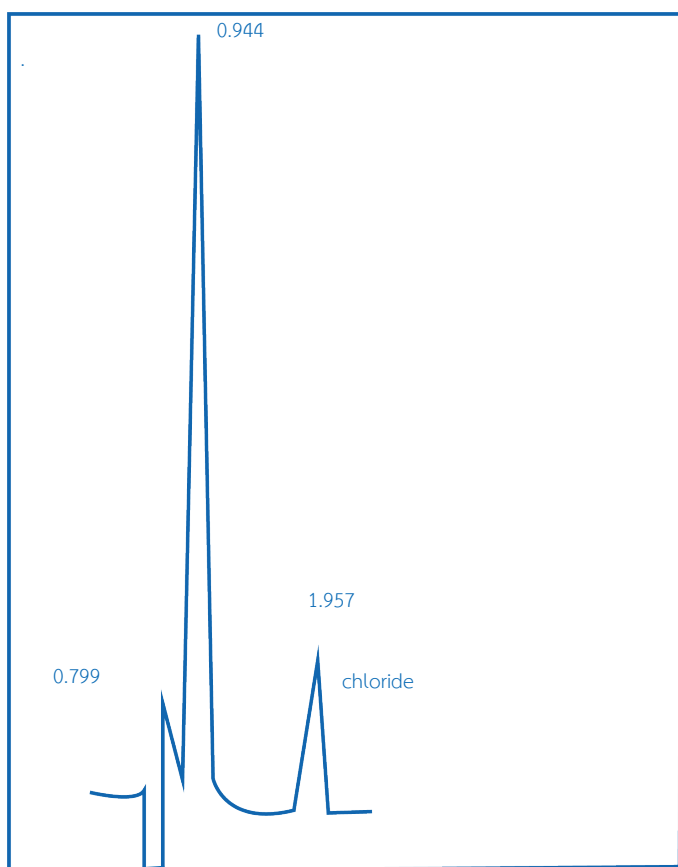
(Analytical Procedure)

7.1 การตรวจสอบการสูญเสียตัวอย่าง โดยการตรวจสอบระดับของของเหลวในภาชนะบรรจุว่ามีการรั่วไหลระหว่างการขนย้ายหรือไม่ หากพบว่าปริมาณการรั่วไหลมีมากจนสังเกตเห็นได้ชัด ให้ยกเลิกตัวอย่งนั้น และบันทึกลงในแบบรายงานผลการวิเคราะห์

7.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ตัวอย่าง

7.2.1 ถ่ายเทสารจากขวดเก็บตัวอย่างลงในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และปริมาตรด้วยน้ำกลั่นที่ใช้ในภาคสนามให้เป็น 100 มิลลิลิตร ปิดจุกให้แน่น ผสมให้เข้ากัน และเขียนป้ายบอกรายละเอียดกำกับในแต่ละตัวอย่าง

7.2.2 การปรับสภาพของเครื่อง IC (IC Condition) ขึ้นอยู่กับชนิดของคอลัมน์และใช้แบบ Suppressed หรือ Non-suppressed IC ตัวอย่างของโครมาโตแกรมจากระบบแบบ Non-suppressed ซึ่งใช้ 150 mm Hamilton PRP-X100 anion column ด้วยอัตราการไหลที่ 2 mL/min ของสารละลาย 4-hydroxy benzoate ความเข้มข้น 4 มิลลิโมล ซึ่งถูกปรับให้ได้ pH 8.6 โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 N ใช้ Sample Loop ปริมาตร 50 ไมโครลิตร และตั้งค่าการตรวจกับการนำไฟฟ้าไว้ที่ 1.0 μ S Full Scale แสดงดังภาพที่ 26-2



ภาพที่ 26-2 ตัวอย่างโครมาโตแกรม

7.2.3 ก่อนการวิเคราะห์ตัวอย่าง ให้ตั้งค่า Baseline คงที่ แล้วฉีดน้ำกลั่น และหาว่ามีคลอไรด์ไอออน โบรไมด์ไอออน หรือฟลูออไรด์ไอออน ปรากฏในโครมาโตแกรมหรือไม่ ถ้ามีให้ฉีดซ้ำจนกว่าจะไม่มีปรากฏอยู่ในโครมาโตแกรม การวิเคราะห์ตัวอย่างสารละลายดูดซึมชนิดกรดและด่างต้องใช้กราฟเปรียบเทียบมาตรฐานแยกกัน ให้เตรียมกราฟของแต่ละชนิดตามขั้นตอน 6.2

7.2.4 ระหว่างการฉีดชุดสารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการทำกราฟ เปรียบเทียบมาตรฐาน ให้ฉีด Reagent Blanks, Quality Control Sample และ Field Samples ซ้ำ 2 ครั้ง วัดพื้นที่หรือความสูงของยอดกราฟของคลอไรด์ไอออน โบรไมด์ไอออน หรือฟลูออไรด์ไอออน ให้ใช้ค่าเฉลี่ยของการฉีดซ้ำเพื่อหาค่าความเข้มข้นของ Field Samples และ Reagent Blanks โดยใช้กราฟเปรียบเทียบมาตรฐาน และค่าความแตกต่างของการฉีดซ้ำดังกล่าวต้องมีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกิน ร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ย กรณีที่ค่าเฉลี่ยคลาดเคลื่อนเกินกว่าร้อยละ 5 ให้ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วเฉลี่ยค่าทั้ง 4 ครั้งเพื่อหาค่าการตอบสนองเฉลี่ย เจือจางตัวอย่าง และแปลงคด้วยน้ำกลั่นในปริมาตรที่เท่ากันในกรณีที่ความเข้มข้นเกินค่าสูงสุดของสารละลายมาตรฐาน

7.3 การวิเคราะห์ตัวอย่างสำหรับการตรวจสอบความถูกต้อง (Audit Sample Analysis)

7.3.1 เมื่อวิธีที่ใช้วิเคราะห์สารตัวอย่างเพื่อแสดงว่าการปล่อยสารมลพิษ เป็นไปตามข้อกำหนด ต้องมีการวิเคราะห์ตัวอย่างใช้สำหรับการตรวจประเมินด้วย

7.3.2 การวิเคราะห์ตัวอย่างที่ใช้ในการตรวจประเมิน ตัวอย่างต้อง ตรวจสอบด้วยวิธีการเดียวกันใช้เพื่อตรวจสอบวิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐาน และเทคนิคของผู้วิเคราะห์

7.3.3 การวิเคราะห์สารตัวอย่างและสารที่ใช้ตรวจสอบ ต้องวิเคราะห์ โดยผู้วิเคราะห์คนเดียวกัน สารเคมีและวิธีการวิเคราะห์เดียวกันและควรมีการทำซ้ำ

7.4 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ใช้ตรวจสอบความถูกต้อง

7.4.1 ทำการคำนวณระดับความเข้มข้นของสารที่ใช้ตรวจประเมิน

7.4.2 ทำการรายงานผลของสารที่ใช้ตรวจสอบและสารตัวอย่างโดยระบุหมายเลข ชื่อผู้วิเคราะห์แก่เจ้าหน้าที่ รวมทั้งข้อมูลอื่นๆ ที่เกี่ยวข้อง

7.4.3 ระดับความเข้มข้นของสารตัวอย่างในการตรวจประเมิน ต้องมีความแตกต่างจากค่าที่แท้จริงไม่เกินร้อยละ 10 จากระดับความเข้มข้นที่แท้จริง มิฉะนั้นต้องทำการวิเคราะห์ใหม่อีกครั้ง

7.4.4 หากมีความผิดพลาดมากกว่า ร้อยละ 10 ต้องมีการทำการทดลองใหม่จนกว่าปัญหาจะได้รับการแก้ไข ทำการวิเคราะห์สารตรวจสอบให้ได้ตามเกณฑ์ตามที่กำหนด ในระหว่างที่ปฏิบัติตามขั้นตอนดังกล่าว อาจเลือกใช้ข้อมูลที่กำหนดสถานภาพว่าค่านี้อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานหรือไม่

26

8. การวิเคราะห์ข้อมูล และการคำนวณ (Data Analysis and Calculations)

ในระหว่างการคำนวณผล ให้คงจำนวนเลขนัยสำคัญไว้มากกว่าจำนวนเลขนัยสำคัญของค่าที่ได้จากการตรวจวัดอย่างน้อย 1 ตำแหน่ง และเมื่อได้ผลลัพธ์สุดท้ายของการคำนวณ ให้ปัดเลขนัยสำคัญตัวสุดท้ายตามหลักคณิตศาสตร์ เช่น สมมติว่าค่าที่ได้จากการตรวจวัดมีจำนวนเลขนัยสำคัญเท่ากับ 4 ตำแหน่ง ดังนั้นค่าในระหว่างการคำนวณจะต้องมีจำนวนเลขนัยสำคัญอย่างน้อย 5 ตำแหน่ง และเมื่อสิ้นสุดการคำนวณ ผลลัพธ์สุดท้ายต้องมีจำนวนเลขนัยสำคัญ 4 ตำแหน่ง

8.1 สัญลักษณ์ที่ใช้ (Nomenclature)

B_x = ความเข้มข้นโดยน้ำหนักของ Absorbing Solution Blank

มีหน่วยเป็นไมโครกรัมของเฮไลด์อออน (Cl^- , Br^- , F^-)

ต่อมิลลิลิตร ต้องไม่เกิน 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ซึ่งมีค่าเป็น 10 เท่าของ Analytical Detection Limit คือ 0.1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ($\mu g/ml$)

C	=	ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเฮไลด์ (HX) หรือฮาโลเจน (X_2) มีหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เมตร ที่สภาวะแห้ง (mg/dscm)
K	=	10^{-3} มิลลิกรัมต่อไมโครกรัม (mg/ μ g)
K_{HCl}	=	1.028 (ไมโครกรัมไฮโดรเจนคลอไรด์ต่อไมโครกรัม-โมล) / (ไมโครกรัมคลอไรด์ไอออนต่อไมโครกรัม-โมล) (μ g HCl / μ g-mole) / (μ g Cl^- / μ g-mole)
K_{HBr}	=	1.013 (ไมโครกรัมไฮโดรเจนโบรไมด์ต่อไมโครกรัม-โมล) / (ไมโครกรัมโบรไมด์ไอออนต่อไมโครกรัม-โมล) (μ g HBr / μ g-mole) / (μ g Br^- / μ g-mole)
K_{HF}	=	1.053 (ไมโครกรัมไฮโดรเจนฟลูออไรด์ต่อไมโครกรัม-โมล) / (ไมโครกรัมฟลูออไรด์ไอออนต่อไมโครกรัม-โมล) (μ g HF / μ g-mole) / (μ g F^- / μ g-mole)
m_{HX}	=	มวลของไฮโดรเจนคลอไรด์ ไฮโดรเจนโบรไมด์ และไฮโดรเจนฟลูออไรด์ ในตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม (μ g)
m_{x_2}	=	มวลของคลอรีน (Cl_2) หรือโบรมีน (Br_2) ในตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม (μ g)
S_x	=	การวิเคราะห์ของตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัมของเฮไลด์ไอออน (Cl^- , Br^- , F^-) ต่อมิลลิลิตร
$V_{m(std)}$	=	ปริมาตรอากาศแห้งที่อ่านได้จากเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้งและได้ปรับเป็นที่สภาวะมาตรฐาน (25 องศาเซลเซียส และ 760 มิลลิเมตรปรอท) มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เมตร
V_s	=	ปริมาตรของตัวอย่างที่ถูกกรองและเจือจาง มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร

8.2 คำนวณความเข้มข้นของคลอไรด์ไอออน โบรไมด์ไอออน และฟลูออไรด์ไอออน ใน Halide Salt Stock Standard Solutions โดยใช้สมการดังนี้

$$\mu\text{g Cl}^- / \text{ml} = \text{g ของ NaCl} \times 10^3 \times 35.453/58.44 \quad \text{สมการ 26-1}$$

$$\mu\text{g Br}^- / \text{ml} = \text{g ของ NaBr} \times 10^3 \times 79.904/102.90 \quad \text{สมการ 26-2}$$

$$\mu\text{g F}^- / \text{ml} = \text{g ของ NaF} \times 10^3 \times 18.998/41.99 \quad \text{สมการ 26-3}$$

8.3 ปริมาตรอากาศแห้ง ให้ปรับเป็นที่สภาวะมาตรฐาน 25 องศาเซลเซียส และ 760 มิลลิเมตรปรอท (หรือ 68 องศาฟาเรนไฮต์ และ 29.92 นิ้วปรอท) คำนวณปริมาตรอากาศโดยใช้สมการ 6-1 ของวิธีที่ 6

8.4 ไมโครกรัมรวมของไฮโดรเจนคลอไรด์ ไฮโดรเจนโบรไมด์ หรือไฮโดรเจนฟลูออไรด์ ต่อตัวอย่าง คำนวณโดยใช้สมการดังนี้

$$m_{\text{HX}} = K_{\text{HCl, HBr, HF}} V_s (S_x - B_x) \quad \text{สมการ 26-4}$$

8.5 ไมโครกรัมรวมของคลอรีนหรือโบรมีน ต่อตัวอย่าง คำนวณโดยใช้สมการดังนี้

$$m_{\text{X}_2} = V_s (S_x - B_x) \quad \text{สมการ 26-5}$$

8.6 ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเฮไลด์หรือฮาโลเจนในอากาศเสีย คำนวณโดยใช้สมการดังนี้

$$C = K_{\text{m HX, X}_2} / V_{\text{m(std)}} \quad \text{สมการ 26-6}$$

9 คุณลักษณะของวิธีการตรวจวัด (Method Performance)

9.1 ความแม่นยำและความเอนเอียงของผลการตรวจวัด (Precision and Bias) วิธีนี้มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานมีค่าเท่ากับร้อยละ 6.2 และ 3.2 ที่ความเข้มข้นของ HCl 3.9 และ 15.3 ppm ตามลำดับ วิธีการนี้ไม่ได้กำหนดค่าความเอนเอียงของคลอรีนเมื่อทำการเก็บตัวอย่างที่ความเข้มข้นน้อยกว่า 50 ppm

9.2 ความคงที่ของตัวอย่าง (Sample Stability) ตัวอย่างที่มีคลอไรด์อออนสามารถเก็บได้ถึง 4 สัปดาห์ สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไฮโดรเจนคลอไรด์และคลอรีน

9.3 ขีดจำกัดการตรวจวัด (Detection Limit) ขีดจำกัดในการตรวจวัดคลอไรด์อออนด้วย IC คือ 0.2 $\mu\text{g} / \text{ml}$ ขีดจำกัดในการตรวจวัดของสารอื่นควรเป็น 0.2 $\mu\text{g} / \text{ml}$ เช่นเดียวกัน ประมาณว่าสารละลายจาก Impinger ทั้งสองรวมกันได้ 50 ml และปริมาตรอากาศที่สภาวะแห้งเป็น 0.06 dscm ดังนั้นขีดจำกัดในการตรวจวัดจากปล่องควรเป็น 0.1 ppm สำหรับ HCl และ Cl_2

9.4 สิ่งรบกวน (Interferences) สารอินทรีย์ระเหยง่าย เช่น คลอรีนไดออกไซด์ (ClO_2) และแอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl) จะให้ฮาไลด์อออนที่แตกตัวในน้ำในขณะที่ทำการเก็บตัวอย่าง ซึ่งเป็นสิ่งรบกวนที่สำคัญสิ่งรบกวนสำหรับการตรวจวัดฮาไลด์ได้แก่ ก๊าซฮาโลเจน ที่ไม่ได้สัดส่วนกับไฮโดรเจนเฮไลด์ และกรดไฮโดรเฮลล์ที่แตกตัวในน้ำ อย่างไรก็ตาม การใช้สารละลายกรดแทนสารละลายที่เป็นกลางและสารละลายเบสในการเก็บตัวอย่างไฮโดรเจนเฮไลด์ จะช่วยลดจำนวนฮาโลเจนที่แตกตัวในน้ำได้เป็นจำนวนมาก ในขณะเดียวกันการปรากฏของไฮโดรเจนโบรไมด์และคลอรีน อาจเป็นสาเหตุให้ไฮโดรเจนคลอไรด์มีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งจะสัมพันธ์กับ

คลอรีนที่มีค่าลดลงเนื่องจากการแตกตัวของไฮโดรเจนโบรไมด์และคลอรีนไนโตรเจนออกไซด์ (NO_x) ที่มีค่าความเข้มข้นสูงอาจทำให้เกิดไนเตรท (NO_3^-) ที่จะทำให้มีผลรบกวนต่อการตรวจวัดโบรไมด์ไอออนได้ค่าที่ต่ำมาก

10. การรายงานผล (Reporting)

การรายงานผลการหาปริมาณการระบายไฮโดรเจนคลอไรด์จากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่ให้บันทึกข้อมูลภาคสนามในการเก็บตัวอย่าง ในแบบบันทึกการเก็บ ตัวอย่างก๊าซไฮโดรเจนคลอไรด์



Sample Team Operator :

Leak Test :

Dry Gas Meter Calibration Factor (Y) :

[illegible]

Plant : _____ Date : _____

Sampling Location : _____ Run No : _____

Standard volume of dry sample gas $V_{m(std)}$ = $V_m * Y * (T_{std} / P_{std}) * (P_m / T_m)$, $P_m = P_b$

$$= V_m * Y * (17.64 \text{ }^{\circ}\text{R} / \text{in Hg}) * (P_m / T_m)$$

$$= \text{_____}$$

$$= \text{_____} \text{ ft}^3$$

วิธีที่ 29 การหาปริมาณการระบายสารโลหะจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสีย ของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่

(Determination of Metal Emissions from Stationary Sources)

1.หลักการและขอบเขตของวิธีการ (Principle and Applicability)

29

1.1 หลักการ (Principle) ลักษณะเป็นการชักตัวอย่างจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดแบบไอโซไคเนติก (Isokinetic Sampling) โดยฝุ่นละอองในกระแสอากาศจะถูกกรองเก็บด้วยตัวกรองที่มีระบบให้ความร้อน ส่วนก๊าซที่ผ่านตัวกรองจะถูกเก็บโดยใช้สารละลายกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (สำหรับวิเคราะห์หาสารโลหะทั้งหมด รวมถึงปรอท (Hg)) และสารละลายกรดโบแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต (สำหรับวิเคราะห์หาปรอทเท่านั้น) ตัวอย่างที่เก็บได้จะถูกนำไปผ่านกระบวนการย่อยสลาย (Digestion) และแบ่งไปวิเคราะห์หาค่าปรอท โดยใช้เครื่อง Cold Vapour Atomic Absorption Spectroscopy (CVAAS) และหาค่า Sb, As, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, P, Se, Ag, Tl และ Zn โดยใช้เครื่อง Inductively Argon Plasma Emission Spectroscopy (ICAP) หรือ Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) กรณีวิเคราะห์หาค่า Sb, As, Cd, Co, Pb, Se และ Tl ที่ต้องการความไวในการตรวจวัด (Sensitivity) สูงกว่าความสามารถของเครื่อง ICAP ให้ใช้เครื่อง Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy (GFAAS) อย่างไรก็ตาม กรณีที่ค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (Detection Limit) เป็นไปตามที่กำหนดในการทดสอบ สามารถใช้เครื่อง AAS ในการวิเคราะห์หาค่าโลหะทุกชนิดข้างต้นได้ นอกจากนี้อาจจะใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma-mass Spectroscopy (ICP-MS) ในการวิเคราะห์หาค่า Sb, As, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, Ag, Tl และ Zn

การหาปริมาณการระบายสารโลหะจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียตามที่กำหนดไว้ในคู่มือนี้ได้นำวิธีการตามที่กำหนดไว้ใน 40 CFR Part 60, Appendix A, Method 29 Determination of Metal Emissions from Stationary Sources, 2001 Edition ขององค์การพิทักษ์สิ่งแวดล้อมแห่งประเทศสหรัฐอเมริกา มาประยุกต์ใช้โดยได้ปรับปรุงแก้ไขตามความเหมาะสมเพื่อให้สอดคล้องกับการใช้งานในประเทศไทย

29

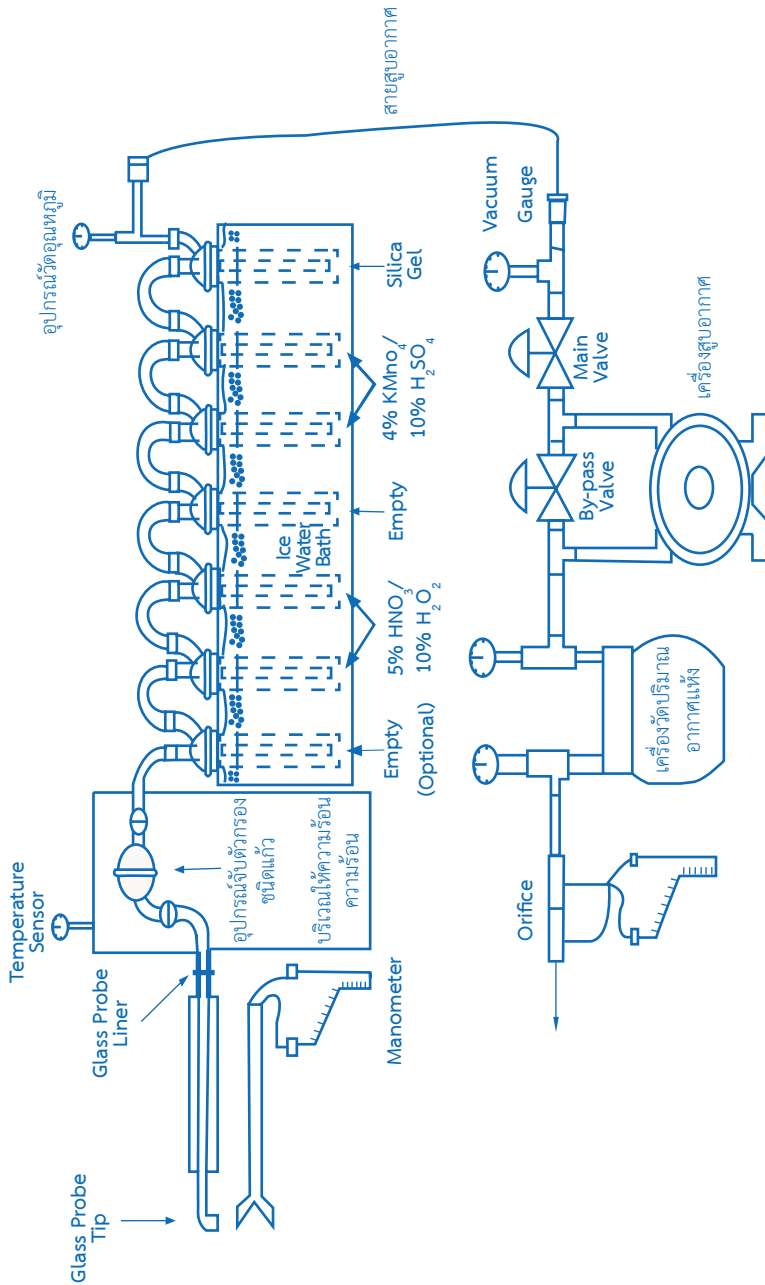
1.2 ขอบเขตของวิธีการ (Applicability) เพื่อหาปริมาณการระบายสารโลหะจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทโรงงานอุตสาหกรรม รวมทั้งปริมาณการระบายฝุ่นละอองจากปล่อง ซึ่งหากใช้หาปริมาณการระบายฝุ่นละอองจากปล่อง ผู้เก็บตัวอย่างอากาศควรมีความรู้พื้นฐานในการเก็บตัวอย่างอากาศตามวิธีที่ 5 และวิธีที่ 12 เพื่อให้ได้ผลการตรวจวัดที่เชื่อถือได้

2.อุปกรณ์และวัสดุ (Equipment and Supplies)

2.1 ขั้นตอนการเก็บตัวอย่าง (Sampling) ชุดเก็บตัวอย่าง แสดงดังภาพที่ 29-1 ซึ่งคล้ายกับชุดเก็บตัวอย่างของวิธีที่ 5 ประกอบด้วย

2.1.1 หัวเก็บตัวอย่าง (Probe Nozzle) และท่อชักตัวอย่าง (Probe Liner) ทำจากแก้วโบโรซิลิเคท (Borosilicate) หรือแก้วควอทซ์ (Quartz) หรือวัสดุอื่นที่มีคุณสมบัติไม่ปนเปื้อนและรบกวนตัวอย่างดังภาพที่ 29-1ก ควรใช้ข้อต่อ Probe ที่ทำจากพลาสติก เช่น เทฟลอน หรือโพลีเอทิลีน เป็นต้น แทนโลหะ เพื่อป้องกันการปนเปื้อน หรืออาจจะใช้หัวเก็บตัวอย่างและท่อชักตัวอย่างทำจากแก้วที่เชื่อมเป็นชิ้นเดียวกัน

2.1.2 Pitot Tube และเกจวัดค่าความแตกต่างของความดัน (Differential Pressure Gauge) ใช้แบบเดียวกับวิธีที่ 2



ภาพที่ 29- 1 แสดงชุดเก็บตัวอย่างสารโลหะหนัก



ภาพที่ 29-1ก หัวเก็บตัวอย่างและท่อชักตัวอย่าง

29

2.1.3 Filter Holder ทำจากแก้ว เหมือนกับวิธีที่ 5 ยกเว้นให้ใช้ Filter Support ทำจากเทฟลอน หรือวัสดุที่ไม่ใช่โลหะ หรือวัสดุที่ไม่ทำให้เกิดการปนเปื้อน แทนการใช้แผ่น Glass Frit

2.1.4 อุปกรณ์ให้ความร้อนกระดาชกรอง (Filter Heating System) ใช้แบบเดียวกับวิธีที่ 5

2.1.5 ชุดควบแน่น (Condenser) ใช้ระบบดังต่อไปนี้ในการควบแน่น และเก็บสารโลหะที่มีสถานะเป็นก๊าซ รวมทั้งในการหาปริมาณความชื้นของอากาศ ภายในปล่อง ชุดควบแน่นประกอบด้วย Impinger 4-7 ใบ เรียงต่อกันด้วย ข้อต่อทำด้วยแก้วหรือวัสดุอื่นที่ปราศจากรอยร้าว และไม่ทำให้เกิดการปนเปื้อน

(1) Impinger ใบที่ 1 เป็นตัวดักความชื้น (Moisture Trap Impinger หรือ Moisture Knockout Impinger)

(2) Impinger ใบที่ 2 (เป็น $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ Impinger ใบที่ 1) มีลักษณะเหมือนกับ Impinger ใบที่ 1 ของวิธีที่ 5

(3) Impinger ใบที่ 3 (เป็น $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ Impinger ใบที่ 2) เป็นแบบ Greenburg-Smith Impinger ที่มีปลายท่อเป็นแบบมาตรฐาน มีลักษณะเหมือนกัน Impinger ใบที่ 2 ของวิธีที่ 5

(4) Impinger ใบที่ 4 (ว่างเปล่า)

(5) Impinger ใบที่ 5 และ 6 (ใส่สารละลายกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต) มีลักษณะเหมือนกับ Impinger ใบที่ 1 ของวิธีที่ 5 โดยให้ติดตั้งอุปกรณ์วัดอุณหภูมิที่มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 1 องศาเซลเซียส (หรือ 2 องศาฟาเรนไฮต์) ที่ปลายด้านขาออกของ Impinger ใบสุดท้าย

กรณีที่ไม่มีการวิเคราะห์หาค่า Hg ก็ไม่จำเป็นต้องใช้ Impinger ใบที่ 4, 5 และ 6



ภาพที่ 29-1x แสดงชุดควบแน่น (Condenser)

2.1.6 ระบบเครื่องตรวจวัด (Metering System) บารอมิเตอร์ (Barometer) และอุปกรณ์หาความหนาแน่นของอากาศ (Gas Density Determination Equipment) ใช้แบบเดียวกับวิธีที่ 5

2.1.7 เทปทำจากเทฟลอน ใช้ปิดปลายเปิดและพันตามรอยต่อของข้อต่อต่างๆ ของชุดเก็บตัวอย่าง (ถ้าจำเป็น)

2.2 ขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่าง (Sample Recovery) ใช้อุปกรณ์เหมือนกับวิธีที่ 5 ได้แก่ แปรงล้างท่อซึกตัวอย่างและหัวเก็บตัวอย่าง (Probe-Liner and Probe-Nozzle Brushes), ขวดกลั่น (Wash Bottles), ขวดเก็บตัวอย่าง (Sample Storage Container), Petri Dishes, เครื่องชั่ง (Balance), ขวดพลาสติก (Plastic Storage Container) และกรวย (Funnel) โดยมีข้อยกเว้นดังนี้

2.2.1 แปรงล้างท่อซึกตัวอย่างและหัวเก็บตัวอย่าง (Probe-Liner and Probe-Nozzle Brushes) ทำจากวัสดุที่ไม่ใช่โลหะ เพื่อให้การล้างเก็บตัวอย่างโลหะจากตัวอย่างส่วนครึ่งแรกของชุดเก็บตัวอย่างไม่มีการปนเปื้อนจากภายนอก

2.2.2 ขวดเก็บตัวอย่าง ขนาด 1,000 และ 500 มิลลิลิตร ทำจากแก้ว (ดูข้อ 4.1 ของวิธีนี้) พร้อมฝาปิดทำด้วยเทฟลอนซึ่งไม่ทำปฏิกิริยากับสารละลายออกซิไดซ์ ใช้สำหรับบรรจุตัวอย่างและแบลงค์ของสารละลายกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต ส่วนตัวอย่างชนิดอื่นอาจใช้ขวดที่ทำจากแก้วหรือโพลิเอทิลีนก็ได้

2.2.3 Petri Dish ทำด้วยแก้วหรือโพลิเอทิลีน ใช้สำหรับบรรจุกระดาศกรอง

2.2.4 กระบอกตวง ทำจากแก้วหรือวัสดุอื่นที่เทียบเท่า

2.2.5 กรวย ทำจากแก้วหรือวัสดุอื่นที่เทียบเท่า

2.2.6 ฉลากบอกรายละเอียดขวดเก็บตัวอย่าง

2.2.7 ปากคีบ (Tweezers) ทำจากโพลิเอทิลีน และ/หรือถุงมือพลาสติก ใช้ในการคีบกระดาศกรองจาก Filter Holder ของชุดเก็บตัวอย่าง

2.3 ขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่าง (Sample Preparation and Analysis)

2.3.1 ขวดปรับปริมาตร ขนาด 100, 250 และ 1,000 มิลลิลิตร สำหรับการเตรียมสารละลายมาตรฐาน และการเจือจางตัวอย่าง

2.3.2 กระบอกตวง สำหรับเตรียมสารเคมี

2.3.3 Parr Bombs หรือ Microwave Pressure Relief Vessels with Capping Station (CEM Corporation Model หรือเทียบเท่า) สำหรับย่อยตัวอย่าง

2.3.4 ปีกเกอร์ (Beakers) ขนาด 250 มิลลิลิตร และกระจกนาฬิกา (Watch Glasses) สำหรับย่อยตัวอย่าง

2.3.5 ขาตั้งและตัวหนีบ (Ring Stands and Clamps) ใช้ในการยึดอุปกรณ์ เช่น อุปกรณ์การกรอง

2.3.6 กรวยกรอง (Filter Funnels) สำหรับรองกระดาษกรอง

2.3.7 Disposable Pasteur Pipets และลูกยาง (สำหรับปรับปริมาตรของสารละลาย)

2.3.8 ปิเปต (Volumetric Pipets)

2.3.9 เครื่องชั่ง (Balance) มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.1 มิลลิกรัม

2.3.10 ไมโครเวฟ หรือตู้อบ สำหรับอบตัวอย่างที่ระดับความร้อนหรืออุณหภูมิที่กำหนด

2.3.11 เตาไฟฟ้า (Hot plate)

2.3.12 เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (AAS) ที่มี Background Corrector สำหรับลดตัวรบกวนของสเปกตรัม ประกอบด้วย 2 ระบบ ดังนี้

(1) ระบบ Graphite Furnace พร้อมด้วย Hollow Cathode Lamps (HCLs) หรือ Electrodeless Discharge Lamps (EDLs) สำหรับวิเคราะห์หาค่า Sb, As, Cd, Co, Pb, Se และ Tl

(2) ระบบ Cold Vapor Mercury พร้อมด้วย HCLs หรือ EDLs สำหรับวิเคราะห์หาค่าปรอท, บั้มระบบหมุนเวียนอากาศ, Quartz cell, อุปกรณ์เติมอากาศ (Aerator Apparatus) และหลอดไฟให้ความร้อน (Heat Lamp) หรือท่อตกความชื้น (Desiccator Tube) โดยที่หลอดไฟให้ความร้อนต้องสามารถเพิ่มอุณหภูมิให้กับ Quartz Cell ได้สูงกว่าอุณหภูมิของบรรยากาศ 10 องศาเซลเซียส เพื่อป้องกันการควบแน่นของน้ำที่ผนัง Quartz Cell

2.3.13 เครื่อง Inductively Coupled Argon Plasma Spectrometer พร้อมด้วยอุปกรณ์การอ่านค่า และ Alumina Torch

2.3.14 เครื่อง Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometer

29

3. สารเคมี

(Reagents and standards)

3.1 ในกรณีที่ไม่ได้กำหนด ให้ใช้สารเคมีตามมาตรฐานของ American Chemical Society หรือใช้สารเคมีที่มีคุณภาพดีที่สุดที่สามารถจัดได้

3.2 สารเคมีที่ใช้สำหรับเก็บตัวอย่าง (Sampling Reagents)

3.2.1 ภาชนะสำหรับเก็บตัวอย่าง ต้องเป็นชนิดที่ไม่มีสารอินทรีย์เจือปนและมีปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ต้องการจะตรวจวัดได้ไม่เกิน 1.3 ไมโครกรัมต่อตารางนิ้ว (สามารถตรวจสอบได้จากผู้ผลิต) ในกรณีที่ไม่มีข้อมูลดังกล่าวให้วิเคราะห์ภาชนะกรองแบลงค์ (Filter Blank) เพื่อหาปริมาณโลหะแต่ละชนิดก่อนการนำไปใช้เก็บตัวอย่างจริง ภาชนะกรองควรทำจากใยควอทซ์ (Quartz Fiber) หรือใยแก้ว (Glass Fiber) ที่มีคุณสมบัติตามข้างต้น นอกจากนี้ภาชนะกรองยังต้องมีคุณสมบัติในการเก็บฝุ่นขนาด 0.3 ไมครอนของ Dioctylphthalate Smoke Particles ได้ร้อยละ 99.95 และต้องผ่านการทดสอบประสิทธิภาพการกรองตามวิธี ASTM Method D 2986-71, 78 หรือ 95a

หรือคำรับรองจากผู้ผลิตและต้องไปทำปฏิกิริยากับก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ หรือ ก๊าซซัลเฟอร์ไตรออกไซด์เช่นเดียวกับที่กำหนดไว้ในวิธีที่ 5

3.2.2 น้ำกลั่น ให้ได้มาตรฐานตาม ASTM Specification D1193-77 หรือ 91 Type II ในกรณีที่จำเป็นต้องวิเคราะห์หาปริมาณสารโลหะในน้ำก่อน นำไปใช้ในภาคสนาม ค่าปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ปนเปื้อนในน้ำจะต้องไม่เกิน 1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

3.2.3 กรดไนตริกเข้มข้น (Concentrated HNO_3)

3.2.4 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (Concentrated HCl)

3.2.5 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร

3.2.6 โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4)

3.2.7 กรดซัลฟูริกเข้มข้น (Concentrated H_2SO_4)

3.2.8 สารดูดความชื้นประเภทซิลิกาเจล (Silica Gel) และน้ำแข็งบด เช่นเดียวกับวิธีที่ 5

3.3 การเตรียมสารเคมีสำหรับเก็บตัวอย่าง (Pretest Preparation of Sampling Reagents)

3.3.1 สารละลายดูดซึมของ $\text{HNO}_3 / \text{H}_2\text{O}_2$ (HNO_3 ความเข้มข้นร้อยละ 5 ต่อ H_2O_2 ความเข้มข้นร้อยละ 10) เตรียมโดยค่อยๆ เติม HNO_3 เข้มข้น ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในขวดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำอยู่ประมาณ 500 มิลลิลิตร จากนั้นค่อยๆ เติม H_2O_2 ความเข้มข้นร้อยละ 30 ปริมาตร 333 มิลลิลิตร แล้วจึงเจือจางสารละลายด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน สารละลายนี้ต้องมีปริมาณโลหะที่ต้องการจะตรวจวัดแต่ละชนิดปนเปื้อนไม่เกิน 2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

3.3.2 สารละลายดูดซึมของกรดโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4) ความเข้มข้นร้อยละ 4 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร และใน H_2SO_4 ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร) ให้เตรียมสารละลายสำหรับใช้งานวันต่อวัน โดยค่อยๆ

เติม H_2SO_4 เข้มข้น ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงในน้ำประมาณ 800 มิลลิลิตร แล้วจึงเจือจางสารละลายด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน สารละลายที่ได้นี้คือ H_2SO_4 ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร จากนั้นค่อยๆ ละลาย KMnO_4 จำนวน 40 กรัม ลงในสารละลาย H_2SO_4 ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตรที่ได้ข้างต้น คนให้เข้ากัน แล้วเจือจางสารละลายด้วย H_2SO_4 ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตรให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร เนื่องจากสารละลายที่ได้มีสภาพเป็นกรด ดังนั้นจึงควรเตรียมและเก็บสารละลายไว้ในขวดแก้วเพื่อป้องกันการกัดกร่อน สารละลายนี้ต้องมีปริมาณปรอทปนเปื้อนไม่เกิน 2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

29

ข้อควรระวัง: เพื่อป้องกันการสลายตัวของสารละลายเปอร์แมงกาเนต เนื่องจากปฏิกิริยาแคตตาไลติกแบบอัตโนมัติ (Autocatalytic Decomposition) ให้กรองสารละลายเปอร์แมงกาเนตที่ได้ผ่านกระดาษกรอง Whatman 541

3.3.3 สารละลายกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N (0.1 N HNO_3) โดยเติม HNO_3 ความเข้มข้นร้อยละ 70 ปริมาตร 6.3 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรที่มีน้ำบรรจุอยู่ประมาณ 900 มิลลิลิตร แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน สารละลายจะต้องมีปริมาณโลหะที่ต้องการจะตรวจวัดแต่ละชนิดปนเปื้อนไม่เกิน 2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

3.3.4 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 8 N โดยค่อยๆ เติม HCl เข้มข้น ปริมาตร 690 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรที่มีน้ำประมาณ 250 มิลลิลิตร แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน สารละลายนี้จะต้องมีสารปรอทปนเปื้อนไม่เกิน 2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

3.4 สารเคมีสำหรับทำความสะอาดเครื่องแก้ว (Glassware Cleaning Reagents)

3.4.1 กรดไนตริกเข้มข้น (HNO_3) ใช้เกรด Fisher ACS หรือเทียบเท่า

3.4.2 น้ำกลั่นให้ได้มาตรฐานตาม ASTM Specification D1193 Type II

3.4.3 สารละลายกรดไนตริก (HNO_3) ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร เตรียมโดยเติมกรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 500 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรที่มีน้ำประมาณ 4,000 มิลลิลิตร แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 5,000 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน สารละลายที่ได้นี้จะต้องมีปริมาณโลหะที่ต้องการจะตรวจวัดแต่ละชนิดปนเปื้อนไม่เกิน 2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

