



กรมควบคุมมลพิษ  
POLLUTION CONTROL DEPARTMENT

คู่มือการตรวจวัดมลพิษทางอากาศจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสีย ฉบับที่ 2

ISBN 974-9879-57-0 คพ. 03-071

# คำนำ

โรงงานอุตสาหกรรมหรือสถานประกอบการอุตสาหกรรมจัดเป็นแหล่งกำเนิดที่มีการระบายมลพิษหลายชนิดออกสู่สิ่งแวดล้อม การตรวจวัดคุณภาพอากาศจากปล่องระบายอากาศเสียของโรงงานอุตสาหกรรม จึงเป็นวิธีการที่ใช้ในการติดตามตรวจสอบและควบคุมการระบายมลพิษให้เป็นไปตามมาตรฐานควบคุมมลพิษจากแหล่งกำเนิด ดังนั้น สำนักจัดการคุณภาพอากาศและเสียง กรมควบคุมมลพิษ จึงได้จัดทำคู่มือวิธีการตรวจวัดมลพิษทางอากาศจากปล่องฉบับที่ 2 ขึ้น เพื่อให้ความรู้และความเข้าใจเกี่ยวกับเทคนิควิธีการตรวจวัดมลพิษทางอากาศที่ระบายออกจากปล่องโรงงานอุตสาหกรรม ได้แก่ สารประกอบอินทรีย์ที่อยู่ในรูปก๊าซ ก๊าซไฮโดรเจนเฮไลด์ (เช่น ไฮโดรเจนคลอไรด์ ไฮโดรเจนฟลูออไรด์ เป็นต้น) นอกจากนี้ยังมีวิธีตรวจวัดสารโลหะหนักจำนวน 17 ชนิด เช่น ตะกั่ว แคดเมียม แมงกานีส ปปรอท และอาเซนิก ฯลฯ โดยอ้างอิงวิธีตรวจวัดตามมาตรฐานสากล วิธีที่ 18 26 และ 29 ขององค์การพิทักษ์สิ่งแวดล้อมแห่งประเทศสหรัฐอเมริกา (United States of Environmental Protection Agency : US.EPA) เพื่อมุ่งเน้นให้หน่วยงานที่เกี่ยวข้องทั้งส่วนราชการและภาคเอกชน ตลอดจนประชาชนผู้สนใจนำไปใช้เป็นแนวทางปฏิบัติในการตรวจวัดสารมลพิษจากปล่องระบายอากาศเสียของโรงงานอุตสาหกรรมดังกล่าวรวมทั้งใช้เป็นวิธีอ้างอิงเพื่อใช้เป็นแนวทางปฏิบัติตามมาตรฐานสากลต่อไป

สำนักจัดการคุณภาพอากาศและเสียง กรมควบคุมมลพิษ หวังเป็นอย่างยิ่งว่าคู่มือการตรวจวัดคุณภาพอากาศจากปล่องโรงงานอุตสาหกรรมเล่มนี้จะช่วยทำให้การปฏิบัติงานด้านการตรวจวัดมลพิษทางอากาศจากปล่องระบายอากาศเสียของโรงงานอุตสาหกรรมมีความถูกต้องและมีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น รวมทั้งเพื่อให้ผลการตรวจวัดมีความถูกต้องและน่าเชื่อถือต่อไป

สำนักจัดการคุณภาพอากาศและเสียง  
กรมควบคุมมลพิษ  
มีนาคม 2549

# สารบัญ

หน้า

- วิธีที่ 18** การตรวจวัดปริมาณการระบายก๊าซสารประกอบอินทรีย์  
จากแหล่งกำเนิดโดยใช้เทคนิค Gas Chromatography  
(Measurement of Gaseous Organic Compound Emissions  
by Gas Chromatography) 1
- วิธีที่ 26** การหาปริมาณการระบายก๊าซไฮโดรเจนเฮไลด์และฮาโลเจน  
จากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่  
(Determination of Hydrogen Halide and Halogen Emissions from  
Stationary Sources) 55
- วิธีที่ 29** การหาปริมาณการระบายโลหะจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสีย  
ของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่  
(Determination of Metal Emissions from Stationary Sources) 79

เอกสารอ้างอิง

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 ดังนั้นผู้วิเคราะห์ควรจะสืบค้นข้อมูลชนิดและความเข้มข้นโดยประมาณของสารประกอบอินทรีย์ที่ถูกระบายจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดล่วงหน้า เนื่องด้วยข้อมูลเหล่านี้จะช่วยให้ผู้ทำการวิเคราะห์สามารถที่จะจัดเตรียม หรือซื้อก๊าซมาตรฐานชนิดต่างๆ เพื่อใช้ในการสอบเทียบความถูกต้องของ GC ภายใต้สภาวะเดียวกันกับตัวอย่างได้ นอกจากนี้ผู้วิเคราะห์ควรพิจารณาถึงความจำเป็นที่จะต้องทำการเจือจางสารตัวอย่างเพื่อป้องกันการเกิดสภาวะอิ่มตัวของเครื่องตรวจวัด (detector saturation) และการกรองก๊าซ (gas stream filtration) เพื่อกำจัดอนุภาคของฝุ่นละออง และป้องกันการควบแน่นของไอน้ำ

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

(2) การตรวจวัดโดยวิธีนี้ให้ดำเนินการโดยผู้มีความรู้ความชำนาญในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Gas Chromatography และการเก็บตัวอย่างอากาศจากปล่อง และควรให้ความสำคัญกับเรื่องความปลอดภัยในกรณีที่ต้องใช้เครื่องมือหรืออุปกรณ์ทำการตรวจวัดในพื้นที่ที่มีความเสี่ยงต่อการเกิดระเบิด