3.5 สารเคมีสำหรับย่อยและวิเคราะห์ตัวอย่าง (Sample Digestion and Analysis Reagents) สารปรับเทียบมาตรฐานของโลหะ (ยกเว้นปรอท) อาจเตรียมจากสารเคมีที่อยู่ในรูปของแข็งตาม EPA Method 200.7 ส่วนสารปรับเทียบมาตรฐานของปรอทให้ปฏิบัติตาม EPA Method 101A

3.5.1 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (HCl)

3.5.2 กรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น (HF)

3.5.3 กรดไนตริกเข้มข้น (HNO_3) ของ Baker Instra-analysed หรือเทียบเท่า

3.5.4 สารละลายกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 50 โดยปริมาตร เตรียมโดยเติมกรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 125 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรที่มีน้ำประมาณ 100 มิลลิลิตร แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน สารละลายที่ได้นี้จะต้องมีปริมาณโลหะที่ต้องการจะตรวจวัดแต่ละชนิดปนเปื้อนไม่เกิน 2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

3.5.5 สารละลายกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร เตรียมโดยเติมกรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรที่มีน้ำประมาณ 800 มิลลิลิตร แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

ผสมให้เข้ากัน สารละลายที่ได้นี้จะต้องมีปริมาณโลหะที่ต้องการจะตรวจวัดแต่ละชนิดปนเปื้อน 2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

3.5.6 น้ำกลั่น ให้ได้มาตรฐานตาม ASTM Specification D1193 Type II

3.5.7 สารละลายไฮดรอกซิลเอไมด์ (Hydroxylamide), สารละลายไฮโดรคลอไรด์ (Hydrochloride) และสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (Sodium Chloride) ตามวิธีการเตรียมจาก EPA Method 6010, 6020, 7000, 7041, 7060, 7131, 7421, 7470, 7740 และ 7841

3.5.8 สแตนเนสคลอไรด์ (Stannous Chloride) ตามวิธีการเตรียมเช่นเดียวกับข้อ 3.5.7

3.5.9 โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4) ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร ตามวิธีการเตรียมเช่นเดียวกับข้อ 3.5.7

3.5.10 กรดซัลฟูริกเข้มข้น (H_2SO_4)

3.5.11 โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium Persulfate) ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ตามวิธีการเตรียมเช่นเดียวกับข้อ 3.5.7

3.5.12 นิเกิลไนเตรท (Nickel Nitrate, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$)

3.5.13 แลนทานัมออกไซด์ (Lanthanum Oxide, La_2O_3)

3.5.14 สารละลายมาตรฐาน Hg 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.15 สารละลายมาตรฐาน Pb 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.16 สารละลายมาตรฐาน As 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.17 สารละลายมาตรฐาน Cd 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.18 สารละลายมาตรฐาน Cr 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.19 สารละลายมาตรฐาน Sb 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.20 สารละลายมาตรฐาน Ba 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.21 สารละลายมาตรฐาน Be 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.22 สารละลายมาตรฐาน Co 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.23 สารละลายมาตรฐาน Cu 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.24 สารละลายมาตรฐาน Mn 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.25 สารละลายมาตรฐาน Ni 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.26 สารละลายมาตรฐาน P 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.27 สารละลายมาตรฐาน Se 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.28 สารละลายมาตรฐาน Ag 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.29 สารละลายมาตรฐาน Ti 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.30 สารละลายมาตรฐาน Zn 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.31 สารละลายมาตรฐาน Al 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

3.5.32 สารละลายมาตรฐาน Fe 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรด AAS)

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐานในข้อ 3.5.14-3.5.32 ให้ใช้เกรด AAS

3.5.33 สารละลายมาตรฐาน Hg และตัวอย่างควบคุมคุณภาพ

(1) เตรียม Intermediate Hg Standard 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับใช้ต่อสัปดาห์ โดยเติมสารละลายมาตรฐานปรอทความเข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรที่ได้จากการเตรียมตาม Method 101A ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร เจือจางสารละลายให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร โดยค่อยๆ เติม HNO_3 ความเข้มข้นร้อยละ 15 โดยปริมาตร จำนวน 20 มิลลิลิตร แล้วจึงเติมน้ำปรับปริมาตรให้ได้ 500 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน

(2) เตรียมสารละลาย Working Hg Standard 200 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับใช้วันต่อวัน โดยเติมสารละลาย Intermediate Hg Standard 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร จำนวน 5 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร และเจือจางสารละลายด้วยสารละลาย KMnO_4 ความเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตร จำนวน 5 มิลลิลิตร และกรด HNO_3 ความเข้มข้นร้อยละ 15 โดยปริมาตร จำนวน 5 มิลลิลิตร เติมน้ำปรับปริมาตรให้ได้ 250 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน

(3) เตรียมสารละลาย Working Hg Standard ที่ความเข้มข้นแตกต่างกันอย่างน้อย 5 ความเข้มข้น และแปลงค่าเพื่อใช้ทำกราฟปรับเทียบมาตรฐาน (Standard Curve) โดยนำสารละลายในข้อ (2) ปริมาตรดังนี้ 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มิลลิลิตร ซึ่งมีปรอทปริมาณ 0, 200, 400, 600, 800 และ 1,000 นาโนกรัม ตามลำดับ ให้เตรียมตัวอย่างควบคุมคุณภาพโดยการแบ่งสารละลาย

มาตรฐาน 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรแยกต่างหากและเจือจางจนกระทั่งอยู่ในช่วงการปรับเทียบความถูกต้อง

3.5.34 สารละลายมาตรฐาน สำหรับการปรับเทียบความถูกต้อง ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICAP และตัวอย่างควบคุมคุณภาพ แบ่งออกเป็น สารละลายมาตรฐานแบบผสม 4 ชนิด ดังนี้

- (1) สารละลายมาตรฐานผสมชนิดที่ 1 สำหรับวิเคราะห์
As, Be, Cd, Mn, Pb, Se, Zn
- (2) สารละลายมาตรฐานผสมชนิดที่ 2 สำหรับวิเคราะห์
Ba, Co, Cu, Fe
- (3) สารละลายมาตรฐานผสมชนิดที่ 3 สำหรับวิเคราะห์
Al, Cr, Ni
- (4) สารละลายมาตรฐานผสมชนิดที่ 4 สำหรับวิเคราะห์
Ag, P, Sb, Tl

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมข้างต้นโดยการรวมและเจือจาง สารละลายมาตรฐาน 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรในปริมาตรที่เหมาะสมกับกรด HNO_3 ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร ในการสร้างกราฟปรับเทียบความถูกต้อง สามารถใช้สารละลายมาตรฐานผสมที่ระดับความเข้มข้นเดียวกับแบลงค์ เป็นอย่างน้อย อย่างไรก็ตาม ให้เตรียมตัวอย่างควบคุมคุณภาพแยกต่างหากโดยการเตรียมตัวอย่างที่ทราบปริมาณโลหะโดยให้มีค่าอยู่ในช่วงกลางของกราฟปรับเทียบความถูกต้อง ระดับของสารละลายมาตรฐานที่แนะนำมีดังนี้ Al, Cr และ Pb 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร Fe 15 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร และ 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรสำหรับโลหะที่เหลือ หากเตรียมสารละลายที่มีระดับความเข้มข้นของโลหะน้อยกว่า 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ให้เตรียมใช้วันต่อวัน สำหรับสารละลายที่มีระดับความเข้มข้นของโลหะมากกว่า 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร สามารถเก็บได้ 1-2 สัปดาห์ สำหรับ ICP-MS ให้ปฏิบัติตาม Method 6020 ใน EPA Publication SW-846 Third Edition (November 1986) รวมถึงฉบับปรับปรุง I, II, IIA, IIB and III ตามที่สอดคล้องกับเอกสารอ้างอิงใน 60.17 (i)

3.5.35 สารละลายมาตรฐานสำหรับการปรับเทียบความถูกต้องในการวิเคราะห์ Sb, As, Cd, Co, Pb, Se และ Tl ด้วยเครื่อง GFAAS โดยเตรียมสารละลายมาตรฐาน 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ด้วยการเติมสารละลายมาตรฐาน 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร จำนวน 1 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วย HNO_3 ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และเขย่าพร้อมๆ กัน สำหรับ GFAAS ให้จับคู่สารละลายปรับเทียบมาตรฐานแบบแมตริกซ์ โดยให้เตรียมสารละลายมาตรฐาน 100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ด้วยการเติมสารละลายมาตรฐาน 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร จำนวน 1 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วย Matrix Solution ที่เหมาะสมให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

ทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ กัน โดยการเจือจางสารละลายมาตรฐาน 100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ให้สร้างกราฟปรับเทียบความถูกต้องโดยใช้สารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นอย่างน้อย 5 ระดับ ดังนี้ 0, 10, 50, 75 และ 100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ให้เตรียมตัวอย่างควบคุมคุณภาพโดยการแบ่งสารละลายมาตรฐาน 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร และเจือจางจนกระทั่งความเข้มข้นอยู่ในช่วงของตัวอย่าง การเตรียมสารละลายมาตรฐานใดๆ ที่มีโลหะเจือปนน้อยกว่า 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ให้เตรียมใช้วันต่อวันเป็นพื้นฐาน ส่วนสารละลายมาตรฐานที่มีโลหะเจือปนมากกว่า 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร สามารถเก็บได้เป็นเวลาอย่างน้อย 1-2 สัปดาห์

3.5.36 Matrix Modifiers

(1) สารละลาย Nickel Nitrate ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยปริมาตร เตรียมโดยชั่ง $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ หรือสารประกอบนิเกิลอื่นๆ ที่เหมาะสมกับการเตรียม Matrix Modifier จำนวน 4.956 กรัม ละลายในน้ำปริมาตร 50 มิลลิลิตร เทใส่ขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

(2) สารละลาย Nickel Nitrate ความเข้มข้นร้อยละ 0.1 โดยปริมาตร เตรียมโดยเจือจางสารละลายนิเกิลไนเตรทความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยปริมาตร จำนวน 10 มิลลิลิตร ลงในน้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ฉีดยตัวอย่างและสารละลายนี้ในปริมาตรที่เท่ากันลงใน Graphite Furnace ระหว่างการวิเคราะห์แบบ GFAAS สำหรับการวิเคราะห์หา As

(3) Lanthanum ให้ค่อยๆ ละลาย La_2O_3 ปริมาณ 0.5864 กรัม ลงในสารละลายกรด HNO_3 เข้มข้นปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางสารละลายด้วยน้ำประมาณ 50 มิลลิลิตร และคนไปพร้อมๆ กัน จากนั้นเจือจางด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน ฉีดยตัวอย่างและสารละลายนี้ในปริมาตรที่เท่ากันลงใน Graphite Furnace ระหว่างการวิเคราะห์แบบ GFAAS สำหรับการวิเคราะห์หา Pb

(4) กระดาษกรอง Whatman 40 และ 541 หรือเทียบเท่า สำหรับการกรองตัวอย่างที่ถูกย่อยแล้ว

4. การเก็บตัวอย่าง การเก็บรักษา การบรรจุ และการขนย้าย

(Sample Collection, Preservation, Storage, and Transport)

4.1 การเก็บตัวอย่าง (Sampling) ความซับซ้อนของวิธีนี้ก็คือการที่จะได้ผลการวิเคราะห์ที่น่าเชื่อถือ ทั้งผู้ทดสอบและนักวิเคราะห์ต้องได้รับการฝึกอบรมและมีประสบการณ์ในกระบวนการเก็บตัวอย่างจากแหล่งกำเนิด รวมถึงการเตรียมและการจัดการกับสารเคมี, การเก็บรักษาตัวอย่าง, อุปกรณ์ด้านความปลอดภัย และการใช้งาน, การคำนวณสำหรับการวิเคราะห์ รวมทั้งการรายงานผล และรายละเอียดของกระบวนการเฉพาะของวิธีการนี้

4.1.1 การเตรียมการก่อนเก็บตัวอย่าง (Pretest Preparation) ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนทั่วไปเช่นเดียวกับวิธีที่ 5 ยกเว้นกรณีที่ไม่มีการหาค่าปริมาณฝุ่นละออง ก็ไม่จำเป็นต้องอบหรือชั่งน้ำหนักกระดาชกรอง ชั้นแรกให้ล้างเครื่องแก้วทั้งหมดของชุดเก็บตัวอย่างด้วยน้ำร้อน แล้วล้างในน้ำสบู่ร้อน จากนั้นให้ล้างเครื่องแก้ว 3 ครั้งด้วยน้ำก๊อก แล้วตามด้วยการล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง แล้วนำเครื่องแก้วทั้งหมดลงแช่ในสารละลายกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง และล้างครั้งสุดท้ายด้วยอะซิโตน แล้วทิ้งไว้ให้แห้ง ปิดด้านปลายเปิดที่สามารถเกิดการปนเปื้อนได้ของเครื่องแก้วทั้งหมดจนกว่าจะนำมาประกอบเป็นชุดเก็บตัวอย่างเพื่อเตรียมใช้งานต่อไป

4.1.2 การหาค่าเบื้องต้น (Preliminary Determinations) ปฏิบัติตามขั้นตอนเช่นเดียวกับวิธีที่ 5

4.1.3 การเตรียมชุดเก็บตัวอย่าง (Preparation of Sampling Train)

(1) ประกอบชุดเก็บตัวอย่างดังแสดงในภาพที่ 29-1 ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนทั่วไปเช่นเดียวกับวิธีที่ 5 ยกเว้นให้ใส่สารละลายดูดซึมของ $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ (เตรียมสารละลายตามข้อ 3.3.1) จำนวน 100 มิลลิลิตร ลงใน Impinger ใบที่ 2 และ 3 ดังแสดงในภาพที่ 29-1 และใส่สารละลายดูดซึมของกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต (เตรียมสารละลายตามข้อ 3.3.2) จำนวน 100 มิลลิลิตร ลงใน Impinger ใบที่ 5 และ 6 ดังแสดงในภาพที่ 29-1 ชั่งน้ำหนักซิลิกาเจลประมาณ 200-300 กรัม ใส่ใน Impinger ใบสุดท้าย หรืออาจจะชั่งน้ำหนักรวมของซิลิกาเจลกับ Impinger ก่อนที่จะประกอบ Impinger เข้ากับชุดเก็บตัวอย่าง

(2) ในกรณีที่ความชื้นของอากาศเสียมีปริมาณน้อยกว่า 100 มิลลิลิตร ไม่จำเป็นต้องใช้ Impinger ใบที่ 1 ซึ่งเป็นตัวดักความชื้น

(3) ในกรณีที่ไม่มีเครื่องวิเคราะห์หาค่าปรอท ไม่จำเป็นต้องใช้ Impinger ใบที่ 4, 5 และ 6

(4) ให้ใช้เทปทำจากเทพล่อนหรือวัสดุอื่นที่มีคุณสมบัติไม่ก่อให้เกิดการปนเปื้อนกับตัวอย่าง เพื่อป้องกันปัญหาการรั่วและการปนเปื้อนแทนการใช้ไซกันซิลิโคน

ข้อควรระวัง: ในกรณีที่ต้องการวิเคราะห์หา Mn จะต้องระมัดระวังไม่ให้สารละลายกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนตสัมผัสกับเครื่องแก้วที่บรรจุสารตัวอย่างที่ต้องการจะวิเคราะห์ และระวังอย่าให้สารละลายกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ผสมกับสารละลายกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต

4.1.4 การตรวจสอบรอยรั่ว (Leak-check Procedures) สำหรับการตรวจสอบรอยรั่วก่อนการชักตัวอย่าง (Pretest Leak Check) ระหว่างการชักตัวอย่าง (Leak Checks During Sample Run) และหลังการชักตัวอย่าง (Post-Test Leak Check) ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนในวิธีที่ 5

4.1.5 การชักตัวอย่างอากาศ (Sampling Train Operation) ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนในวิธีที่ 5 ในการเก็บตัวอย่างแต่ละครั้งให้บันทึกผลลงในแบบรายงานผลดังแสดงในภาพที่เช่นเดียวกับวิธีที่ 5

4.1.6 การคำนวณไอโซโคเนติก ให้คำนวณตามขั้นตอนในวิธีที่ 5

4.2 การเก็บรักษาตัวอย่าง (Sample Recovery)

4.2.1 ให้เริ่มทำความสะอาดท่อชักตัวอย่างทันทีที่ดึงท่อชักตัวอย่างออกจากปล่องเมื่อเสร็จสิ้นการเก็บตัวอย่างแล้ว ควรปล่อยให้ท่อชักตัวอย่างอากาศเย็นลงก่อนสักครู่เพื่อความปลอดภัยในขณะที่ปฏิบัติการ ให้เช็ดฝุ่นที่ติดอยู่ภายนอกหัวเก็บตัวอย่างออกให้หมด นำจุที่สะอาดและไม่มีการปนเปื้อนสวมปิดปลายหัวเก็บตัวอย่างทันทีเพื่อป้องกันฝุ่นเข้าหรือออกจากตัวอย่างอากาศที่เก็บได้ แต่อย่าปิดจุให้แน่นเกินไปในขณะที่ชุดเก็บตัวอย่างกำลังเย็นตัวลงเนื่องจากอาจเกิดสุญญากาศขึ้นใน Filter Holder และดึงน้ำจากชุด Impinger ไหลย้อนกลับได้

4.2.2 ก่อนการเคลื่อนย้ายชุดเก็บตัวอย่างอากาศไปยังสถานที่ที่สะอาดเพื่อดำเนินขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่าง ให้แยกประกอบท่อชักตัวอย่างจากชุดเก็บตัวอย่าง และปิดครอบปลายเปิดทั้งหมด รมั้ดระวังอย่าให้สูญเสียของเหลวควบแน่นใดๆ ที่ปรากฏในอุปกรณ์ดังกล่าว ให้ปิดปลายเปิดด้านทางเข้าของกระดาศกรองซึ่งต่อกับท่อชักตัวอย่าง ถอดสายเก็บตัวอย่าง (Umbilical cord) ออกจาก Impinger ใบสุดท้าย และปิดครอบปลายเปิด Impinger โดยให้ใช้ฝาปิดทำจากวัสดุที่ไม่ปนเปื้อนกับสารเคมี อาจจะเป็นจุกแก้ว ฝาพลาสติก ฝาเซรั่ม หรือเทปเทฟลอนเพื่อปิดปลายเปิดต่างๆ

4.2.3 หรืออาจจะใช้ขั้นตอนดังต่อไปนี้เพื่อถอดชุดเก็บตัวอย่างก่อนที่ท่อชักตัวอย่างและ Filter Holder จะเย็นสนิท ขั้นแรกให้แยกประกอบปลายทางออกของ Filter Holder จากปลายทางเข้าของ Impinger แล้วปิดฝาหลวมๆ ที่ปลายทั้งสอง แล้วถอดท่อชักตัวอย่างออกจาก Filter Holder หรือทางเข้าของไซโคลนปิดฝาหลวมๆ ที่ปลายเปิด ปิดฝาที่ปลายท่อชักตัวอย่างและถอดสายเก็บตัวอย่างตามขั้นตอนข้างต้น

4.2.4 ควรเคลื่อนย้ายท่อชักตัวอย่าง Filter Holder และชุด Impinger ไปยังบริเวณที่สะอาดและไม่ทำให้ตัวอย่างเกิดการปนเปื้อนก่อนเริ่มทำการเก็บรักษาตัวอย่าง ให้สังเกตและบันทึกสิ่งผิดปกติใดๆ ที่เกิดขึ้น (ถ้ามี) ก่อนและระหว่างการแยกประกอบชุดเก็บตัวอย่างอากาศ ให้ระวังเป็นพิเศษไม่ให้มีตัวอย่างหรือสารเคมีเกิดการปนเปื้อน