(3) ในกรณีไม่ทราบข้อมูลของสารมลพิษที่ระบายจากแหล่งกำเนิดอุตสาหกรรมที่จะทำการเก็บตัวอย่างโดยวิธีการนี้เลย จะต้องทำการสำรวจเบื้องต้น (Presurvey) ก่อนที่จะทำการตรวจวัดจริง ลักษณะของข้อมูลเบื้องต้นที่ต้องสำรวจ จะเป็นไปตามแบบฟอร์ม คพ. 18-1 ทั้งนี้ข้อมูลบางส่วนสามารถรวบรวมได้จากเอกสารอ้างอิง หรือสอบถามผู้เชี่ยวชาญที่มีประสบการณ์

## 1.2 ขอบเขตของวิธีการ (Applicability)

1.2.1 วิธีนี้สามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณการระบายก๊าซสารประกอบอินทรีย์ หรือก๊าซอินทรีย์ (gaseous organics) จากแหล่งกำเนิดประเภทอุตสาหกรรม

วิธีนี้ไม่สามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณของสารประกอบอินทรีย์ดังต่อไปนี้ (1) สารประกอบโพลีเมอร์ (มีน้ำหนักโมเลกุลสูง) (2) สารประกอบที่สามารถรวมตัวเป็นโมเลกุลขนาดใหญ่ขึ้น (Polymerize) ก่อนจะทำการวิเคราะห์ หรือ (3) สารประกอบที่มีความดันไอต่ำ เมื่ออยู่ภายในปล่องหรืออยู่ภายใต้สภาวะการทำงานของเครื่องมือ

1.2.2 ช่วงค่าความเข้มข้นที่สามารถวิเคราะห์ได้และความไวในการวิเคราะห์ (Range and sensitivity)

ช่วงค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (lower range) จะถูกกำหนดโดยระบบการเตรียมตัวอย่าง (sampling system) อาจนำสารดูดซับ (Absorbent) มาใช้ในการเพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่าง ซึ่งจะทำให้ขีดจำกัดล่าง (lower limit) ในการวิเคราะห์ความเข้มข้นต่ำสุด มีค่าต่ำกว่า 1 ส่วนในล้านส่วน

(ppm) ด้วยการวิเคราะห์โดยตรง (Direct Interface) หรือการวิเคราะห์จากตัวอย่างที่เก็บโดยถุงเก็บตัวอย่างอากาศ ชีตจำกัดบน (upper limit) ในการวิเคราะห์ความเข้มข้นสูงสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (upper limit) จะขึ้นอยู่กับสภาวะอิ่มตัวของเครื่องตรวจวัด (detector saturation) หรือสภาวะที่คอลัมน์ได้รับสารในปริมาณที่มากเกินไป (Column Overloading) ซึ่งชีตจำกัดบนในการวิเคราะห์ความเข้มข้นสูงสุด สามารถขยายขึ้นไปได้ โดยการเจือจางสารตัวอย่างด้วยก๊าซเฉื่อย (inert gas) หรือการใช้ Sampling loop ที่มีขนาดเล็กลง นอกจากนี้ขอบเขตของการวิเคราะห์ความเข้มข้นสูงสุดยังถูกจำกัดด้วยการควบแน่นของสารประกอบที่มีจุดเดือดสูง

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 สามารถกำจัดออกได้ โดยการเลือกใช้คอลัมน์และตัวตรวจวัดที่เหมาะสม หรือโดยการเปลี่ยนค่า Retention time ด้วยการปรับอัตราการไหลของก๊าซในคอลัมน์ และการทำโปรแกรมอุณหภูมิ (Temperature Programming)

การตรวจเช็คระบบการวิเคราะห์เพื่อยืนยันว่าปราศจากการปนเปื้อนของสารต่างๆ โดยการวิเคราะห์แบลงค์ (Blank) เป็นประจำ ซึ่งแบลงค์จะประกอบไปด้วยอากาศที่ปราศจากสารไฮโดรคาร์บอน หรือก๊าซไนโตรเจนที่มีความบริสุทธิ์สูง

การปนเปื้อนระหว่างการวิเคราะห์ตัวอย่าง อาจเกิดขึ้นได้ เมื่อทำการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีความเข้มข้นสูงและความเข้มข้นต่ำ หรือก๊าซมาตรฐาน

สลับกันไป ซึ่งการแก้ไขปัญหาคือที่ดีที่สุด ก็คือการไล่ก๊าซตัวอย่างที่ตกค้างภายใน Sample Loop ด้วยอากาศที่สะอาดหรือก๊าซไนโตรเจนที่มีความบริสุทธิ์สูง ระหว่างการวิเคราะห์แต่ละตัวอย่าง

เพื่อให้การตอบสนองของเครื่องตรวจวัด (Detector Response) มีความแน่นอนและสม่ำเสมอ ก๊าซสำหรับการเปรียบเทียบจะต้องเก็บในอากาศแห้ง (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 ในสภาวะแวดล้อมที่เปลวของก๊าซไฮโดรเจน (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 โดยการทำให้ภาชนะบรรจุถุงเก็บตัวอย่างอากาศ (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 ชุดทำจากเหล็กไร้สนิม