4.2.5 ชั่งน้ำหนัก Impinger แต่ละใบให้มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 กรัม และบันทึกค่าลงในแบบรายงานผลการเก็บตัวอย่าง (แบบ คพ. 29-1) เพื่อใช้ในการคำนวณหาปริมาณความชื้นของตัวอย่างอากาศต่อไป

4.2.6 การเก็บรักษาตัวอย่างควรปฏิบัติดังนี้ (ดูภาพที่ 29-2 ประกอบ)



Plant : _____ Date : _____
 Plant Location : _____
 Sampling Location : _____ Run No : _____
 Sample Team Operator : _____

Leak Test :

Pre-test leak rate : cfm@ 15 in Hg

Post-test leak rate : _____ cfm @ _____ in Hg

(Leak rate must be less than 0.02 cfm or 4% of sampling rate)

Time : start _____ Finish _____ Duration _____ min

Avg. Square root of Velocity pressure of stack gas ($\sqrt{\Delta P}$)_{avg} : _____ in H₂O (Method 2)

Orifice Pressure Differential @ 0.75 cfm, std. (ΔH_o) _____ in H₂OPitot tube coefficient (C_p) _____ Dry Gas Meter Calibration Factor (Y) : _____

Gas Composition : %O₂ _____ %CO₂ _____ Moisture content (B_{WS}) : _____ (Method 4)

Molecular weight of stack gas : Wet basis (M_s) _____ Dry basis (M_d) : _____ (Method 3)

Assumed volumetric flow rate through meter (Q_m) _____ ft^3/min

Absolute pressure at meter (P_m) : _____ in Hg Absolute pressure at stack (P_s) : _____ in Hg

Absolute temperature at meter (T_m) : _____ °R Absolute pressure at stack (T_s) : _____ °R

Nozzle diameter (Calculated) : _____ mm Nozzle diameter (Actual) (D_n) : _____ mm

Reduced temps in isokinetic equation (k)_____

Ambient temperature : _____ °F Barometric pressure (P_b) : _____ in Hg

[illegible]

% Isokinetic: _____



Plant : _____ Date : _____

Sampling Location : _____ Run No : _____

Weight (g)	Filter No. _____	Impinger 1	Impinger 2	Impinger 3	Impinger 4	Total (m _w)
Initial						
Final						
Difference						

$$\text{Standard volume of dry sample gas } (V_m)_{std} = V_m * Y * (T_{std}/P_{std}) * (P_m/T_m) \quad \text{where : } P_m = P_b + [(\Delta H)_{avg}/13.6]$$

$$= V_m * Y * (17.95 \text{ } ^\circ\text{R} / \text{in Hg}) * (P_m / T_m)$$

= _____

= _____ ft³

$$\text{Standard volume of water vapour condensed and collected in impingers } (V_w)_{std} = (0.04795 \text{ ft}^3/\text{g}) * m_w$$

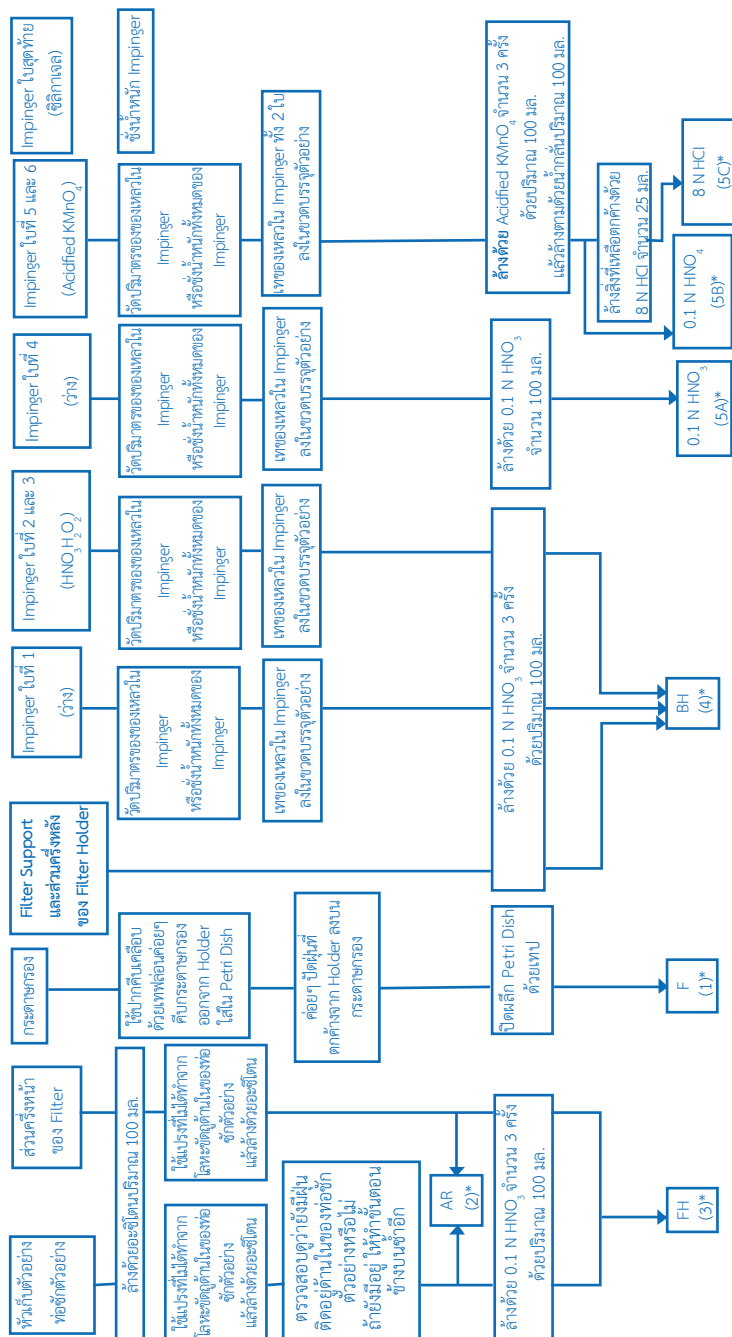
= _____

= _____ ft³

$$\text{Moisture content } (B_{ws}) = 100\% * [(V_w)_{std}]/(V_m)_{std} + (V_m)_{std}]$$

= _____

= _____ %



ภาพที่ 29-2 แผนผังแสดงการเก็บรักษาตัวอย่างอากาศ

ภาชนะเก็บตัวอย่างหมายเลข 1 (สำหรับกระดาชกรองตัวอย่าง) ให้นำกระดาชกรองออกจาก Filter Holder แล้ววางลงใน Petri Dish ใบเดิมที่ใช้บรรจุกระดาชกรองแผ่นนี้ ซึ่งติดฉลากบอกไว้แล้ว โดยให้ใช้ปากคีบชนิดเคลือบด้วยเทฟลอนหรือโพลีพร็อพิลีนที่ผ่านการล้างด้วยกรด ในกรณีที่จำเป็นต้องพับกระดาชกรองให้พับด้านที่เก็บฝุ่นเข้าด้านใน จากนั้นค่อยๆ เชี่ยวเอากระดาชกรองและฝุ่นหรือใยกระดาชกรองที่ติดกับประเก็นของชุดกรองใส่ลงใน Petri Dish โดยใช้แปรงขนไนลอนที่ล้างด้วยกรดและปล่อยทิ้งไว้ให้แห้ง ห้ามใช้วัสดุที่มีโลหะเจือปน ปิดฝานึก Petri Dish ให้สนิท

ภาชนะเก็บตัวอย่างหมายเลข 2 (สำหรับการล้างตัวอย่างด้วยอะซิโตน) ใช้ขั้นตอนนี้ในกรณีหาค่าการระบายฝุ่นละอองเท่านั้น ให้เก็บฝุ่นละอองและของเหลวควบแน่นใดๆ จากหัวชักตัวอย่าง ข้อต่อของท่อชักตัวอย่าง ท่อชักตัวอย่าง และส่วนครึ่งแรกของ Filter Holder โดยการล้างอุปกรณ์เหล่านี้ด้วยอะซิโตนปริมาตร 100 มิลลิลิตร และระวังอย่าให้ฝุ่นละอองที่จับอยู่ภายนอกท่อชักตัวอย่างหรืออุปกรณ์อื่นๆ เข้าไปปนเปื้อนกับตัวอย่างที่เก็บได้ ต้องใช้อะซิโตนปริมาตร 100 มิลลิลิตรเท่านั้นเพื่อลดผลกระทบที่จะเกิดขึ้นกับตัวอย่าง จากนั้นตอนการทำ Blank Correction

(1) ค่อยๆ ถอดหัวชักตัวอย่าง และทำความสะอาดผิวภายในโดยการล้างด้วยอะซิโตนจากขวดชนิดน้ำขณะเดียวกันให้ใช้แปรงขัดซึ่งทำจากวัสดุที่ไม่ใช่โลหะขัดจนกระทั่งไม่มีฝุ่นละอองปรากฏในน้ำล้างอะซิโตน แล้วล้างผิวภายในครั้งสุดท้ายด้วยอะซิโตน

(2) ขัดและล้างตัวอย่างที่ติดมากับชิ้นส่วนภายในข้อต่อท่อชักตัวอย่างด้วยอะซิโตนเหมือนกับขั้นตอน 4.2.6 (1) จนกระทั่งไม่มีฝุ่นละอองปรากฏในน้ำล้างอะซิโตน ล้างผิวด้านในท่อชักตัวอย่างด้วยอะซิโตน โดยให้เอียงและหมุนท่อชักตัวอย่างในขณะฉีดอะซิโตนเข้าทางปลายด้านบนของท่อชักตัวอย่าง จนกระทั่งผิวด้านในเปียกจนทั่วหมด แล้วปล่อยให้น้ำล้างอะซิโตนไหลจากปลายด้านล่างลงใส่ขวดเก็บตัวอย่าง โดยอาจใช้กรวยช่วยในการถ่ายน้ำล้างลงขวดเก็บตัวอย่าง จากนั้นให้แปรงด้านในท่อชักตัวอย่าง โดยให้เอียงท่อชักตัวอย่าง

และฉีดอะซิโตนเข้าทางปลายด้านบนของท่อชักตัวอย่าง ในขณะที่เดียวกันให้สอดแปรงล้างและปิดหมุนให้ทั่วผิวด้านในท่อชักตัวอย่าง นำขวดเก็บตัวอย่างรองใต้ด้านล่างของท่อชักตัวอย่างเพื่อเก็บน้ำล้างและฝุ่นที่แปรงออกจากท่อชักตัวอย่าง ให้แปรงล้างอย่างน้อย 3 ครั้ง จนกระทั่งมองไม่เห็นฝุ่นตกค้างในน้ำล้างอะซิโตน และเมื่อเสร็จสิ้นการแปรงให้ล้างแปรงและท่อชักตัวอย่างเป็นครั้งสุดท้ายด้วยอะซิโตน ให้เก็บน้ำล้างทั้งหมดลงในขวดเก็บตัวอย่าง

(3) ควรให้มีเจ้าหน้าที่ปฏิบัติการในการเก็บรักษาตัวอย่าง 2 คน เพื่อลดโอกาสการสูญเสียตัวอย่างให้มากที่สุด นอกจากนี้ หลังจากเสร็จสิ้นการเก็บตัวอย่างแต่ละครั้ง ให้ล้างแปรงล้างให้สะอาดเพื่อไม่ให้เกิดการปนเปื้อน ให้ล้างผิวของอุปกรณ์แต่ละชิ้นที่ต่อกันในส่วนครั้งแรกของ Filter Holder โดยขัดผิวภายในด้วยแปรงขัดซึ่งทำจากวัสดุที่ไม่ใช่โลหะและล้างด้วยอะซิโตนอย่างน้อย 3 ครั้ง (หรือมากกว่าถ้าจำเป็น) แล้วล้างแปรงขัดและ Filter Holder ครั้งสุดท้ายด้วยอะซิโตน หลังจากเก็บอะซิโตนที่ใช้ล้างอุปกรณ์ทุกชิ้นแล้วลงในขวดเก็บตัวอย่าง ให้ปิดฝาขวดให้แน่นเพื่อป้องกันการรั่วไหลขณะการขนย้ายไปยังห้องปฏิบัติการ และติดฉลากบอกรายละเอียดให้ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างเพื่อไว้ใช้ตรวจสอบว่ามีการรั่วไหลของตัวอย่างหรือไม่ระหว่างการขนย้าย

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 3 (สำหรับการล้างท่อชักตัวอย่าง) ให้เก็บรักษาอุปกรณ์ต่างๆ ที่เป็นส่วนประกอบของท่อชักตัวอย่างให้สะอาดและปราศจากการปนเปื้อนระหว่างการล้างเก็บตัวอย่าง โดยให้ล้างหัวชักตัวอย่างและข้อต่อต่างๆ ท่อชักตัวอย่าง และส่วนครั้งแรกของ Filter Holder ให้ทั่วถึงด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N ปริมาตร 100 มิลลิตร แล้วเทลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 3 ติดฉลากบอกรายละเอียด ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างเพื่อไว้ใช้ตรวจสอบว่ามีการรั่วไหลของตัวอย่างหรือไม่ระหว่างการขนย้าย ให้ปิดฝาขวดให้แน่นเพื่อป้องกันการรั่วไหล

ขั้นตอนสุดท้าย ให้ล้างหัวชักตัวอย่าง ท่อชักตัวอย่าง และส่วนครั้งแรกของ Filter Holder ด้วยน้ำ แล้วตามด้วยอะซิโตน และทิ้งน้ำและอะซิโตนที่ใช้ล้าง

ข้อควรระวัง : ให้ใช้กรดไนตริกปริมาตร 100 มิลลิลิตรเท่านั้น เพื่อลดผลกระทบที่จะเกิดขึ้นกับตัวอย่างจากขั้นตอนการทำ Blank Correction

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 4 สำหรับการล้าง Impinger ใบที่ 1 ถึง 3 ประกอบด้วย Moisture Knockout Impinger (กรณีที่ใช้) และ $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ Impinger 2 ใบ) เนื่องจากปริมาณของเหลวจาก Impinger ทั้ง 3 ใบ มีปริมาณมาก ดังนั้น สามารถถ่ายเทสารละลายจาก Impinger ใบที่ 1 ถึง 3 ลงในขวดเก็บตัวอย่างมากกว่า 1 ขวดได้ กรณีที่ต้องการหาปริมาณความชื้นจากปริมาตรของของเหลวที่ควบแน่นให้วัดปริมาตรของของเหลวใน Impinger 3 ใบแรก โดยใช้กระบอกตวงที่มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร และบันทึกค่าปริมาตรลงในแบบรายงานผลการเก็บตัวอย่าง (แบบ คพ. 29-1) ล้างด้านในของ Impinger แต่ละใบ, แผ่นรองรับกระดาษกรอง (Filter Support) และส่วนครึ่งหลังของชุดตัวกรอง (Filter Holder) รวมทั้งข้อต่อเครื่องแก้วต่างๆ ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วเทลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 4

ข้อควรระวัง : ให้ใช้กรดไนตริกปริมาตร 100 มิลลิลิตรเท่านั้น เพื่อลดผลกระทบที่จะเกิดขึ้นกับตัวอย่างจากขั้นตอนการทำ Blank Correction ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่าง ปิดฝาขวดให้แน่น และติดฉลากบอกรายละเอียด

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A-5C โดยขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A สำหรับการล้าง Impinger ใบที่ 4 ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N, ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B-5C สำหรับการล้าง Impinger ใบที่ 5 และ 6 ด้วยสารละลายดูดซึมของกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต และสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N ตามลำดับ รายละเอียดดังนี้

(1) ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A (สำหรับการล้าง Impinger ใบที่ 4) ในกรณีเก็บตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์หาค่าปรอท กรณีที่ต้องการหาปริมาณความชื้นจากปริมาตรของของเหลวที่ควบแน่น ให้วัดปริมาตรของเหลวใน Impinger ใบที่ 4 (ซึ่งเป็นใบที่อยู่ก่อน Impinger ที่ใส่เปอร์แมงกาเนต 2 ใบ) โดย

ใช้กระบอกตวงที่มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร แล้วจึงถ่ายเทของเหลวใส่ลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A และล้าง Impinger ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A

(2) ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B (สำหรับการล้าง Impingers ที่ใส่สารละลายดูดซึมของกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต) ในกรณีที่ต้องการหาปริมาณความชื้นจากปริมาตรของเหลวที่ควบแน่น ให้วัดปริมาตรของเหลวทั้งหมดจาก Impingers ที่ใส่สารละลายดูดซึมของกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนตทั้ง 2 ใบโดยใช้กระบอกตวงที่มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร แล้วจึงถ่ายเทของเหลวลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B และล้าง Impingers ที่ใส่เปอร์แมงกาเนตทั้ง 2 ใบ และเชื่อมต่อแก้วด้วยสารละลายดูดซึมของกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนตปริมาตร 100 มิลลิลิตร อย่างน้อย 3 ครั้ง (โดยล้างครั้งละประมาณ 33 มิลลิลิตร) แล้วเทลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B จากนั้นใช้น้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร ล้าง Impingers ที่ใส่เปอร์แมงกาเนตทั้ง 2 ใบ และเชื่อมต่อแก้ว ล้างให้ได้อย่างน้อย 3 ครั้ง แล้วเทน้ำล้างทั้งหมดลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B ระวังอย่าให้สูญเสียของเหลวทั้งหมดจาก Impingers ทั้ง 2 ใบ ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่าง ปิดฝาขวดให้แน่น และติดฉลากบอกรายละเอียดให้อ่านข้อควรระวังในข้อ 3.3.2

ข้อควรระวัง : เนื่องจากการทำปฏิกิริยาระหว่างโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนตกับกรดอาจทำให้เกิดความดันขึ้นภายในขวดเก็บตัวอย่าง ดังนั้นห้ามใส่ของเหลวลงในขวดเก็บตัวอย่างจนเต็ม และปิดจุขวดหลวมๆ หรือใช้จุกปิดขวดชนิดที่มีรูเจาะจำนวน 70-72 รู และมี Liner ทำจากเทฟลอน เพื่อลดความดันที่เกิดขึ้นภายในขวดเก็บตัวอย่าง

(3) ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5C (สำหรับการล้างสิ่งตกค้างที่ผิวของ Impinger ใบที่ใส่เปอร์แมงกาเนตหลังจากที่ล้างด้วยน้ำกลั่นแล้ว) ให้ล้าง Impinger ด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N ปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วเทลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5C ที่มีน้ำบรรจุอยู่ปริมาตร 200 มิลลิลิตร โดยปฏิบัติตามขั้นตอนดังนี้ เติมน้ำปริมาตร 200 มิลลิลิตร ลงในขวดเก็บ

ตัวอย่างหมายเลข 5C จากนั้นใช้กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ล้างผิวด้านในและก้นของ Impinger ใบที่ 5 โดยหมุน Impinger ให้กรดไฮโดรคลอริกสัมผัสกับผิวด้านในอย่างทั่วถึง แล้วจึงถ่ายต่อไปยัง Impinger ใบที่ 6 เพื่อล้างผิวด้านในและก้นของ Impinger ด้วยเทคนิคเดียวกัน แล้วจึงเทกรดทั้งหมดนี้ (25 มิลลิลิตร) ลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5C ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างเพื่อไว้ใช้ตรวจสอบว่ามี การรั่วไหลของตัวอย่างหรือไม่ระหว่างการขนย้าย

ข้อควรระวัง : ให้ใช้กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N ปริมาตร 25 มิลลิลิตรเท่านั้น สำหรับการล้าง Impingers ที่ใส่เปอร์แมงกาเนตทั้ง 2 ใบ