(3) วาล์วแบบเข็ม (Needle Valve) : ใช้สำหรับควบคุมอัตราการไหลของอากาศ

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

(5) หลอดดูดซับชนิดถ่านกัมมันต์ (Charcoal Adsorption Tube) : บรรจุถ่านกัมมันต์ไว้ในภาชนะ โดยมีเยื่อปิดติดตั้งไว้ที่ปลายแต่ละด้าน 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) เริ่มเปิดเครื่องสูบอากาศและปรับแต่งอัตราการไหล โดยปริมาตรสุดท้ายของตัวอย่างอากาศที่เก็บโดยประมาณจะเท่ากับ 80 % ของความจุของถุงเก็บตัวอย่าง เปิดไว้ซึ่งระยะเวลาหนึ่งทำการเป่าไล่อากาศที่ติดค้างอยู่ในท่อเก็บตัวอย่างและสายเก็บตัวอย่างหลาย ๆ ครั้งด้วยอากาศภายในปล่อง หลังจากนั้นจึงต่อสายสุญญากาศ เข้ากับภาชนะบรรจุถุงเก็บตัวอย่าง และทำการดูดอากาศออกจากภาชนะบรรจุถุงจนหมด สังเกตได้จากเครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศมีค่าเป็นศูนย์ จากนั้นจึงวางตำแหน่งชุดเก็บตัวอย่างให้พร้อมสำหรับการชักตัวอย่างอากาศ เริ่มทำการเก็บตัวอย่างจริง โดยรักษาอัตราการชักตัวอย่างให้สัมพันธ์กับความเร็วของอากาศภายในปล่อง (Stack Velocity) ข้อควรระวังก็คือ จะต้องกำหนดทิศทางของอากาศที่ผ่านออกจากเครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศแบบโรตารีมิเตอร์ ให้ห่างจากจุดที่มีคนทำงานอยู่ เมื่อการชักตัวอย่างเสร็จสิ้น ปิดเครื่องสูบอากาศ ถอดสายเก็บตัวอย่างออกจากถุงเก็บตัวอย่างและถอดสายสุญญากาศออกจากภาชนะบรรจุถุงเก็บตัวอย่าง บันทึกค่าอุณหภูมิและความดันอากาศภายในปล่อง ค่าอุณหภูมิในบรรยากาศโดยทั่วไป ค่าอัตราการไหลที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง เวลาเริ่มต้นและเวลาสุดท้ายในการเก็บตัวอย่างในอากาศลงในแบบฟอร์มการบันทึกข้อมูล ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในแบบ คพ. 18-2 พยายามหลีกเลี่ยงไม่ให้ถุงเก็บตัวอย่างภายในภาชนะบรรจุสัมผัสกับแสงแดดโดยตรง ควรบันทึกช่วงเวลาของเวลาที่ทำการชักตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิด และการวิเคราะห์ตัวอย่างแล้วจึงทำ Recovery Study ตามวิธีในหัวข้อ 2.3.2

### 2.1.1.2 วิธีการเก็บตัวอย่างโดยใช้เครื่องสูบอากาศโดยตรง (Direct Pump Sampling)

เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.1.1 ยกเว้นตำแหน่งการวางเครื่องสูบลมอากาศและวาล์วแบบเข็ม โดยในวิธีนี้อุปกรณ์ทั้งสองจะวางอยู่ระหว่างท่อเก็บตัวอย่างอากาศ และถุงเก็บตัวอย่างอากาศ เครื่องสูบลมอากาศและวาล์วแบบเข็มต้องทำจากวัสดุเฉื่อย (inert material) ที่ทนทานต่อก๊าซจากปล่องระบายอากาศเสีย ทำการตรวจสอบรอยรั่วของระบบ และไล่ตัวอย่างอากาศที่ติดค้างอยู่ในระบบโดยการแทนที่ด้วยตัวอย่างอากาศภายในปล่อง ก่อนที่จะต่อเชื่อมเข้ากับถุงเก็บตัวอย่างอากาศที่ผ่านการทำสุญญากาศมาแล้ว

2.1.1.3 วิธีการเก็บตัวอย่างโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่างในพื้นที่ที่เสี่ยงต่อการระเบิด (Explosion Risk Area Bag Sampling)

ให้เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.1.1 ยกเว้นการแทนที่เครื่องสูบลมอากาศด้วยระบบถังดูดอากาศ ภาพที่ 18-1ก วิธีการนี้ใช้สำหรับพื้นที่ที่เสี่ยงต่อการเกิดระเบิด อันเนื่องมาจากการใช้เครื่องสูบลมอากาศท่อเก็บตัวอย่างอากาศที่ถูกทำให้ร้อน หรืออุปกรณ์ที่อาจก่อให้เกิดประกายไฟอื่น ๆ

2.1.1.4 วิธีการประยุกต์ในการเก็บตัวอย่างด้วยถุงเก็บตัวอย่าง (Other Modified Bag Sampling) :

ในกรณีที่มีการควบแน่นของไอน้ำเกิดขึ้นในถุงเก็บตัวอย่าง ขณะที่ทำการเก็บตัวอย่าง และไม่สามารถใช้ระบบการตรวจวิเคราะห์โดยตรง (direct interface system) ได้ การเก็บตัวอย่างทำได้โดยให้ความร้อนแก่ถุงเก็บตัวอย่างอากาศในระหว่างการเก็บตัวอย่าง และรักษาระดับอุณหภูมิไว้ให้คงที่ตลอดเวลาที่ปฏิบัติงาน ทั้งนี้ อาจให้ความร้อนแก่ภาชนะที่บรรจุถุง จนถึงอุณหภูมิประมาณ  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  (+/-  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) แล้วขนย้ายถุงเก็บตัวอย่างไปยังบริเวณที่จะทำการวิเคราะห์ให้เร็วที่สุด หรืออาจหุ้มภาชนะบรรจุด้วยฉนวนกันความร้อน และให้รักษาระดับอุณหภูมิของตัวอย่างไว้จนกว่าจะเริ่มทำการวิเคราะห์ ข้อควรระวังคือระบบการให้ความร้อนและการควบคุมระบบให้ความร้อนที่ใช้แผงวงจรอิเล็กทรอนิกส์จะต้องมีความปลอดภัยเพียงพอสำหรับการทำงานในพื้นที่เสี่ยงในแต่ละแห่งนั้น

## 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 และตู้อบที่สามารถตั้งโปรแกรมอุณหภูมิได้ ซึ่งเครื่อง GC ต้องมีความไวในการวิเคราะห์เพียงพอสำหรับสารประกอบที่จะทำการศึกษา