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 6 (ซิลิกาเจล) บันทึกสีของซิลิกาเจลเพื่อจะ ได้บ่งบอกว่ามีการใช้อย่างสมบูรณ์และบันทึกสภาวะของซิลิกาเจลด้วย ให้เท ซิลิกาเจลออกจาก Impinger ลงในขวดเก็บตัวอย่างและปิดฝา ควรจะใช้กรวย ช่วยในการเทซิลิกาเจล และใช้ Rubber Policeman ช่วยกวาดซิลิกาเจลออกจาก Impingers อาจจะมีฝุ่นติดอยู่ที่ผนังของ Impinger เพียงเล็กน้อย ห้ามใช้น้ำ หรือของเหลวใดๆเพื่อที่จะช่วยในการเทซิลิกาเจลออกจาก Impingers เนื่องจาก น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นในซิลิกาเจลจะถูกนำมาคำนวณหาค่าความชื้นด้วย ในกรณีที่มี เครื่องชั่งน้ำหนักในภาคสนามก็ให้ชั่งน้ำหนักของซิลิกาเจล (หรือซิลิกาเจลกับ Impinger) ด้วยความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 กรัม

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 7 (Acetone Blank) ในกรณีต้องการหา ค่าการระบายฝุ่นละอองให้แก่บะชีโตนที่ใช้ในขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่างปริมาตร 100 มิลลิลิตรลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 7 และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้งในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8A (0.1 N HNO₃ Blank) ให้เก็บสารละลาย กรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N ที่ใช้ในขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่างปริมาตร 300 มิลลิลิตรลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8A และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้ง ในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8B (Water Blank) ให้เก็บน้ำกลั่นที่ใช้ในขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่างปริมาตร 100 มิลลิลิตรลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8B และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้งในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)

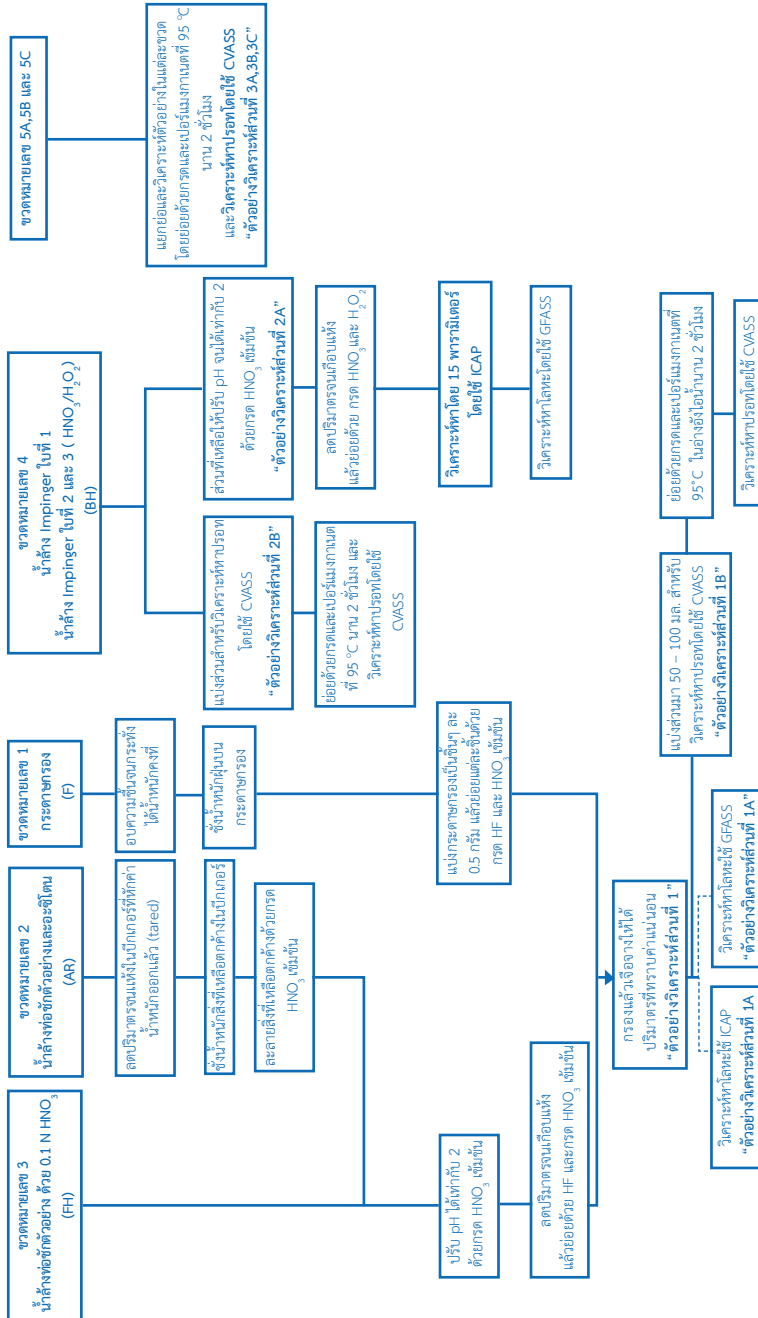
ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 9 (5% HNO_3 / 10% H_2O_2 Blank) ให้เก็บสารละลายกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 5 / ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 10 ที่ใช้ในขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่างปริมาตร 200 มิลลิลิตรลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 9 และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้งในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)

29

4.2.15 ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 10 (Acidified KMnO_4 Blank) ให้เก็บสารละลายกรดโพแตสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่ใช้ในขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่างปริมาตร 100 มิลลิลิตรลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 10 และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้ง ในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม) ให้เตรียมขวดเก็บตัวอย่างตามขั้นตอนในข้อ 4.2.9 (2)ให้อ่านข้อควรระวังในข้อ 3.3.2 และในข้อ 4.2.9 (2)

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 11 (8 N HCl Blank) ใส่ลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 11 ปริมาตร 200 มิลลิลิตร แล้วค่อยๆ เติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N ปริมาตร 25 มิลลิลิตร และคนไปพร้อมๆ กันให้เข้ากันและปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้ง ในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)

Petri Dish หมายเลข 12 (Sample Filter Blank) ให้ใส่กระดาษกรองที่เตรียมมาพร้อมกับกระดาษกรองที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง ไม่ได้ใช้งานจำนวน 3 แผ่น ลงใน Petri Dish หมายเลข 12 และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้ง ในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)



*การวิเคราะห์หาโลหะโดยใช้ AAS

ภาพที่ 29-3 แผนผังแสดงการเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ

4.3 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ (Sample Preparation)

ก่อนดำเนินการใดๆ กับตัวอย่างที่ได้ ให้ตรวจสอบเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างที่ทำไว้เพื่อใช้ตรวจสอบว่ามีการรั่วไหลของตัวอย่างหรือไม่ระหว่างการขนย้าย ถ้าพบว่าระดับของของเหลวลดลงอย่างเห็นได้ชัดให้ยกเลิกตัวอย่างนั้น การเตรียมตัวอย่างและขั้นตอนการวิเคราะห์ตัวอย่างแสดงดังภาพที่ 29-3

4.3.1 ภาชนะเก็บตัวอย่างหมายเลข 1 (Sample Filter)

(1) ในกรณีที่มีการหาค่าการระบายฝุ่นละออง ขั้นตอนแรกให้นำกระดาษกรองและตัวจับแผ่นกระดาษกรอง (Filter Catch) ใส่ในตู้ดูดความชื้น (Desiccator) เพื่อดูดความชื้น ห้ามใช้ความร้อนช่วยในการทำให้แห้ง และชั่งน้ำหนักตามขั้นตอนในข้อ 7.2.1 ของวิธีที่ 5

(2) ในกรณีที่ไม่มีหาค่าการระบายฝุ่นละอองให้ปฏิบัติตามขั้นตอนดังนี้ ให้แบ่งแผ่นกระดาษกรองออกเป็นส่วนๆ ซึ่งแต่ละส่วนหนักประมาณ 0.5 กรัม ใหวางชิ้นส่วนของแผ่นกระดาษกรองลงใน Individual Microwave Pressure Relief Vessels หรือ Parr Bombs ใส่กรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 6 มิลลิลิตร และกรดไฮโดรเจนฟลูออริกเข้มข้นปริมาตร 4 มิลลิลิตรลงในแต่ละ Vessel ในกรณีใช้ระบบไมโครเวฟให้ใส่ตัวอย่างในไมโครเวฟเพื่อให้ความร้อนแก่ตัวอย่างเป็นเวลาประมาณ 12-15 นาทีโดยรวม โดยปฏิบัติดังนี้ ให้ความร้อน 2-3 นาที แล้วปิดไมโครเวฟ 2-3 นาที แล้วให้ความร้อนต่ออีก 2-3 นาที สลับกันเป็นแบบนี้เรื่อยไปจนกระทั่งเวลาการให้ความร้อนรวม 12-15 นาที (รวมประมาณ 24-30 นาที ที่ 600 วัตต์) เวลาในการให้ความร้อนเป็นเพียงค่าประมาณและขึ้นอยู่กับจำนวนตัวอย่าง การให้ความร้อนที่เพียงพอจะบ่งบอกได้จาก Sorbent Reflux ภายใน Vessel ในกรณีใช้ระบบ Parr Bombs ให้ความร้อนที่ 140 องศาเซลเซียส (285 องศาฟาเรนไฮต์) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้ตัวอย่างเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นผสมรวมกับน้ำย่อยกรดที่ได้จากการล้างท่อซักตัวอย่างตามที่กำหนดในข้อ 4.3.3

(3) ในกรณีที่ชุดเก็บตัวอย่างติดตั้ง Glass Cyclone ไว้ด้านหน้าของตัวกรอง การเตรียมและการย่อยสารที่เก็บได้โดยไซโคลน ให้ทำตามขั้นตอนในข้อ 4.3.1 (2) แล้วรวมส่วนที่ถูกย่อยแล้วกับตัวอย่างแผ่นกระดาษกรองที่ถูกย่อยแล้วเข้าด้วยกัน

4.3.2 ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 2 (สำหรับการล้างตัวอย่างด้วยอะซิโตน) ตรวจสอบระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างเพื่อดูว่ามีการรั่วไหลของตัวอย่างระหว่างการขนย้ายหรือไม่ ถ้าพบวาระดับของของเหลวลดลงอย่างเห็นได้ชัดให้ยกเลิกตัวอย่างนั้น วัดปริมาตรของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างด้วยความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 1 มิลลิลิตร หรือชั่งน้ำหนักด้วยความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 กรัม ถ่ายเทสารลงในปิกรอร์ขนาด 250 มิลลิลิตรที่ล้างทำความสะอาดด้วยกรด และชั่งน้ำหนักแล้วปล่อยทิ้งไว้ให้สารตัวอย่างระเหยแห้งที่อุณหภูมิและความดันบรรยากาศ ถ้าต้องการหาค่าการระเหยฝุ่นละอองด้วยให้นำไปดูความชื้นออกโดยไม่ใช้ความร้อนช่วยในการทำให้แห้งเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำไปชั่งน้ำหนักตามขั้นตอนในข้อ 7.2.1 ของวิธีที่ 5 และรายงานผลให้ใกล้เคียง 0.1 มิลลิกรัม ให้ละลายส่วนที่เหลืออีกครั้งด้วยกรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 10 มิลลิลิตร รวมตัวอย่างทั้งหมดทั้งของเหลวและฝุ่นละอองใดๆ กับขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 3 ก่อนเริ่มขั้นตอน 4.3.3

4.3.3 ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 3 (น้ำล้างท่อชักตัวอย่าง) ให้ตรวจสอบสภาพความเป็นกรดของตัวอย่างว่ามีค่า pH เท่ากับหรือน้อยกว่า 2 หรือไม่ หากตัวอย่างมีค่าสภาพความเป็นกรดไม่เป็นไปตามที่กำหนดให้ค่อยๆ เติมกรดไนตริกเข้มข้นลงในตัวอย่างเพื่อปรับ pH ให้มีค่าเท่ากับ 2 พร้อมกับคนให้เข้ากัน ใช้น้ำกลั่นล้างตัวอย่างและเทใส่ปิกรอร์ ปิดปิกรอร์ด้วยกระจกนาฬิกา (Watch Glass) นำไปให้ความร้อนด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดเพื่อลดปริมาตรตัวอย่างให้เหลือประมาณ 20 มิลลิลิตร ทำการย่อยตัวอย่างใน Microwave Vessels หรือ Parr Bombs โดยเทตัวอย่างทั้งหมดลงใน Vessel หรือ Bomb แล้วค่อยๆ เติมกรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 6 มิลลิลิตร และกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้นปริมาตร

4 มิลลิลิตร ให้นำสารละลายที่ได้รวมกับสารละลายในข้อ 4.3.1 (2) ตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนนี้ให้เรียกว่า “ตัวอย่างส่วนที่ 1” กรองตัวอย่างโดยใช้กระดาษกรอง Whatman 541 จากนั้นเจือจางด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 300 มิลลิลิตร (หรือปริมาตรที่เหมาะสมสำหรับความเข้มข้นของโลหะที่คาดว่าจะมี) ตัวอย่างที่ถูกเจือจางแล้วนี้ให้เรียกว่า “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1” วัดปริมาตรของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1 ด้วยความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.1 มิลลิลิตร และบันทึกค่า จากนั้นแบ่งสารจากตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1 ออกมา 50 มิลลิลิตรแล้วปิดฉลากเป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B” เพื่อนำไปวิเคราะห์หาปรอทของตัวอย่างในครั้งแรกของชุดเก็บตัวอย่าง สารส่วนที่เหลือ 250 มิลลิลิตรนั้นให้ปิดฉลากเป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A” ซึ่งใช้สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICAP หรือ AAS เพื่อหาค่าปริมาณโลหะยกเว้นปรอท

4.3.4 ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 4 (Impingers ใบที่ 1 - 3) วัดและบันทึกปริมาตรรวมของตัวอย่างด้วยความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร และปิดฉลากเป็น “ตัวอย่างส่วนที่ 2” แบ่งสารออกมา 75-100 มิลลิลิตร สำหรับการวิเคราะห์หาค่าปรอทและปิดฉลากส่วนนั้นเป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B” แล้วปิดฉลากส่วนที่เหลือเป็น “ตัวอย่างส่วนที่ 2A” ให้วัดปริมาตรของ “ตัวอย่างส่วนที่ 2A” ก่อนที่จะนำไปสู่ขั้นตอนการย่อยตัวอย่าง ตรวจสอบสภาพความเป็นกรดของ “ตัวอย่างส่วนที่ 2A” ว่ามีค่า pH เท่ากับหรือน้อยกว่า 2 หรือไม่ หากมีค่าไม่เป็นไปตามที่กำหนดให้ค่อยๆเติมกรดไนตริกเข้มข้นลงในตัวอย่างเพื่อปรับ pH ให้มีค่าเท่ากับ 2 ใช้น้ำกลั่นล้าง “ตัวอย่างส่วนที่ 2A” แล้วเทลงในบีกเกอร์ ปิดด้วยกระจกนาฬิกา นำไปให้ความร้อนด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดเพื่อลดปริมาตรตัวอย่างให้เหลือประมาณ 20 มิลลิลิตร จากนั้นนำเข้าสู่กระบวนการย่อยตัวอย่าง โดยให้ปฏิบัติตามขั้นตอนในข้อ 4.3.4(1) หรือข้อ 4.3.4 (2) ตัวอย่างส่วนที่ 2A ที่ผ่านกระบวนการย่อยตัวอย่างแล้วให้เรียกว่า “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” ซึ่งโดยปกติแล้วปริมาตรของ “ตัวอย่างส่วนที่ 2A” และปริมาตรของ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” จะมีค่าเท่ากันคือประมาณ 150

มิลลิกรัม ให้นำ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” ไปวิเคราะห์หาค่าปริมาณโลหะทั้งหมด ยกเว้นปรอท

(1) กระบวนการย่อยแบบ Conventional มีขั้นตอนดังนี้ ให้เติมกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 50 จำนวน 30 มิลลิลิตร และให้ความร้อนเป็นเวลา 30 นาทีด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือด แล้วเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 จำนวน 10 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อเป็นเวลา 10 นาที เติมน้ำร้อนจำนวน 50 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อเป็นเวลา 20 นาที ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วกรองตัวอย่าง จากนั้นเจือจางตัวอย่างด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 150 มิลลิลิตร (หรือให้ได้ปริมาตรที่เหมาะสมสำหรับความเข้มข้นของโลหะที่คาดว่าจะมีในตัวอย่าง) สารละลายที่ได้นี้คือ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” ให้วัดปริมาตรโดยมีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.1 มิลลิลิตร และบันทึกค่า

(2) กระบวนการย่อยแบบไมโครเวฟ มีขั้นตอนดังนี้ ให้เติมกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 50 จำนวน 10 มิลลิลิตร และให้ความร้อนเป็นเวลา 6 นาที โดยให้ความร้อนแก่ตัวอย่างที่ 600 วัตต์ เป็นเวลา 1-2 นาที จากนั้นปิดเตาเพื่อให้ความร้อนต่อแบบไม่ใช้ไฟฟ้าเป็นเวลา 1-2 นาที สลับกันไปจนได้เวลาการให้ความร้อนแก่ตัวอย่างเป็น 6 นาที (คล้ายกับขั้นตอนที่อธิบายในข้อ 4.3.1) จากนั้นทิ้งตัวอย่างให้เย็นแล้วให้เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 จำนวน 10 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อเป็นเวลา 2 นาที เติมน้ำร้อนจำนวน 50 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อเป็นเวลา 5 นาที ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วกรองตัวอย่าง เจือจางตัวอย่างด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 150 มิลลิลิตร (หรือให้ได้ปริมาตรที่เหมาะสมสำหรับความเข้มข้นของโลหะที่คาดว่าจะมีในตัวอย่าง) สารละลายที่ได้ นี้คือ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” ให้วัดปริมาตรโดยมีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.1 มิลลิลิตร และบันทึกค่า

ข้อควรระวัง : เวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนแบบไมโครเวฟขึ้นอยู่กับจำนวนตัวอย่างที่จะนำมาย่อยในแต่ละครั้ง เวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนที่กำหนดข้างต้นเหมาะสำหรับการย่อยตัวอย่างแบบพร้อมกันได้ 12 ตัวอย่าง

ทั้งนี้ระยะเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนแก่ตัวอย่างที่เหมาะสมสามารถสังเกตได้จากสารละลายตัวอย่างมีการเคลื่อนไหวในภาชนะ (Solvent Reflux)

4.3.5 ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A (สำหรับสารใน Impinger ใบที่ 4), ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B และ 5C (สำหรับสารใน Impinger ใบที่ 5 และ 6 ตามลำดับ) วัดและบันทึกปริมาตรของขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A ให้มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร ปิดฉลากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A เป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3A” จากนั้นให้นำขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B มากรองแยกสารตกตะกอนสีน้ำตาลของแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) ด้วยกระดาษกรอง Whatman 40 ลงในขวดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ให้เก็บแผ่นกระดาษกรองที่กรองแมงกานีสไดออกไซด์ไว้เพื่อนำไปย่อยต่อไป ปิดฉลากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B เป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3B” และนำไปวิเคราะห์หาปริมาณปรอทภายใน 48 ชั่วโมง นำแผ่นกรองที่กรองสารตกตะกอนแมงกานีสไดออกไซด์ลงในภาชนะที่มีรูระบายเพื่อปล่อยให้ก๊าซใดๆ รวมทั้งคลอรีนที่เกิดขึ้นจากกระบวนการย่อยแผ่นกระดาษกรองผ่านออกมาได้ ดังนั้นจึงควรทำในห้องปฏิบัติการที่มีตู้ดูดควันเพื่อที่จะได้ดูดก๊าซที่เกิดจากการย่อยของแมงกานีสไดออกไซด์ออกไป เดิมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N จำนวน 25 มิลลิลิตรลงในแผ่นกระดาษกรอง แล้วทิ้งไว้ให้ย่อยเป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้องให้นำสารในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5C มากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman 40 ลงในขวดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารที่ได้จากการย่อยแมงกานีสไดออกไซด์จากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B มากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman 40 ลงในขวดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตรใบเดิม แล้วเจือจางด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน ปิดฉลากสารละลายที่ได้นี้เป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3C”

4.3.6 ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 6 (ซิลิกาเจล) ชั่งน้ำหนักซิลิกาเจลที่ใช้แล้ว (หรือซิลิกาเจลกับ Impinger) ด้วยเครื่องชั่ง ให้มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 กรัม

5. การควบคุมคุณภาพ (Quality Control)

5.1 แบลงค์สารเคมีที่ใช้ในภาคสนาม (Field Reagent Blanks) ในกรณีที่มี การวิเคราะห์ ให้ทำการย่อยและวิเคราะห์แบลงค์ในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 7-12 ที่เตรียมจากขั้นตอน 4.2.11 - 4.2.17 ตามลำดับ สำหรับแบลงค์ที่ใช้ในภาคสนามเพื่อวิเคราะห์หาปรอทนั้นให้ใช้สารละลาย 10 มิลลิลิตรสำหรับการย่อยและการวิเคราะห์

5.1.1 ให้ย่อยและวิเคราะห์แผ่นกระดาษกรอง 1 แผ่นจากภาชนะเก็บตัวอย่างหมายเลข 12 ตามข้อ 4.3.1 วิเคราะห์สาร 100 มิลลิลิตรจากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 7 ตามข้อ 4.3.2 และให้วิเคราะห์สาร 100 มิลลิลิตรจากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8A ตามข้อ 4.3.3 ขั้นตอนนี้จะได้แบลงค์สำหรับ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A และ 1B”

5.1.2 ให้รวมสารจากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8A (100 มิลลิลิตร) กับสารจากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 9 (200 มิลลิลิตร) เข้าด้วยกัน นำไปย่อยและวิเคราะห์ปริมาตรตาม 4.3.4 ขั้นตอนนี้จะได้แบลงค์สำหรับ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A และ 2B”

5.1.3 ให้ย่อยและวิเคราะห์สารจากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8A(100 มิลลิลิตร) เพื่อจะได้แบลงค์สำหรับ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3A”

5.1.4 ให้รวมสารจากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 10 (100 มิลลิลิตร) กับสารจากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8B (33 มิลลิลิตร) เข้าด้วยกัน เพื่อจะได้แบลงค์สำหรับ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3B” ให้กรองสารละลายที่ได้ (133 มิลลิลิตร) ตามขั้นตอน 4.3.5 ยกเว้นไม่ต้องเจือจางสารละลายดังกล่าว นำไปวิเคราะห์เพื่อหาปรอทภายใน 48 ชั่วโมง และใช้ปริมาตร 400 มิลลิลิตรเป็นปริมาตรของแบลงค์เมื่อคำนวณค่ามวลของแบลงค์สำหรับแบลงค์ของตัวอย่างอื่นๆ ให้ใช้ค่าปริมาตรจริงเมื่อต้องการคำนวณค่ามวลของแบลงค์นั้น

5.1.5 ให้ย่อยแผ่นกรองซึ่งถูกใช้เพื่อที่จะเอาสารตกตะกอนแมงกานีสออกให้ได้ออกจากแบลงค์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3B ตามขั้นตอนใน 4.3.5 ให้กรองสารที่ถูกย่อยและสารที่อยู่ในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 11 ผ่านกระดาษกรอง Whatman 40 ลงในขวดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร และเจือจางให้ได้ปริมาตรดังกล่าวด้วยน้ำ ขั้นตอนนี้จะได้แบลงค์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3C

5.1.6 ให้วิเคราะห์แบลงค์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A และ 2A ตามขั้นตอน 7.1.1 และ/หรือ 7.1.2 และวิเคราะห์แบลงค์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B, 2B, 3A, 3B และ 3C ตามขั้นตอน 7.1.3 เพื่อใช้ประโยชน์ดังนี้

5.1.6 (1) การวิเคราะห์แบลงค์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A จะได้ค่าปรับแก้ความถูกต้องของแบลงค์ในครั้งแรกของชุดเก็บตัวอย่าง (Font-Half Reagent Blank Correction Values) ในการหาค่าโลหะที่ต้องการยกเว้นปรอท

5.1.6 (2) การวิเคราะห์แบลงค์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B จะได้ค่าปรับแก้ความถูกต้องของแบลงค์ในครั้งแรกของชุดเก็บตัวอย่าง (Front-Half Reagent Blank Correction Values) ในการหาค่าปรอท

5.1.6 (3) การวิเคราะห์แบลงค์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A จะได้ค่าปรับแก้ความถูกต้องของแบลงค์ในครั้งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง (Back-Half Reagent Blank Correction Values) ในการหาค่าโลหะที่ต้องการ ยกเว้นปรอท

5.1.6 (4) การวิเคราะห์แบลงค์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B, 3A, 3B และ 3C จะได้ค่าปรับแก้ความถูกต้องของแบลงค์ในครั้งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง (Back-Half Reagent Blank Correction Values) ในการหาค่าปรอท

5.2 ตัวอย่างที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพ ให้วิเคราะห์ตัวอย่างที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพดังต่อไปนี้

5.2.1 การวิเคราะห์แบบ ICAP และ ICP-MS ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนการควบคุมคุณภาพใน Section 8 ของวิธีที่ 6010 และ 6020 ใน EPA Publication SW-846 Third Edition (November 1986) รวมถึงฉบับปรับปรุงล่าสุด I, II IIA, IIB และ III ตามที่สอดคล้องในเอกสารอ้างอิงของ Section 60.17(i) สำหรับวัตถุประสงค์ของการตรวจวัดแหล่งกำเนิด ซึ่งประกอบด้วยการเก็บตัวอย่าง 3 ครั้ง ให้รับข้อกำหนดเหล่านั้นเพื่อรวมข้อกำหนดดังต่อไปนี้เข้าไปด้วย ได้แก่ การตรวจสอบอุปกรณ์ตามมาตรฐาน 2 ครั้ง การเปรียบเทียบความถูกต้องของ แบลงค์ (Calibration Blank) 2 ครั้ง ตัวอย่างที่ใช้ในการตรวจสอบการรบกวน 1 ตัวอย่างเมื่อตอนเริ่มการวิเคราะห์ (วิเคราะห์ตาม Method of Standard Additions ในกรณีที่ผลของตัวอย่างควบคุมคุณภาพไม่อยู่ในช่วง $\pm$ ร้อยละ 25) ตัวอย่างที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพ 1 ตัวอย่างเพื่อตรวจสอบความแม่นยำของ มาตรฐานการเปรียบเทียบความถูกต้อง (กำหนดให้ต้องมีค่าอยู่ภายในช่วง $\pm$ ร้อยละ 25 ของการเปรียบเทียบความถูกต้อง) และการวิเคราะห์ซ้ำ 1 ครั้ง (กำหนดให้ต้องมีค่าอยู่ภายในช่วง $\pm$ ร้อยละ 20 ของค่าเฉลี่ย หรือทำการวิเคราะห์ซ้ำทั้งหมดถ้าไม่ได้ตามที่กำหนด)

5.2.2 การวิเคราะห์แบบ Direct Aspiration AAS และ/หรือการวิเคราะห์แบบ GFAAS สำหรับการหาค่าปริมาณ Sb, As, Ba, Be, Cd, Cu, Cr, Co, Pb, Ni, Mn, Hg, P, Se, Ag, Tl และ Zn ให้ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมดซ้ำอย่างน้อย 1 ครั้ง ให้ทำ Matrix Spike อย่างน้อยตัวอย่างครั้งแรก และตัวอย่างครั้งหลัง หรือตัวอย่างที่รวมทั้ง 2 ส่วนไว้ด้วยกัน ในกรณีที่เก็บรักษาตัวอย่างได้น้อยกว่าร้อยละ 75 หรือมากกว่าร้อยละ 125 สำหรับ Matrix Spike ให้วิเคราะห์แต่ละตัวอย่างด้วย Method of Standard Additions ให้วิเคราะห์ตัวอย่างที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพเพื่อตรวจสอบความแม่นยำของ มาตรฐานการเปรียบเทียบความถูกต้อง (ถ้าผลไม่อยู่ในช่วง $\pm$ ร้อยละ 20 ให้ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องซ้ำ)

5.2.3 การวิเคราะห์แบบ CVAAS สำหรับการหาค่าปริมาณปรอท ให้ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมดซ้ำอย่างน้อย 1 ครั้ง ให้วิเคราะห์ตัวอย่างที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพเพื่อตรวจสอบความแม่นยำของมาตรฐานการเปรียบเทียบความถูกต้อง (ถ้าผลไม่อยู่ในช่วง $\pm$ ร้อยละ 15 ให้ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องซ้ำ) ให้ทำ Matrix Spike 1 ตัวอย่าง ถ้าไม่อยู่ในช่วง $\pm$ ร้อยละ 25 ให้วิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมดด้วย Method of Standard Additions สามารถดูข้อมูลเพิ่มเติมได้จากวิธีที่ 7470 ใน EPA Publication SW-846 Third Edition (November 1986) รวมถึงฉบับปรับปรุงล่าสุด I, II IIA, IIB และ III ตามที่สอดคล้องในเอกสารอ้างอิงของ Section 60.17(i) หรือวิธีมาตรฐานสำหรับน้ำและน้ำเสีย วิธีที่ 303F

6. การเปรียบเทียบความถูกต้องและการปรับเทียบมาตรฐาน (Calibration and Standardization)

ให้เก็บข้อมูลการปรับเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์ต่อไปนี้ในสมุดบันทึกของห้องปฏิบัติการทุกครั้งเมื่อมีการปรับเทียบ

6.1 ชุดเก็บตัวอย่าง (Sampling Train) ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องชุดเก็บตัวอย่างตามขั้นตอนในวิธีที่ 5 สำหรับหัวซีกตัวอย่าง (ตามขั้นตอน 6.1) Pitot Tube (ตามขั้นตอน 6.2) ระบบเครื่องตรวจวัด (ตามขั้นตอน 6.3) อุปกรณ์ให้ความร้อนต่อซีกตัวอย่าง (ตามขั้นตอน 6.4) อุปกรณ์วัดอุณหภูมิ (ตามขั้นตอน 6.5) การตรวจสอบรอยรั่วของระบบเครื่องตรวจวัด (ตามขั้นตอน 4.4.1) และบารอมิเตอร์ (ตามขั้นตอน 6.6)

6.2 Inductively Coupled Argon Plasma Spectrometer

Calibration เตรียมสารละลายมาตรฐานตาม 3.5 ให้ทำการปรับเทียบอุปกรณ์ตามขั้นตอนที่แนะนำจากผู้ผลิตโดยใช้สารละลายมาตรฐานเหล่านั้น ให้ตรวจสอบการปรับเทียบความถูกต้องซ้ำโม่งละ 1 ครั้ง ในกรณีที่อุปกรณ์วัดความเข้มข้นได้เกินกว่าร้อยละ 10 ของความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน ต้องทำตามขั้นตอนการปรับเทียบความถูกต้องอย่างสมบูรณ์ ให้ทำการวิเคราะห์แบบ ICP- MS โดยปฏิบัติตามขั้นตอนในวิธีที่ 6020 ใน EPA Publication SW-846 Third Edition (November 1986) รวมถึงฉบับปรับปรุงล่าสุด I, II IIA, IIB และ III ตามที่สอดคล้องในเอกสารอ้างอิงของ Section 60.17(i)

6.3 Atomic Absorption Spectrophotometer

การวิเคราะห์แบบ Direct Aspiration AAS, GFAAS, CVAAS เตรียมสารละลายมาตรฐานตาม 3.5 เพื่อใช้ในการปรับเทียบอุปกรณ์ ขั้นตอนการปรับเทียบความถูกต้องเป็นไปตามที่ระบุในตารางที่ 29-2 และวิธีที่ 7470 ใน EPA Publication SW-846 Third Edition (November 1986) รวมถึงฉบับปรับปรุงล่าสุด I, II IIA, IIB และ III ตามที่สอดคล้องในเอกสารอ้างอิงของ Section 60.17(i) หรือวิธีมาตรฐานสำหรับน้ำและน้ำเสีย วิธีที่ 303F (สำหรับปรอท) ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องสำหรับสารละลายมาตรฐานซ้ำและใช้ค่าเฉลี่ยเพื่อคำนวณกราฟการปรับเทียบความถูกต้องให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องซ้ำ 1 ครั้งทุกๆ ตัวอย่าง 10-12 ตัวอย่าง

วิธีการวิเคราะห์ (Analytical Procedure)

7.1 การวิเคราะห์ตัวอย่าง สำหรับการเก็บตัวอย่างแต่ละครั้งนั้นจะได้ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ 7 ตัวอย่าง โดย 2 ตัวอย่างใช้สำหรับการวิเคราะห์หาค่าปริมาณโลหะทั้งหมด ยกเว้นปรอท และอีก 5 ตัวอย่างใช้สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณปรอท ภาพที่ 29-3 แสดงกลไกการวิเคราะห์และการเตรียมและขวดเก็บตัวอย่างชนิดต่างๆ ดังนี้

29

ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ 2 ตัวอย่างแรกซึ่งปิดฉลากเป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A” และ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B” ซึ่งเป็นตัวอย่างที่ถูกย่อยแล้วจากส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A” นั้นสำหรับการวิเคราะห์แบบ ICAP, ICP-MS หรือ AAS ตามขั้นตอน 7.1.1 และ 7.1.2 ตามลำดับ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B” นั้นสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณปรอทในส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่างตามขั้นตอน 7.1.3

สำหรับตัวอย่างที่ 3-7 เป็นตัวอย่างที่ได้จากส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง โดยตัวอย่างที่ 3 และ 4 ซึ่งปิดฉลากเป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” และ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B” ประกอบด้วยตัวอย่างจาก Impinger ใบที่ 1 ที่ใช้กำจัดความชื้น (ถ้าใช้) และ $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ Impinger ใบที่ 2 และ 3 ซึ่ง “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” นั้นสำหรับการวิเคราะห์แบบ ICAP, ICP-MS หรือ AAS เพื่อหาปริมาณโลหะทั้งหมด ยกเว้นปรอท และตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B นั้นสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณปรอท ในตัวอย่างที่ 5-7 ซึ่งปิดฉลากเป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3A”, “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3B” และ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3C” ตามลำดับ จะประกอบด้วยสารและน้ำล้างจาก Impinger ใบที่ 4 และ $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{KMnO}_4$ Impinger ใบที่ 5 และ 6 ซึ่งใช้สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณปรอทตามขั้นตอน 7.1.3 ปริมาณปรอทที่ได้จากส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่างหาได้จากผลรวมของ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B”, “ตัวอย่างวิเคราะห์

ส่วนที่ 3A”, “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3B” และ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3C” สำหรับ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A” และ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” สามารถนำมารวมกันได้ก่อนการวิเคราะห์

7.1.1 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICAP และ ICP-MS ให้วิเคราะห์ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A” และ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” โดย ICAP ซึ่งใช้วิธีที่ 6010 หรือวิธีที่ 200.7 (40 CFR 136 Appendix C) ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องของเครื่อง ICAP และตั้งค่าโปรแกรมการวิเคราะห์ตามขั้นตอนในวิธีที่ 6010 หรือวิธีที่ 200.7 ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนการควบคุมคุณภาพใน 5.2.1 ความยาวคลื่นที่แนะนำสำหรับการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 29-2 ค่าความยาวคลื่นเหล่านี้เป็นตัวแทนของการรวมกันที่ดีที่สุดระหว่าง Specificity และ Potential Detection Limit อาจจะใช้ค่าความยาวคลื่นอื่นได้ถ้าให้ค่า Specificity และ Detection Limit ตามที่ต้องการ และมีเทคนิคการปรับแก้ค่าสำหรับสเปกตรัมที่เป็นตัวรบกวนที่เหมือนกัน เมื่อเริ่มต้นวิเคราะห์ตัวอย่างให้ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมดเพื่อหาค่าปริมาณโลหะทั้งหมด (ยกเว้นปรอท) รวมทั้งเหล็กและอะลูมิเนียม ในกรณีที่มีเหล็กและอะลูมิเนียมในตัวอย่าง จะต้องเจือจางตัวอย่างเพื่อให้ได้ค่าความเข้มข้นไม่เกิน 50 ส่วนในล้านส่วน ทั้งนี้เพื่อลดตัวรบกวนสเปกตรัมจาก As, Cd, Cr และ Pb สำหรับการวิเคราะห์แบบ ICP-MS ให้ทำตามวิธีที่ 6020 ใน EPA Publication SW-846 Third Edition (November 1986) รวมถึงฉบับปรับปรุงล่าสุด I, II IIA, IIB และ III ตามที่สอดคล้องในเอกสารอ้างอิงของ Section 60.17(i)

ข้อควรระวัง : เมื่อทำการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วย HF Matrix ควรใช้ Alumina Torch เนื่องจากตัวอย่างที่ได้จากส่วนครึ่งหน้าทั้งหมดของชุดเก็บตัวอย่างจะประกอบด้วย HF

7.1.2 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS แบบ Direct Aspiration และ/หรือ GFAAS ในกรณีที่วิเคราะห์หาโลหะใน “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A และ 2A” โดยการใช้ GFAAS หรือ Direct Aspiration AAS ให้ใช้ตารางที่ 29-3 เพื่อ

ดูรายละเอียดเทคนิคและขั้นตอนสำหรับการวิเคราะห์หาค่าปริมาณโลหะแต่ละชนิด และวิธีลดสิ่งรบกวนการวิเคราะห์ ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์ตามขั้นตอน 6.3 และควบคุมคุณภาพตามขั้นตอน 5.2.2

7.1.3 การวิเคราะห์ปรอทด้วยเครื่อง CVAAS ให้ทำการวิเคราะห์ “ตัวอย่างวิเคราะห์ 1B, 2B, 3A, 3B และ 3C” แยกกันเพื่อหาค่าปริมาณปรอท โดยใช้ CVAAS ตามวิธีที่ 7470 ใน EPA Publication SW-846 Third Edition (November 1986) รวมถึงฉบับปรับปรุงล่าสุด I, II IIA, IIB และ III ตามที่สอดคล้องในเอกสารอ้างอิงของ Section 60.17 (i) หรือวิธีมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์น้ำและน้ำเสีย (15th Edition) วิธีที่ 303F หรือใช้หมายเหตุ 2 ท้ายวรรคนี้ ให้สร้างกราฟปรับเทียบความถูกต้อง (ตั้งแต่ 0-1,000 นาโนกรัม) ตามที่ระบุในวิธีที่ 7470 หรือวิธีที่ 303F โดยใช้ขวด BOD ขนาด 300 มิลลิลิตรแทนขวดชมพู ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนดังต่อไปนี้สำหรับการวิเคราะห์หาค่าปริมาณปรอทแต่ละครั้ง จากตัวอย่างตั้งต้นแต่ละตัวอย่าง ให้เลือกและบันทึกสัดส่วนของตัวอย่างตั้งแต่ 1-10 มิลลิลิตร ในกรณีที่ไม่ทราบปริมาณของปรอทที่คาดว่าจะมีอยู่ในตัวอย่าง แนะนำให้ใช้สัดส่วนของตัวอย่าง 5 มิลลิลิตร แล้วเจือจางให้ได้ 100 มิลลิลิตร (ให้ดูข้อควรระวัง 1 ท้ายข้อนี้) ปริมาณปรอทในตัวอย่างที่แบ่งออกมาไม่ควรเกิน 1 ไมโครกรัม และอยู่ในช่วง (0-1,000 นาโนกรัม) ของกราฟปรับเทียบความถูกต้อง ใส่ตัวอย่างที่แบ่งออกมาลงในขวด BOD ขนาด 300 มิลลิลิตรแยกต่างหาก และเติมน้ำเพื่อให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายสำหรับย่อยตัวอย่างและเตรียมตัวอย่างตามขั้นตอนของวิธีที่ 7470 หรือ 303F (ให้ดูข้อควรระวัง 2 ท้ายข้อนี้) ในกรณีที่ค่าสูงสุดที่อ่านได้ไม่อยู่ในช่วงของกราฟปรับเทียบความถูกต้องที่เตรียมไว้ (เนื่องจากปรอทในตัวอย่างที่แบ่งออกมามีค่าความเข้มข้นเกินจากช่วงการปรับเทียบความถูกต้องรวมทั้งกรณีที่ตัวอย่างที่ถูกแบ่งออกมามีค่าความเข้มข้นน้อยใช้เพียง 1 มิลลิลิตร) ให้เจือจางตัวอย่างตั้งต้น (หรือส่วนที่แบ่งออกมา) ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 0.15 (กรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร ต่อสารละลาย 1 ลิตร) เพื่อให้