(3) เครื่องสูบลม (Pump) : ต้องมีอัตราการสูบลมอากาศได้ไม่น้อยกว่า 100 มิลลิลิตรต่อนาที (ml/min) เพื่อให้สูบลมอากาศผ่านเข้าสู่ 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 ที่มีความถูกต้องสูงและขนาด 0.5 มิลลิลิตร (ml), 1.0 และ 10 ไมโครลิตร (  $\mu$ 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 ขนาดที่เลือกใช้ขึ้นอยู่กับปริมาตรของตัวอย่าง

(11) เครื่องวัดอัตราการไหลแบบใช้ฟองสบู่ (Soap Film Flow Meter) : ใช้สำหรับวัดอัตราการไหลของก๊าซ

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

(13) เครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง (Dry Gas Meter): ที่ติดตั้งอุปกรณ์วัดความดันและอุณหภูมิ ที่มีความผิดพลาดของกรวัดไม่เกินร้อยละ 2 สำหรับใช้เตรียมก๊าซมาตรฐาน

(14) Midget Impinger และ Hot Plate ใช้สำหรับการเตรียมก๊าซมาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์

(15) ระบบการเจือจาง (Dilution System) : ผ่านการปรับเทียบ และได้รับการติดตั้งตามวิธีการที่ได้รับการยอมรับ

(16) ท่อซักตัวอย่างอากาศ (Sample Probes): ทำจากวัสดุแก้ว Pyrex หรือเหล็กไร้สนิม มีความยาวเพียงพอที่จะยื่นไปถึงจุดกึ่งกลาง (Centroid) ของปล่อง หรือไม่น้อยกว่า 1 เมตร นับจากผนังด้านในของปล่อง

(17) เครื่องวัดความดันบรรยากาศ (Barometer) : ใช้สำหรับวัดความดันบรรยากาศ

#### 2.1.1.5.2 สารเคมี (Reagents)

(1) น้ำกลั่น ที่ปราศจากไอออน (Deionized Distilled Water)

(2) Methylene Dichloride

(3) ก๊าซมาตรฐานสำหรับสอบเทียบ (Calibration Gas) : ก๊าซมาตรฐานแต่ละช่วงความเข้มข้นจะต้องประกอบด้วยสารประกอบทุกตัวที่ต้องการจะวิเคราะห์

(4) สารละลายสารประกอบอินทรีย์ (Organic Compound Solutions): ที่ใช้ในการเตรียมก๊าซมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบต้องมีความบริสุทธิ์อย่างน้อยร้อยละ 99.9 หรือมากที่สุดเท่าที่สามารถจัดหาได้

(5) ตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัด (Extraction Solvents) : ใช้สำหรับสกัดแยกสารตัวอย่างที่ถูกดูดซับอยู่ในหลอดดูดซับก่อนที่จะทำการวิเคราะห์

(6) ก๊าซที่ใช้เป็นเชื้อเพลิง (Fuel Gas) : เลือกใช้ตามข้อกำหนดของบริษัทผู้ผลิตเครื่อง GC

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

(8) ก๊าซสำหรับเปรียบเทียบค่าศูนย์ (Zero Gas) : ให้ใช้อากาศที่ปราศจากสารไฮโดรคาร์บอน หรือใช้ก๊าซไนโตรเจนในการเจือจางสารตัวอย่าง การเตรียม Blank และการเตรียมก๊าซมาตรฐาน

#### 2.1.1.5.3 วิธีการ (Procedure)

(1) กำหนดสภาวะการทำงานของเครื่อง GC ที่เหมาะสม ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 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 ชุด ตามวิธีการที่กล่าวมาแล้วข้างต้น

แล้วจึงทำกราฟมาตรฐานสำหรับปรับเทียบความถูกต้อง (Calibration Curve) ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 4.2

(2) ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างสำหรับตรวจประเมิน (Field audit sample) จำนวน 2 ตัวอย่าง ตามที่กำหนดในหัวข้อ 3.2 โดยการต่อถุงเตดลาร์ ที่บรรจุก๊าซผสมสำหรับตรวจประเมิน เข้ากับ Sample Valve คำนวณผลการวิเคราะห์ จุดบันทึก และรายงานผลแก่ผู้ตรวจประเมิน (Audit Supervisor)

(3) ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิด โดยเชื่อมต่อถุงเก็บตัวอย่างอากาศเข้ากับ Sampling Valve ผ่านทางท่อเทฟลอนที่เตรียมไว้สำหรับถุงแต่ละใบ ทำการวิเคราะห์ถุงเก็บตัวอย่างแต่ละถุง อย่างน้อย 3 ครั้ง บันทึกข้อมูลในการวิเคราะห์ตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในแบบฟอร์ม คพ. 18-4 หากมีปริมาณความเข้มข้นต่ำกว่าที่เครื่องตรวจจับ (detector) จะสามารถวิเคราะห์ได้ ให้ระบุผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องหมาย “N.A.” หลังจากวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมดเสร็จสิ้น ให้ทำการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานในการปรับเทียบความถูกต้องอีกครั้ง เปรียบเทียบผลการตอบสนองของเครื่อง GC ต่อก๊าซมาตรฐานที่ทำการวิเคราะห์ก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ หากโครมาโตแกรมของก๊าซมาตรฐานที่ได้มีความแตกต่างกัน (ค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้กราฟ) มากกว่า 5% ให้ลองวิเคราะห์ช่วงความเข้มข้นอื่นของก๊าซมาตรฐานสำหรับสารนั้นๆ แล้วเตรียมกราฟมาตรฐาน โดยใช้ค่าจากการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานทั้งก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ หากโครมาโตแกรมของก๊าซมาตรฐานแตกต่างกันน้อยกว่าร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้กราฟ ผู้วิเคราะห์อาจใช้แค่เส้นกราฟมาตรฐานของสารใด ๆ ที่เตรียมก่อนที่จะวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ ในการหาความเข้มข้นของสารที่พบในตัวอย่างอากาศที่จะวิเคราะห์

#### 2.1.1.6 การหาปริมาณความชื้นในถุงเก็บตัวอย่าง (Determination of Bag Water Vapor Content)

ทำการตรวจวัดและบันทึกผลของค่าอุณหภูมิและความดันบรรยากาศ บริเวณที่เก็บใกล้ถุงเก็บตัวอย่าง และนำมาคำนวณหาค่าปริมาณไอน้ำ โดยใช้ตาราง

ค่าความดันไอที่อิ่มตัวของน้ำ (Water Saturation Vapor Pressure Table) บันทึกค่าไว้เป็นเลขทศนิยม โดยสมมุติว่าความชื้นสัมพัทธ์ที่สมบูรณ์มีค่าเท่ากับร้อยละ 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 จะต้องทำการตรวจประเมินความถูกต้องของการวิเคราะห์ ตามวิธีในหัวข้อ 3.2 เสียก่อน

2.1.1.8 การคำนวณค่าการระบายสารมลพิษจากแหล่งกำเนิด (Emission Calculations)

จากค่าเฉลี่ยของเส้นกราฟมาตรฐานดังรายละเอียดที่กำหนดไว้ในหัวข้อ 2.1.1.5 ให้เลือกค่า  $C_s$  ที่สอดคล้องกับพื้นที่ใต้กราฟ นำมาคำนวณหาความเข้มข้นของ  $C_c$  ในหน่วยของส่วนในล้านส่วน (ppm) ที่สภาวะแห้ง แยกตามสารอินทรีย์แต่ละชนิด โดยใช้สมการ 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 การเลือกวัสดุขึ้นอยู่กับอุณหภูมิในปล่องระบายอากาศเสีย และความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาของสารที่ต้องการตรวจวัด

ภายในอาคารจุกไว้แล้วเพื่อกรองฝุ่นละอองออกจากตัวอย่างอากาศ บางครั้งอาจจำเป็นต้องให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่างอากาศ ด้วยเทปนำความร้อน (Heating Tape) หรืออุปกรณ์ให้ความร้อนอื่นๆ ที่สามารถรักษาระดับอุณหภูมิของท่อเก็บตัวอย่างอากาศให้มีค่าสูงกว่า  $110^{\circ}\text{C}$  เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการควบแน่นของสารภายในท่อเก็บตัวอย่างอากาศ

(2) สายเก็บตัวอย่างอากาศ (Sample Lines) : ทำจากวัสดุเพฟลอน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 6.4 มิลลิเมตร (mm.) มีระบบให้ความร้อนที่รักษาอุณหภูมิไว้ได้สูงกว่า  $110^{\circ}\text{C}$  เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการควบแน่นของสารภายในสายเก็บตัวอย่างอากาศ

(3) ข้อต่อเร็ว (Quick Connects) : ใช้สำหรับต่อเชื่อมตัวอย่างเข้ากับ Sampling Valve ของเครื่อง GC และเครื่องสูบลมอากาศเพื่อดูดตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิด ใช้ข้อต่อเร็วหรือแบบอื่นที่เหมาะสม สำหรับเชื่อมต่อถึงก๊าซหรืออุปกรณ์บรรจุก๊าซมาตรฐานที่ใช้ในการปรับเทียบความถูกต้องเข้ากับ Sampling Valve บนเครื่อง GC

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

(5) Heated Gas Sampling Valve สำหรับ two-position, six-port design เพื่อให้สามารถไล่อากาศในระบบที่ตักค้างอยู่ด้วยตัวอย่างอากาศหรือดูดตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิดเข้าไปในเครื่อง GC ได้

(6) วาล์วแบบเข็ม (Needle Valve) ใช้สำหรับควบคุมอัตราการเก็บตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิด

(7) เครื่องสูบลมอากาศ (Pump) : แบบ Leakless Teflon-coated diaphragm หรือแบบอื่นที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงกัน มีความสามารถในการสูบลมตัวอย่างอากาศได้อย่างน้อย 1 ลิตร/นาที (liter/min)



(8) เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ (Flowmeter) : มีช่วงการตรวจวัดที่เหมาะสม กับอัตราการเก็บตัวอย่างอากาศ

(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)

ทำการเปรียบเทียบเครื่อง GC ตามวิธีในหัวข้อ 2.1.1.5.3 ส่วนการเก็บตัวอย่างอากาศจากแหล่งกำเนิดนั้น ให้ประกอบอุปกรณ์เก็บตัวอย่างตามรายละเอียดที่กำหนดไว้ในภาพที่ 18-2 ตรวจเช็คให้มั่นใจว่าจุดเชื่อมต่อทุกจุดแน่นไม่มีการรั่วไหล เปิดระบบให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่างอากาศและสายเก็บตัวอย่าง จนกระทั่งอุณหภูมิของอุปกรณ์ทั้งสองสูงถึงค่าที่ต้องการ สังเกตจากค่าที่อ่านได้จากเครื่องตรวจวัดอุณหภูมิ ควบคุมความร้อนที่ให้ เพื่อรักษาอุณหภูมิไว้ที่ระดับสูงกว่า 110 °C ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องของ GC แบบ 3-point calibration โดยการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมแต่ละชุดซ้ำสามครั้ง แล้วสร้างกราฟมาตรฐานของการเปรียบเทียบความถูกต้อง เลื่อนท่อเก็บตัวอย่างอากาศให้อยู่ที่จุดกึ่งกลางปล่อง หรือ ณ จุดที่มีระยะห่างจากผนังปล่องไม่น้อยกว่า 1 เมตร (m) แล้วชักตัวอย่างอากาศจากปล่อง ผ่านท่อเก็บตัวอย่างอากาศเข้าสู่