สัดส่วนที่แบ่งออกมาระหว่าง 1 -10 มิลลิลิตรของตัวอย่างตั้งต้นที่ถูกเจือจางด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้นร้อยละ 0.15 เมื่อนำมาผ่านกระบวนการย่อยและวิเคราะห์ตามขั้นตอนข้างต้น จะส่งผลให้ได้ผลการวิเคราะห์อยู่ภายในช่วงของกราฟเปรียบเทียบความถูกต้องได้

ข้อควรระวัง 1 : ในกรณีที่มีปรอทอยู่ในตัวอย่างที่แบ่งออกมาต่ำกว่า *In-Stack Detection Limit* ที่กำหนดไว้ในตารางที่ 29-1 ให้แบ่งปริมาตรของตัวอย่างออกมา 10 มิลลิลิตรสำหรับการย่อยและวิเคราะห์ตามขั้นตอนข้างต้น

**ตารางที่ 29-1 ค่า In-Stack Detection Limits ($\mu\text{g} / \text{m}^3$)
สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้เครื่อง ICAP, GFAAS และ CVAAS**

Metal	Front – half : Probe and Filter	Back-half: Impingers 1-3	Back-half : Impingers 4-6 ^a	Total Train :
Antimony	¹ 7.7 (0.7)	¹ 3. 8 (0.4)		¹ 11.5 (1.1)
Arsenic	¹ 12.7 (0.3)	¹ 6.4 (0.1)		¹ 19.1 (0.4)
Barium	0.5	0.3		0.8
Beryllium	¹ 0.07 (0.05)	¹ 0.04 (0.03)		¹ 0.11 (0.08)
Cadmium	¹ 1.0 (0.02)	¹ 0.5 (0.01)		¹ 1.5 (0.03)
Chromium	¹ 1.7 (0.2)	0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)
Cobalt	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)
Copper	1.4	0.7		2.1
Lead	¹ 10.1 (0.2)	¹ 5.0 (0.1)		¹ 15.1 (0.3)
Manganese	¹ 0.5 (0.2)	¹ 0.2 (0.1)		0.7 (0.3)
Mercury	² 0. 06	² 0. 3	² 0. 2	² 0. 56
Nickel	3.6	1.8		5.4
Phosphorus	18	9		27
Selenium	¹ 18 (0.5)	¹ 9 (0.3)		¹ 27 (0.8)
Silver	1.7	0.9(0.7)		2.6
Thallium	¹ 9.6 (0.2)	¹ 4.8 (0.1)		¹ 14.4 (0.3)
Zinc	0.5	0.3		0.8

^aMercury analysis only.

¹Detection limit When analyzed by ICAP or GFAAS as shown in Parentheses (see-Section 11.1.2).

²Detection limit when analyzed by CVAAS, estimated for Back- half and Total Train. See Section 13.2 and 11.1.3.

Note: Actual method in-stack detection limita may vary from these values, as described in Section 13.3.3

ข้อควรระวัง 2 : หรือในกรณีที่สามารถวิเคราะห์ปรอทโดยใช้ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง CVAAS ซึ่งกำหนดโดยผู้ผลิตอุปกรณ์และรวมถึงขั้นตอนการปรับเทียบความถูกต้องและการควบคุมคุณภาพสำหรับอุปกรณ์ของ Leeman Mogel PS200, Perkin Elmer FIAS systems และอุปกรณ์จากผู้ผลิตอื่นที่คล้ายกัน สำหรับขั้นตอนการย่อยและวิเคราะห์ของอุปกรณ์เหล่านี้ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนดังต่อไปนี้ (1) ย่อยตัวอย่างที่แบ่งออกมาโดยใช้สารละลายไฮดรอกซิลเอมีน ไฮโดรเจนคลอไรด์/โซเดียมคลอไรด์ เช่นเดียวกับที่ระบุในหัวข้อย่อยนี้ (อุปกรณ์ของ Leeman Perkin หรือผู้ผลิตอื่นในวรรคนี้เติมสารละลายที่คลอไรด์ที่จำเป็นอัตโนมัติระหว่างการวิเคราะห์หาปรอทแบบอัตโนมัติ) (2) หลังจากที่ทำการย่อยตัวอย่างเสร็จแล้ว ให้วิเคราะห์ตัวอย่างตามขั้นตอนที่ระบุในคู่มือจากผู้ผลิตจะทำให้มีการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ถูกย่อยแล้วซ้ำอัตโนมัติ

ตารางที่ 29-2 ค่าความยาวคลื่นแสงสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICAP

Analyte	Wavelength (nm)
Aluminum (Al)	308.215
Antimony (Sb)	206.833
Arsenic (As)	193.696
Barium (Ba)	455.403
Beryllium (Be)	313.042
Cadmium (Cd)	226.502
Chromium (Cr)	267.716
Cobalt (Co)	228.616
Copper (Cu)	328.754
Iron (Fe)	259.940
Lead (Pb)	220.353
Manganese (Mn)	257.610
Nickel (Ni)	231.604
Phosphorus (P)	214.914
Selenium (Se)	196.026
Silver (Ag)	328.068
Thallium (Tl)	109.864
Zinc (Zn)	213.856

ตารางที่ 29-3 เทคนิคการลดการรบกวนในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS

Metal	Technique	SW - 846 ¹ Method No.	Wavelength (nm)	Cause	Interferences Minimization
Fe	Aspiration	7380	248.3	Contamination	Great care taken to avoid contamination
Pb	Aspiration	7420	283.3	217.0 nm alternate	Background correction required
Pb	Furnace	7421	283.3	Poor recoveries	Matrix modifier, add 10 µl of Phosphorus acid to 1 ml of prepared Sample in sampler cup
Mn	Aspiration	7460	279.5	403.1 nm alternate	Background correction required
Ni	Aspiration	7520	232.0	352.4 nm alternate Fe, Co and Cr	Background correction required Matrix matching or nitrous-Oxide / acetylene flame
Se	Furnace	7740	196.0	Nonlinear response Volatility Adsorption & scatter	Sample dilution or use 352.3 nm line Spike samples and reference materials and add nickel nitrate to minimize volatilization Background correction is required and Zeeman background correction can be useful
Ag	Aspiration	7760	328.1	Adsorption & scatter AgCl insoluble	Background correction is required Avoid hydrochloric acid unless silver is in solution as a chloride complex
Tl	Aspiration	7840	276.8		Sample and standards monitored for aspiration rate
Tl	Furnace	7841	276.8	Hydrochloric acid or chloride	Background correction is required Hydrochloric acid should not be used Background correction is required Verify that losses are not occurring for volatilization by spiked samples suitable matrix modifier
Zn	Aspiration	7950	213.9	High Si, Cu, & P Contamination	Strontium removes Cu and phosphate Great care taken to avoid contamination

8. การวิเคราะห์ข้อมูล และการคำนวณ (Data Analysis and Calculations)

8.1 สัญลักษณ์ที่ใช้ (Nomenclature)

A	=	Analytical Detection Limit มีหน่วยเป็นไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร
B	=	ปริมาตรของของเหลวของตัวอย่างที่ถูกย่อยก่อนแบ่งส่วนสำหรับการวิเคราะห์ มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร
C	=	ปริมาตรตัวอย่างอากาศเสียจากปล่อง มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เมตรที่สภาวะมาตรฐานแห้ง
C_{a1}	=	ความเข้มข้นของโลหะในตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A ที่อ่านได้จากกราฟปรับเทียบมาตรฐาน มีหน่วยเป็นไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร
C_{a2}	=	ความเข้มข้นของโลหะในตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A ที่อ่านได้จากกราฟปรับเทียบมาตรฐาน มีหน่วยเป็นไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร
C_s	=	ความเข้มข้นของโลหะในอากาศเสียจากปล่อง มีหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เมตร ที่สภาวะมาตรฐานแห้ง
D	=	In-Stack Detection Limit มีหน่วยเป็นไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เมตร
F_a	=	Aliquot Factor มีค่าเท่ากับปริมาตรของตัวอย่างส่วนที่ 2 หารด้วยปริมาตรตัวอย่างส่วนที่ 2A
F_d	=	Dilution Factor มีค่าเท่ากับค่าผกผันของสัดส่วนของความเข้มข้นของตัวอย่างที่นำมาเจือจางให้ได้ปริมาตรที่จะนำมาวิเคราะห์กับเครื่องมือเพื่ออ่านค่า C_{a1} (ตัวอย่างเช่น ถ้าสัดส่วนของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ถูกนำมาเจือจางให้ได้ปริมาตรที่ 10 มิลลิลิตร เพื่อให้ค่าที่อ่านได้อยู่ในช่วงของกราฟ

- ปรับเทียบมาตรฐาน ดังนั้น $F_d = 5$)
- Hg_{bh} = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- Hg_{bh2} = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในตัวอย่างส่วนที่ 2 มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $Hg_{bh3 (A,B,C)}$ = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในตัวอย่างส่วนที่ 3A, 3B และ 3C มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- Hg_{bhb} = ค่า Blank Correction สำหรับมวลของปรอทที่ตรวจพบในแบลงค์ สารเคมีที่ใช้ในภาคสนามในส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- Hg_{fh} = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง (ตัวอย่างส่วนที่ 1) มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- Hg_{fthb} = ค่า Blank Correction สำหรับมวลของปรอทที่ตรวจพบในแบลงค์ สารเคมีที่ใช้ในภาคสนามในส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- Hg_t = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- K_4 = 10^{-3} มิลลิกรัมต่อไมโครกรัม
- M_{bh} = มวลรวมของโลหะแต่ละชนิด (ยกเว้นปรอท) ที่เก็บได้ในส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง (ตัวอย่างส่วนที่ 2) มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- M_{bhb} = ค่า Blank Correction สำหรับมวลของโลหะแต่ละชนิดที่ตรวจพบในแบลงค์สารเคมีที่ใช้ในภาคสนามในส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- M_{fh} = มวลรวมของโลหะแต่ละชนิด (ยกเว้นปรอท) ที่เก็บได้ในส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง (ตัวอย่างส่วนที่ 1) มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- M_{fthb} = ค่า Blank Correction สำหรับมวลของโลหะแต่ละชนิด

- ที่ตรวจพบในแปลงค์ สารเคมีที่ใช้ในภาคสนามในส่วน
ครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- M_t = มวลรวมของโลหะแต่ละชนิดที่เก็บได้จากชุดเก็บตัวอย่าง
มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- Q_{bh2} = ปริมาณปรอท มีหน่วยเป็นไมโครกรัม ซึ่งเป็นปริมาณ
รวมของปรอทในส่วนแบ่งของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่
2B ที่นำมาย่อยและวิเคราะห์
(หมายเหตุ: ตัวอย่างเช่น ถ้าแบ่งส่วนของตัวอย่าง
วิเคราะห์ส่วนที่ 2B จำนวน 10 มิลลิลิตร นำมาย่อย
และวิเคราะห์ (ตามข้อ 7.1.3 และหมายเหตุที่ 1 และ
2 ของข้อ 7.1.3) ให้คำนวณและใช้ค่าปริมาณปรอท
รวมในส่วนแบ่งตัวอย่างวิเคราะห์ปริมาตร 10
มิลลิลิตรดังกล่าวเป็นค่า Q_{bh2}
- $Q_{bh3(A,B,C)}$ = ปริมาณปรอท มีหน่วยเป็นไมโครกรัม เป็นปริมาณรวม
ของปรอทในแต่ละส่วนแบ่งของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่
3A, 3B และ 3C ที่นำมาย่อยและวิเคราะห์ (ดูหมายเหตุ
ในข้อ 8.7.1 และ ข้อ 8.7.2 ซึ่งอธิบายการ
คำนวณหาค่า Q)
- Q_{fh} = ปริมาณปรอท มีหน่วยเป็นไมโครกรัม เป็นปริมาณรวม
ของปรอทในส่วนแบ่งของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B
ที่นำมาย่อยและวิเคราะห์
(หมายเหตุ: ตัวอย่างเช่น ถ้าแบ่งส่วนของตัวอย่าง
วิเคราะห์ส่วนที่ 1B จำนวน 10 มิลลิลิตร ที่นำมา
ย่อยและวิเคราะห์ (ตาม 7.1.3 และหมายเหตุที่ 1 และ
2 ของ 7.1.3) ให้คำนวณและใช้ค่าปริมาณปรอทรวม
ในส่วนแบ่งตัวอย่างวิเคราะห์ ปริมาณ 10 มิลลิลิตร
ดังกล่าวเป็นค่า Q_{fh}
- V_a = ปริมาตรรวมของสารละลายตัวอย่างที่ถูกย่อย (ตัวอย่าง

		วิเคราะห์ส่วนที่ 2A) มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ดูข้อ 4.3.4 (1) หรือข้อ 4.3.4 (2) ตามเหมาะสม)
V_{f1B}	=	ปริมาตรส่วนแบ่งของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ที่ถูกวิเคราะห์ มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (หมายเหตุ: ตัวอย่าง เช่น ถ้าตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ถูกแบ่งออกมา 1 มิลลิลิตรเพื่อนำไปเจือจางให้ได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 0.15 ตามที่ระบุในข้อ 7.1.3 เพื่อให้ได้ช่วงการวิเคราะห์ที่เหมาะสม นั่นคือ ปริมาตร 1 มิลลิลิตรของ 50 มิลลิลิตรจะถูกย่อยตามข้อ 7.1.3 และถูกวิเคราะห์ ดังนั้น V_{f1B} จะมีค่าเท่ากับ 0.02 มิลลิลิตร)
V_{f2B}	=	ปริมาตรส่วนแบ่งของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B ที่ถูกวิเคราะห์ มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (หมายเหตุ: ตัวอย่าง เช่น ถ้าตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ถูกแบ่งออกมา 1 มิลลิลิตรเพื่อนำไปเจือจางให้ได้ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 0.15 ตามที่ระบุในข้อ 7.1.3 เพื่อให้ได้ช่วงการวิเคราะห์ที่เหมาะสม นั่นคือ ปริมาตร 5 มิลลิลิตรของ 10 มิลลิลิตรจะถูกวิเคราะห์ ดังนั้น V_{f2B} จะมีค่าเท่ากับ 0.5 มิลลิลิตร)
$V_{f3(A,B,C)}$	=	ปริมาตรส่วนแบ่งของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3A, 3B หรือ 3C ที่ถูกวิเคราะห์ มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ให้ดูหมายเหตุใน 8.7.1 และข้อ 8.7.2 ซึ่งอธิบายการคำนวณ“V”)
$V_{m(std)}$	=	ปริมาตรของตัวอย่างอากาศเสียที่อ่านได้โดยเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง และปรับแก้เป็นที่สภาวะมาตรฐานแห้ง มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เมตร ที่สภาวะมาตรฐานแห้ง

$V_{\text{soln.,1}}$ = ปริมาตรรวมของสารละลายตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1
มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร

$V_{\text{soln.,2}}$ = ปริมาตรรวมของสารละลายตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2
มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร

$V_{\text{soln.,3(A,B,C)}}$ = ปริมาตรรวมของสารละลายตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่
3A, 3B หรือ 3C มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร

8.2 ปริมาตรอากาศแห้ง ให้ใช้ข้อมูลจากการตรวจวัดของวิธีนี้ในการคำนวณ

ค่า $V_{\text{m(std)}}$ ที่สภาวะมาตรฐาน โดยคำนวณตามข้อ 8.3 ของวิธีที่ 5

8.3 ปริมาตรไอน้ำและปริมาณความชื้น ให้ใช้ปริมาตรรวมของไอน้ำควบแน่น

ที่เก็บได้ระหว่างการเก็บตัวอย่าง ในการคำนวณปริมาตรไอน้ำ $V_{\text{w(std)}}$ และปริมาณ
ความชื้น B_{ws} ของอากาศเสียจากปล่อง โดยใช้สมการ 5-2 และ 5-3 ของวิธีที่ 5

8.4 ความเร็วอากาศเสียจากปล่อง ให้ใช้ข้อมูลจากการตรวจวัดของวิธีนี้คำนวณ
ค่าเฉลี่ยความเร็วอากาศเสียจากปล่องโดยใช้สมการ 2-9 ของวิธีที่ 2

8.5 In-Stack Detection Limits ให้ใช้ตารางที่ 29-4 ในการคำนวณค่า
In-Stack Detection Limits และใช้สภาวะตามที่ระบุในข้อ 9.3.1 โดยใช้สมการ
ดังนี้

$$D = A \times \frac{B}{C} \quad \text{สมการ 29-1}$$

8.6 ปริมาณโลหะ (ยกเว้นปรอท) ในตัวอย่างอากาศ

ตารางที่ 29-4 การคำนวณหาค่า In-Stack Detection Limits

Date_____

Train ID_____

DGM Cal.factor_____

Critical orifice ID_____

Dry gas meter		Run number	
		1	2
Final reading.....	m ³ (ft ³)		
Initial reading.....	m ³ (ft ³)		
Difference, V _m	m ³ (ft ³)		
Inlet/outlet temperatures:	°C (°F).....	/	/
Initial.....	°C (°F).....	/	/
	°C (°F).....		
Final.....	min/sec.	/	/
	min.		
Avg. Temperature, t _m			
Time,			
Orifice man. rdg., H...	mm (in.)H ₂ O.....		
Bar. pressure, P _{bar}	mm (in.)Hg.....		
Ambient temperature, t _{amb}	°C (°F).....		
Pump Vacuum.....	mm(in.) Hg.....		
K' factor.....			
Average.....			