สายเก็บตัวอย่างที่มีระบบให้ความร้อน และ Sample Loop ทำการไล่อากาศที่ตกค้างอยู่ในระบบออก แล้วจึงทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศด้วยสภาวะการวิเคราะห์เช่นเดียวกันกับการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานผสม เปรียบเทียบผลการตอบสนองของเครื่อง GC ต่อก๊าซมาตรฐานที่ทำกรวิเคราะห์ก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ หากโครมาโตแกรมของก๊าซมาตรฐานที่ได้มีความแตกต่างกัน (ค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้กราฟ) มากกว่า 5 % ให้ลองวิเคราะห์ช่วงความเข้มข้นอื่นของก๊าซมาตรฐานสำหรับสารนั้นๆ ความเข้มข้นของตัวอย่างอากาศจากปล่องให้ระบุโดยเทียบกับเตรียมกราฟมาตรฐานซึ่งจัดทำโดยใช้ค่าจากการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานทั้งก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ หากโครมาโตแกรมของก๊าซมาตรฐานแตกต่างกันน้อยกว่าร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้กราฟผู้วิเคราะห์อาจใช้แค่เส้นกราฟมาตรฐานของสารใดๆ ที่เตรียมก่อนที่จะวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศในการหาความเข้มข้นของสารที่พบในตัวอย่างอากาศที่จะวิเคราะห์ บันทึกข้อมูลการสอบเทียบและข้อมูลที่ต้องการอื่นๆ ในแบบฟอร์มรายงานผล ดังรายละเอียดที่กำหนดไว้ในแบบ คพ. 18-4 โดยไม่ต้องบันทึกข้อมูลในส่วนของการเจือจางก๊าซ

**สิ่งที่ควรระวัง:** 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 US.EPA, 40 CFR Part 60, Appendix A ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้สำหรับวัดปริมาณความชื้นของตัวอย่างอากาศภายในปล่องได้โดยตรง

2.1.2.4 การประกันคุณภาพ (Quality Assurance) : ให้เป็นไปตามรายละเอียดที่กำหนดไว้หัวข้อ 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 วิธีการเก็บตัวอย่างแบบนี้จำเป็นต้องใช้เครื่องสูบอากาศที่มีสมรรถนะสูงขึ้น โดยเครื่องสูบอากาศจะถูกทำให้ร้อน และติดตั้งอยู่ระหว่างสายเก็บตัวอย่างอากาศและระบบทำการเจือจาง

2.1.3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ (Apparatus) : เฉพาะอุปกรณ์ที่จำเป็นต้องใช้เพิ่มเติมจากที่ได้ระบุไว้ในหัวข้อ 2.1.2 มีดังนี้

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

(2) เครื่องสูบอากาศสำหรับการเจือจาง (Dilution Pump) : เป็นแบบ Model A-150 Komhyr Teflon Positive Displacement Type ซึ่งสามารถสูบอากาศได้ในอัตรา 150 มิลลิเมตร/นาที (ml/min) จำนวน 2 ชุด หรือแบบอื่นที่มีคุณสมบัติเทียบเท่า ในบางกรณี อาจใช้เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ (Flowmeter) ที่ผ่านการสอบเทียบความถูกต้องแล้ว ร่วมกับเครื่องสูบอากาศแบบ Teflon-Coated Diaphragm Pump

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

(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) สายเก็บตัวอย่างอากาศที่ถูกร้อน ซึ่งเชื่อมต่อจากท่อเก็บตัวอย่างอากาศ (probe) (2) Gas Sampling Valve (3) ก๊าซมาตรฐานผสมสำหรับการปรับเทียบความถูกต้อง และ (4) สายท่อของก๊าซที่ใช้เจือจาง แผ่นผังแสดงส่วนประกอบต่างๆ และการเชื่อมต่อชุดเก็บตัวอย่างแสดงไว้ในภาพที่ 18-3

ในบางกรณีอาจออกแบบท่อเก็บตัวอย่าง (probe) ให้ติดตั้งอยู่กับชุดกล่องร้อนโดยตรง ซึ่งวิธีนี้ ชุดกล่องร้อนจะมีอุปกรณ์ควบคุมสำหรับระบบให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่าง หรือถ้าชุดกล่องร้อนสามารถวางต่อโดยตรงกับปล่องระบายอากาศที่จะเก็บตัวอย่าง ระบบให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่างอากาศก็อาจไม่จำเป็นต้องใช้ แต่ไม่ว่าจะในกรณีใดก็ตามจะต้องใช้สายเทพล่อนที่มีระบบให้ความร้อนในการเชื่อมต่อระหว่างชุดกล่องร้อนและ Gas Sampling Valve บนเครื่อง GC

**สิ่งที่ควรระวัง :** 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

และโรตารีเตอร์ ให้ความร้อนแก่ท่อเก็บตัวอย่างอากาศ สายเก็บตัวอย่างอากาศ และชุดกล่องร้อน เสียบท่อเก็บตัวอย่างอากาศ และเครื่องตรวจวัดอุณหภูมิไปที่กึ่งกลางของปล่อง หรือจุดที่ห่างผนังของปล่องไม่น้อยกว่า 1 เมตร (ในกรณีที่ปล่องมีเส้นผ่าศูนย์กลางไม่น้อยกว่า 2 เมตร) วัดอุณหภูมิภายในปล่อง และปรับระบบให้ความร้อนทั้งหมดให้ควบคุมอุณหภูมิของชุดเก็บตัวอย่างให้สูงกว่าอุณหภูมิภายในปล่องประมาณ 0-3 °C ถ้าอุณหภูมิที่ตั้งสูงจนอาจเป็นอันตรายต่อส่วนประกอบต่าง ๆ ที่ทำด้วยเพลลอน 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 บันทึกข้อมูลที่ได้ทั้งหมด แล้วรายงานผลต่อผู้ตรวจประเมินความถูกต้อง

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 ไอ่น้ำ ผู้วิเคราะห์อาจจะวาง Midget impinger ในอ่างน้ำแข็ง ไว้ข้างหน้าหลอดดูดซับ 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 :** การตรวจสอบการรั่วไหลภายหลังการเก็บตัวอย่าง (post-test leak-checks) ไม่สามารถทำได้สำหรับวิธีการเก็บตัวอย่างนี้ เนื่องจากอาจทำให้เกิดการปนเปื้อนได้

##### 2.1.4.1 เครื่องมือและอุปกรณ์เพิ่มเติม (Additional Apparatus)

(1) ท่อเก็บตัวอย่างอากาศ (Probe) : ทำจากแก้ว Borosilicate หรือเหล็กไร้สนิม มีเส้นผ่าศูนย์กลางภายในประมาณ 6 มิลลิเมตร (mm.) พร้อมระบบให้ความร้อน ในกรณีที่อาจมีการกลั่นตัวของไอน้ำซึ่งจะก่อให้เกิดปัญหาในการเก็บตัวอย่าง และชุดกรองแบบติดตั้งภายในปล่องหรือภายนอกปล่อง ที่ถูกให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิเท่าภายในปล่อง ใช้สำหรับกรองฝุ่นละอองและอนุภาคต่าง ๆ ออกจากตัวอย่างอากาศ วัสดุที่ใช้ได้แก่ ไกแก้ว (Glass Wool)

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

(3) เครื่องสูบอากาศที่ไม่มีการรั่ว (leakless sample pump) มีระบบควบคุมการไหลของอากาศ มีอัตราการดูดอากาศที่คงที่ โดยใช้ Orifices

(4) เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ (Bubble-Tube Flowmeter) : มีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกิน ร้อยละ  $\pm 1$  ใช้สำหรับเปรียบเทียบความถูกต้องของอัตราการสูบอากาศของเครื่องสูบอากาศ

(5) นาฬิกาจับเวลา (Stop Watch) : ใช้ในการจับเวลาสำหรับการเก็บตัวอย่าง และจับเวลาสำหรับการเปรียบเทียบความถูกต้องของเครื่องสูบอากาศ

(6) หลอดดูดซับ (Absorption Tubes) : บรรจุ precleaned absorbent มวลของสารดูดซับที่บรรจุไว้จะถูกกำหนดโดยปริมาตรของอากาศและความเข้มข้นของสารในปล่อง

(7) เครื่องวัดความดันบรรยากาศ (Barometer) : มีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 5 มิลลิเมตรปรอท (mmHg) ใช้สำหรับตรวจวัดความดันบรรยากาศในระหว่างการเก็บตัวอย่างและการเปรียบเทียบความถูกต้องของเครื่องสูบอากาศ

(8) Rotameter : ที่มีช่วงค่าอยู่ระหว่าง 0 ถึง 100 ซีซี/นาที (cc./min) สำหรับตรวจหาอัตราการไหลของอากาศ ที่เปลี่ยนแปลงไปในช่วงการเก็บตัวอย่าง

#### 2.1.4.2 การเก็บตัวอย่างและการวิเคราะห์ (Sampling and Analysis)

(1) ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องของเครื่องสูบอากาศ และกำหนดอัตราการไหลของอากาศ (ด้วย orifice) ที่ต้องการให้ผ่านหลอดดูดซับ โดย Bubble Tube Flowmeter ก่อนที่จะเริ่มเก็บตัวอย่าง ชุดเก็บตัวอย่างสามารถทำงานเป็นระบบที่หมุนเวียนได้ (recirculating loop) บันทึกค่าของอุณหภูมิและความดันบรรยากาศโดยทั่วไป ในระหว่างที่ทำการเก็บตัวอย่างให้ใช้ Rotameter ตรวจสอบความคงที่ของอัตราการเก็บตัวอย่างโดยเครื่องสูบอากาศ และ orifice

(2) ใช้ท่อเก็บตัวอย่างอากาศ (ในกรณีที่เป็น) เพื่อทำการเก็บตัวอย่างที่ตำแหน่งจุดกึ่งกลางปล่องหรือจุดที่มีระยะห่างจากผนังปล่องไม่น้อยกว่า 1 เมตร พยายามให้สายเก็บตัวอย่างแบบอ่อนที่ติดตั้งอยู่ระหว่างท่อเก็บตัวอย่าง