29

8.6.1 ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A ให้คำนวณหามวลรวมของโลหะแต่ละชนิด (ยกเว้นปรอท) จากส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง โดยการคำนวณให้คำนวณแยกปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ได้จากตัวอย่างส่วนที่ 1 ของชุดเก็บตัวอย่าง โดยใช้สมการดังนี้

$$M_{fh} = C_{a1} F_d V_{\text{soln},1} \quad \text{สมการ 29-2}$$

หมายเหตุ : ถ้านำตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A และ 2A มารวมเข้าด้วยกัน ให้รวมกันด้วยสัดส่วนที่เหมาะสม และให้เปลี่ยนแปลงค่าที่เหมาะสมในสมการ 29-2 ถึง 29-4

8.6.2 ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A ให้คำนวณหามวลรวมของโลหะแต่ละชนิด (ยกเว้นปรอท) จากส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง โดยการคำนวณให้คำนวณแยกปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ได้จากตัวอย่างส่วนที่ 2 ของชุดเก็บตัวอย่าง โดยใช้สมการดังนี้

$$M_{bh} = C_{a2} F_a V_a \quad \text{สมการ 29-3}$$

8.6.3 มวลรวมของโลหะ (ยกเว้นปรอท) จากชุดเก็บตัวอย่าง ให้คำนวณหามวลรวมของโลหะแต่ละชนิด โดยใช้สมการดังนี้

$$M_t = (M_{fh} - M_{fhh}) + (M_{bh} - M_{bhb}) \quad \text{สมการ 29-4}$$

หมายเหตุ : ถ้าค่า M_{fhh} มีค่าอยู่ในช่วง 0.0 ถึง “A” ไมโครกรัม (โดยที่ “A” เท่ากับค่าที่ได้จากการคูณ 1.4 ไมโครกรัมต่อตารางนิ้ว ด้วยค่าพื้นที่ของแผ่นกระดาษกรองที่ใช้เก็บตัวอย่างจริง) ให้ใช้ค่า M_{fhh} ในการปรับแก้ค่า M_{fh} แต่ถ้า M_{fhh} มีค่าเกิน “A” ไมโครกรัม ให้ใช้ค่าตาม (1) หรือ (2) โดยให้เลือกค่าที่มากกว่ามาใช้ในการคำนวณ

(1) “A” ไมโครกรัม

(2) ค่าใดค่าหนึ่งที่มีค่าน้อยกว่าระหว่าง (a) M_{fh} หรือ (b) ร้อยละ 5 ของค่า M_{fh}

ถ้า M_{bhb} มีค่าอยู่ในช่วง 0.0-1 ไมโครกรัม ให้ใช้ค่า M_{bhb} (Back-Half) ในการปรับแก้ค่า M_{bh} แต่ถ้า M_{bhb} มีค่าเกิน 1 ไมโครกรัม ให้ใช้ค่าตาม

(1) หรือ

(2) โดยให้เลือกค่าที่มากกว่ามาใช้ในการคำนวณ

(1) 1 ไมโครกรัม

(2) ค่าใดค่าหนึ่งที่มีค่าน้อยกว่าระหว่าง (a) M_{bhb} หรือ (b) ร้อยละ 5

ของค่า M_{bh}

8.7 ปริมาณปรอท ในตัวอย่าง

8.7.1 ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ให้คำนวณหาผลรวมของปรอทจากตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ที่ได้จากส่วนครึ่งแรก (Front-Half) ของชุดเก็บตัวอย่าง โดยใช้สมการดังนี้

$$Hg_{fh} = \frac{Q_{fh} (V_{soln,1})}{V_{f1B}} \quad \text{สมการ 29-5}$$

8.7.2 ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B, 3A, 3B และ 3C ให้คำนวณหาผลรวมของปรอทที่ได้จากส่วนครึ่งหลัง (Back-Half Hg) ของชุดเก็บตัวอย่าง

(1) คำนวณหาปริมาณปรอทในตัวอย่างส่วนที่ 2 โดยใช้สมการ 29-6

$$Hg_{bh2} = \frac{Q_{bh2} (V_{soln,2})}{V_{f2B}} \quad \text{สมการ 29-6}$$

(2) คำนวณหาปริมาณปรอทในตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3A, 3B และ 3C ที่เก็บได้จากส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง โดยใช้สมการ 29-7

$$\frac{\text{Hg}_{\text{bh}3(\text{A,B,C})}}{V_{\text{f}3(\text{A,B,C})}} = \frac{Q_{\text{bh}3(\text{A,B,C})}}{V_{\text{soln},3(\text{A,B,C})}} \quad \text{สมการ 29-7}$$

(3) คำนวณหาปริมาณปรอทรวมทั้งหมดที่เก็บได้จากส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่างทั้งหมด โดยใช้สมการ 29-8

$$\text{Hg}_{\text{bh}} = \text{Hg}_{\text{bh2}} + \text{Hg}_{\text{bh3A}} + \text{Hg}_{\text{bh3B}} + \text{Hg}_{\text{bh3C}} \quad \text{สมการ 29-8}$$

8.7.3 ปริมาณปรอทรวมทั้งหมดของชุดเก็บตัวอย่าง โดยใช้สมการ 29-9

$$\text{Hg}_t = (\text{Hg}_{\text{fh}} - \text{Hg}_{\text{fhb}}) + (\text{Hg}_{\text{bh}} - \text{Hg}_{\text{bhb}}) \quad \text{สมการ 29-9}$$

หมายเหตุ: ถ้าค่า $(\text{Hg}_{\text{fhb}} + \text{Hg}_{\text{bhb}})$ มีค่าอยู่ในช่วง 0.0-0.6 ไมโครกรัม ให้ใช้ค่ารวมผลดังกล่าวในการปรับแก้ค่าปรอทในตัวอย่าง $(\text{Hg}_{\text{ft}} + \text{Hg}_{\text{bh}})$ แต่ถ้าค่ารวมดังกล่าวมีค่าเกิน 0.6 ไมโครกรัม ในการปรับแก้ค่าปรอทในตัวอย่าง ให้เลือกใช้ค่าตาม (1) หรือ (2) โดยให้เลือกค่าที่มากกว่ามาใช้ในการคำนวณ

(1) 0.6 ไมโครกรัม

(2) ค่าใดค่าหนึ่งที่น้อยกว่าระหว่าง (a) ค่า $(\text{Hg}_{\text{fhb}} + \text{Hg}_{\text{bhb}})$ หรือ (b) ร้อยละ 5 ของค่า $(\text{Hg}_{\text{fh}} + \text{Hg}_{\text{bh}})$

8.8 ความเข้มข้นของโลหะแต่ละชนิดในอากาศเสีย ให้คำนวณโดยปรับเป็น
ที่สภาวะมาตรฐานแห้ง โดยใช้สมการ 29-10

$$C_s = \frac{K_4 M_t}{V_{m(std)}}$$

สมการ 29-10

8.9 ค่าเบี่ยงเบนจากไอโซไคนดิกและผลที่ยอมรับได้ คำนวณเช่นเดียวกับ
8.11 ของวิธีที่ 5

9. คุณลักษณะของวิธีการตรวจวัด (Method Performance)

29

9.1 ช่วงการตรวจวัด (Range) วิธีนี้สามารถใช้วิเคราะห์ตัวอย่างอากาศที่มี
ค่าความเข้มข้นของโลหะในสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ขั้นตอนสุดท้ายอยู่ใน
ช่วงนาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ถึงไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับกรณีที่ความเข้มข้น
ของ As, Cr หรือ Pb มีค่ามากกว่า 50 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ควรเจือจาง
สารละลายจนมีค่าเท่ากับหรือต่ำกว่าสำหรับการวิเคราะห์สุดท้าย ส่วนกรณีที่
ความเข้มข้นของ Cd มีค่ามากกว่า 20 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ควรเจือจาง
สารละลายจนถึงระดับดังกล่าวก่อนการวิเคราะห์

9.2 ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Analytical Detection Limit)

9.2.1 ค่า Analytical Detection Limit ของ ICAP สำหรับสารละลาย
ตัวอย่าง (ตาม SW-846 วิธีที่ 6010) มีค่าประมาณดังนี้ Sb (32 นาโนกรัมต่อ
มิลลิลิตร) As (53 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Ba (2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Be (0.3
นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Cd (4 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Cr (7 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร)
Co (7 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Cu (6 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Pb (42 นาโนกรัม

ต่อมิลลิลิตร) Mn (2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Ni (15 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) P(75 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Se (75 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Ag (7 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) TI (40 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) และ Zn (2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) สำหรับค่า Analytical Detection Limit ของ ICP-MS (ตาม SW-846 วิธีที่ 6020) โดยปกติจะมีค่าต่ำกว่าประมาณ 10 เท่าหรือมากกว่า ส่วนค่า Analytical Detection Limit ของ Be จะมีค่าต่ำกว่า 3 เท่า อย่างไรก็ตาม ค่า Analytical Detection Limit ของตัวอย่างจริงจะขึ้นอยู่กับตัวอย่างและอาจเปลี่ยนแปลงตาม Sample Matrix

9.2.2 ค่า Analytical Detection Limit ของเครื่อง Direct Aspiration AAS สำหรับสารละลายตัวอย่าง (ตาม SW-846 วิธีที่ 7000 series) มีค่าประมาณดังนี้ Sb (200 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) As (2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Ba (100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Be (5 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Cd (5 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Cr (50 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Co (50 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Cu (20 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Pb (100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Mn (10 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Ni (40 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Se (2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Ag (10 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) TI (100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) และ Zn (5 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร)

9.2.3 ค่า Analytical Detection Limit ของเครื่อง CVAAS สำหรับวิเคราะห์ปรอท (ปริมาตรรวมหลังจากการย่อยของสารละลายส่วนที่นำไปวิเคราะห์หาค่าปรอท) มีค่าประมาณ 0.02-0.2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ขึ้นอยู่กับชนิดของอุปกรณ์ที่ใช้ของเครื่อง CVAAS

9.2.4 ค่า Analytical Detection Limit ของเครื่อง GFAAS มีค่าดังนี้ Sb (3 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) As (1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Be (0.2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Cd (0.1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Cr (1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Co (1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Pb (1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) Se (2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) และ TI (1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร)

9.3 In-Stack Detection Limit

9.3.1 สำหรับการวางแผนการทดสอบเพื่อหาค่า In-Stack Detection Limit สามารถใช้ข้อมูลดังต่อไปนี้ (1) ขั้นตอนที่ระบุในวิธีนี้ (2) ค่า Analytical Detection Limit ที่ระบุใน 9.2 และ SW-846 (3) ปริมาตรปกติที่ 300 มิลลิลิตร (ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1) สำหรับส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่างและปริมาตรที่ 150 มิลลิลิตร (ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A) สำหรับส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง และ (4) ปริมาตรของอากาศเสียจากปล่องที่ 1.25 ลูกบาศก์เมตร ค่า In-Stack Detection Limit แสดงดังตารางที่ 29-1 และคำนวณได้โดยใช้สมการ 29-1 ตาม 8.5

9.3.2 เพื่อให้มั่นใจว่าการวิเคราะห์มีความถูกต้องที่สุด ความเข้มข้นของสารโลหะในสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ควรจะเท่ากับอย่างน้อย 10 เท่าของ Analytical Detection Limit ของโลหะชนิดนั้นๆ ภายใต้สภาวะที่แน่นอนและความระมัดระวังในการวิเคราะห์ ค่าความเข้มข้นอาจจะเท่ากับ 3 เท่าของ Analytical Detection Limit ของโลหะชนิดนั้นๆ ได้อย่างน้อยในการเก็บตัวอย่าง 1 ครั้ง และสำหรับโลหะแต่ละชนิดที่ถูกวิเคราะห์ ให้ปฏิบัติอย่างใดอย่างหนึ่งดังนี้ ทำการวิเคราะห์ซ้ำ, Method of Standard Additions, Serial Dilution หรือ Matrix Spike Addition เป็นต้น เพื่อที่จะเก็บเป็นบันทึกของคุณภาพของข้อมูล

9.3.3 Actual In-Stack Method Detection Limits ได้มาจากตัวแปรของการเก็บตัวอย่างจริง และผลการวิเคราะห์ตามที่ระบุข้างต้นในกรณีที่เป็นค่า In-Stack Method Detection Limits สามารถปรับปรุงได้จากตาราง 29-1 สำหรับการทดสอบเฉพาะ โดยการเพิ่มปริมาตรของอากาศเสียที่เก็บได้ หรือลดปริมาตรรวมของตัวอย่างที่ถูกย่อย หรือปรับปรุงค่า Analytical Detection Limit หรือการผสมจากทั้ง 3 วิธี ในกรณีที่ค่าปริมาณปรอทต่ำมากๆ อาจจะเพิ่มปริมาตรของสัดส่วนที่จะนำไปย่อยและวิเคราะห์ได้มากถึง 10 มิลลิลิตร ดังนั้นจะปรับค่า In-Stack Detection Limit โดย Factor เท่ากับ 10 เมื่อเทียบกับขนาดของสัดส่วนปริมาตร 1 มิลลิลิตร

(1) โดยปกติการเก็บตัวอย่าง 1 ชั่วโมงจะได้ปริมาตรของอากาศเสียเท่ากับ 1.25 ลูกบาศก์เมตร ถ้าเพิ่มเป็น 4 ชั่วโมงจะได้ 5 ลูกบาศก์เมตร ดังนั้น ค่า Factor ของ In-Stack Detection Limit จะดีขึ้น 4 เท่า เมื่อเทียบกับค่าในตาราง 29-1

(2) ค่า In-Stack Detection Limit มีสมมติฐานว่าตัวอย่างทั้งหมดถูกย่อยและปริมาตรของของเหลวสุดท้ายสำหรับการวิเคราะห์มีค่าเท่ากับ 300 มิลลิลิตร สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1 และเท่ากับ 150 มิลลิลิตร สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A ดังนั้น ถ้าลดปริมาตรของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1 จาก 300 เป็น 30 มิลลิลิตร ค่า Factor ของ In-Stack Detection Limit เท่ากับ 10 และถ้าปริมาตรของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A จาก 150 เป็น 25 มิลลิลิตร ค่า Factor ของ In-Stack Detection Limit เท่ากับ 6 การทำ Matrix Effect Checks มีความจำเป็นสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างและมีความสำคัญกับตัวอย่างที่ถูกเจือจางความเข้มข้นให้น้อยกว่าความเข้มข้นเริ่มต้นมาก เช่น การลดปริมาตรของส่วนที่ใช้ในการวิเคราะห์ส่วนที่ 1 และ 2A ให้ได้ปริมาตรที่น้อยกว่า 30 และ 25 มิลลิลิตร ตามลำดับ จะรบกวนการละลายส่วนที่ค้างและสามารถเพิ่มการรบกวนโดยสารประกอบอื่นๆ ในระดับที่รับไม่ได้

(3) ในกรณีที่ใช้ข้อ (1) และ (2) พร้อมกันในตัวอย่างเดียวกัน ค่า Factor ที่ได้จะเป็นผลลัพธ์จากการคูณค่า Factor จากข้อ (1) และ (2) ยกตัวอย่างเช่น การเพิ่มปริมาตรอากาศเสียโดยใช้ Factor เท่ากับ 4 และการลดปริมาตรของของเหลวรวมที่นำไปย่อยของทั้งตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1 และ 2A โดยใช้ Factor เท่ากับ 6 ดังนั้น Factor สุดท้ายของ In-Stack Detection Limit คือ 24

9.4 ความแม่นยำ (Precision) หรือค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Deviation) สำหรับโลหะแต่ละชนิดซึ่งได้จากวิธีการทดสอบโดยใช้เตาเผาขยะมูลฝอย เป็นดังนี้ Sb (ร้อยละ 12.7), As (ร้อยละ 13.5), Ba (ร้อยละ 20.6), Cd (ร้อยละ 11.5), Cr (ร้อยละ 11.2), Cu (ร้อยละ 11.5), Pb

(ร้อยละ 11.6), P (ร้อยละ 14.6), Se (ร้อยละ 15.3), TI (ร้อยละ 12.3) และ Zn (ร้อยละ 11.8) ค่าความแม่นยำของ Ni เท่ากับร้อยละ 7.7 ได้จากการทดสอบที่ Source Simulator ส่วน Be, Mn และ Ag ไม่พบในการทดสอบ อย่างไรก็ตาม ถ้าค่า Analytical Detection Limit ของเครื่อง ICAP สำหรับโลหะเหล่านี้ มีค่าใกล้เคียงกัน จะใช้ค่าความแม่นยำเดียวกันได้

10. การรายงานผล (Reporting)

29

การรายงานผลการหาปริมาณการระบายโลหะจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่ตามที่กำหนดไว้ในประกาศนี้ ให้จัดทำรายงานตามแบบและมีรายละเอียดไม่น้อยกว่าที่กำหนดไว้ ดังนี้

10.1 ผลการชักตัวอย่างอากาศ

10.1.1 ข้อมูลภาคสนามในการเก็บตัวอย่างฝุ่นละอองให้ใช้แบบ คพ. 29-1

10.2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณฝุ่นละอองและปริมาณความชื้น ให้ใช้รายงานตามแบบในวิธีที่ 5 ดังนี้

10.2.1 ผลการชั่งน้ำหนักให้ใช้แบบ คพ. 29-1

10.2.2 ผลการหาปริมาณฝุ่นละอองและปริมาณความชื้นให้ใช้แบบ คพ. 29-1

10.3 ผลการเปรียบเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์ตรวจวัด

10.3.1 ข้อมูลการเปรียบเทียบความถูกต้องของระบบเครื่องตรวจวัด
ให้ใช้แบบ คพ.5-2

10.3.2 ข้อมูลการเปรียบเทียบความถูกต้องของเครื่องตรวจวัดปริมาตร
อากาศแห้งให้ใช้แบบ คพ.5-3

10.3.3 ข้อมูลในการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์ K' ให้ใช้ แบบ คพ.5-4

10.3.4 ข้อมูลในการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์ Y ของเครื่องวัดปริมาตร
อากาศแห้งให้ใช้แบบ คพ.5-5

ตารางที่ 29-3 เทคนิคการลดการรบกวนในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS (ต่อ)

Metal	Technique	SW - 846 ¹ Method No.	Wavelength (nm)	Cause	Interferences
Sb	Aspiration	7040	217.6	1000 mg/ ml Pb, Ni, Cu, or Acid	Use secondary wavelength of 231.1 nm ; match Sample & standards acid concentration or Use nitrous oxide/acetylene flame
Sb As	Furnace Furnace	7041 7060	217.6 193.7	High pb Arsenic Volatilization	Secondary wavelength or Zeeman correction Spike samples and add nickel nitrate Solution to digestates prior to analysis Use Zeeman background correction
Ba	Aspiration	7080	553.6	Aluminum Calcium	High hollow cathode current and narrow band Set
Be	Aspiration	7090	234.9	Barium Ionization	2 ml of KCl Per 100 ml of sample
Be	Furnace	7091	234.9	500 ppm Al High Mg and Si Be in optical Path	ADD 0.1% fluoride Optimize parameters to minimize effects
Cd	Aspiration	7130	228.8	Absorption and Light Scattering	Background correction is required
Cd	Furnace	7131	228.8	As above Excess Chloride Pipet Tips	As above Ammonium phosphate used as a matrix Modifier Use cadmium-free tips
Cr	Aspiration	7190	357.9	Alkali metal	KCl ionization suppressant in samples and Standards—Consult mfgs' literature Use Method of Standard Additions
Co	Furnace	7201	240.7	Excess Chloride	All calcium nitrate for a known constant Effect and to eliminate effect of phosphate Consult manufacturer' s manual
Cr	Furnace	7191	357.9	200 mg/L Ca And P	
Cu	Aspiration	7210	324.7	Absorption and Scatter	

เอกสารอ้างอิง

United State Environmental Protection, 1995. Code of Federal Regulation 40 PART 60, Protection of Environment, US

United State Environmental Protection, 2001. Code of Federal Regulation 40 PART 60 (Appendices) Protection of Environment, US

United State Environmental Protection, 2004. Code of Federal Regulation 40 PART 60 (Appendices) Protection of Environment, US

United State Environmental Protection, 2005. Test Method and Performance Specifications <http://www.epa.gov/ttn/emc/>, US

United State Environmental Protection, 2019. Emc Promulgated Test Methods <https://www.epa.gov/emc/>, US



กรมควบคุมมลพิษ กระทรวงทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม

92 ซ.พหลโยธิน 7 ถ.พหลโยธิน พญาไท กรุงเทพฯ 10400

โทรศัพท์ 0 2298 2300 โทรสาร 0 2298 5385

www.pcd.go.th

กรมควบคุมมลพิษ กระทรวงทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม เป็นเจ้าของกรรมสิทธิ์ และมีสิทธิ์ในเอกสารฉบับนี้