อากาศ และหลอดดูดซับมีความยาวน้อยที่สุด สามารถติดตั้งหลอดดูดซับต่อเนื่องกันเป็นชุดเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับ (หากจำเป็น) หลอดดูดซับควรจะวางในแนวตั้งตลอดเวลาที่ทำการเก็บตัวอย่าง เพื่อป้องกันการเกิด channeling ส่งผ่านตัวอย่างอากาศเข้าสู่ระบบการเก็บตัวอย่างด้วยแรงดันที่พอเหมาะกับขนาดของ Orifice ที่กำหนดไว้ บันทึกเวลาที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างทั้งหมด อัตราการไหลของตัวอย่าง (หรือจำนวนครั้งของการดึงตัวอย่างอากาศของเครื่องสูบลมอากาศ) แรงดันบรรยากาศ และค่าของอุณหภูมิในบรรยากาศโดยทั่วไปหาปริมาตรของตัวอย่างอากาศทั้งหมดเทียบเคียงกับค่าความเข้มข้นของสารอินทรีย์ระเหยง่ายที่ปรากฏ และนำมาหาค่า Loading Factors (ในหน่วยน้ำหนักสารอินทรีย์ที่เก็บตัวอย่างต่อน้ำหนักของสารที่ใช้ในการดูดซับ) ในบางครั้งอาจจำเป็นต้องวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ เพื่อหาค่าสัดส่วนของปริมาณที่ต้องการก่อนที่จะทำการเก็บตัวอย่างจริง หากในตัวอย่างอากาศมีปริมาณความชื้นมากกว่าร้อยละ 2-3 จะทำให้ความสามารถในการดูดซับลดลงอย่างมาก การทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC ให้เป็นไปตามขั้นตอนที่กำหนดไว้ในคู่มือของบริษัทผู้ผลิต หลังจากสามารถกำหนดสภาวะการวิเคราะห์ที่เหมาะสมที่สุดได้แล้วให้ทำการตรวจสอบและบันทึกสภาวะการทำงานดังกล่าวไว้ตลอดการใช้งาน ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องของเครื่อง วิเคราะห์สารที่ใช้ประเมินความถูกต้อง (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 การพิจารณาว่าการเก็บตัวอย่างโดยใช้หลอดดูดซับและการวิเคราะห์ที่มีความเหมาะสมกับการเก็บตัวอย่างสารใดๆ 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 ใช้อุปกรณ์วัดอัตราการไหลชนิดฟองสบู่ (Bubble-Tube Flowmeter) เพื่อตรวจวัดอัตราการไหลอากาศของเครื่องสูบอากาศ โดย Orifice แบบเดียวกับที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง บันทึกผล หากผลที่ได้มีค่าเปลี่ยนแปลงมากกว่าร้อยละ 5 แต่ไม่เกินร้อยละ 20 ให้ทำการคำนวณค่าเฉลี่ยอัตราการไหลของอากาศสำหรับการเก็บตัวอย่างครั้งนั้น แต่หากผลที่ได้มีค่าการเปลี่ยนแปลงมากกว่าร้อยละ 20 ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องของสูบอากาศซ้ำอีกครั้ง และเริ่มเก็บตัวอย่างใหม่

(4) การคำนวณ (Calculations) : ปรับปริมาตรของตัวอย่างอากาศไปที่สภาวะมาตรฐาน ถ้ามีการใช้ระบบการทำเจือจาง ให้คูณผลการวิเคราะห์ด้วยสัดส่วนการทำเจือจางที่เหมาะสม และควรทำการปรับผลการวิเคราะห์ให้ถูกต้องตามขั้นตอนในหัวข้อ 2.3.3 รายงานผลการวิเคราะห์ในหน่วย ppm โดยปริมาตร ณ สภาวะแห้ง (dry basis)

**2.2 การรายงานผล (Reporting of Results) :** หลังจากการเก็บตัวอย่าง และตรวจวิเคราะห์ภาคสนามเสร็จสิ้นแล้ว ตรวจสอบให้แน่ใจว่าแบบ คพ. ที่ 18-4 ได้รับการกรอกข้อมูลจนมีรายละเอียดครบถ้วนสมบูรณ์ ทำการสรุปข้อมูล ทั้งหมดลงในแบบ คพ. 18-5

**2.3 Recovery Study :** หลังจากสำรวจข้อมูลเบื้องต้น และกำหนดชนิดของสารมลพิษตัวอย่างที่ต้องการจะตรวจวัดแล้ว ให้ทำการทดสอบการ recovery ของสารที่สนใจ บนพื้นฐานของวิธีการเก็บตัวอย่าง 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 เข้าสู่อุปกรณ์เก็บตัวอย่างอากาศ หรือส่วนที่ใกล้เคียงกับปากท่อมากที่สุดและต้องอยู่ก่อนที่จะถึงชุดกรอง จากนั้นทำการปรับเทียบความถูกต้องอีกครั้ง โดยให้ก๊าซปรับเทียบ ความถูกต้อง ผ่านระบบการเก็บตัวอย่างและระบบการวิเคราะห์ทั้งหมด ทำเช่นนี้ซ้ำกัน 3 ครั้ง ค่าเฉลี่ยของการตอบสนองของระบบการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC ต่อก๊าซปรับเทียบความถูกต้อง ซึ่งไหลผ่านท่อเก็บตัวอย่างอากาศและชุดเก็บตัวอย่างทั้งระบบ จะต้องแตกต่างกันไม่เกินร้อยละ 10 หากมีค่าแตกต่างกันเกินเกณฑ์ที่กำหนด ให้ทำการตรวจสอบรอยรั่วของชุดเก็บตัวอย่าง แล้วทำการวิเคราะห์ก๊าซมาตรฐานที่ผ่านระบบการเก็บตัวอย่างซ้ำ จนกว่าจะได้ตามเกณฑ์ที่กำหนด

2.3.2 Recovery study สำหรับการเก็บตัวอย่างโดยถุงเก็บตัวอย่างอากาศ (Recovery Study for Bag Sampling)

2.3.2.1 หากเก็บตัวอย่างโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่างอากาศ และวิธีการวิเคราะห์ตามรายละเอียดที่ระบุในหัวข้อ 2.1.1 หลังจากการวิเคราะห์ตัวอย่างจากถุงเก็บตัวอย่างจำนวน 3 ตัวอย่างเสร็จสิ้น ให้เลือกตัวอย่างมา 1 ถุง ซึ่งตัวอย่างนี้จะใช้เป็น Spiked bag โดย spike สารมาตรฐานที่รู้ค่าความเข้มข้นที่แน่นอนของสารมลพิษที่ต้องการทดสอบ ค่าความเข้มข้นในหน่วย ppm จะต้องมีความอยู่ระหว่างร้อยละ 40 ถึง 60 ของค่าความเข้มข้นเฉลี่ยที่ตรวจพบได้จากตัวอย่างในถุงอากาศ 3 ตัวอย่าง ถ้าผลการวิเคราะห์ไม่พบสารตัวอย่างที่ต้องการจากถุงเก็บตัวอย่างใดๆ ความเข้มข้นของสารที่ต้อง spiked เข้าถุง ต้องมีค่าสูงกว่าขีดจำกัดของการตรวจวัดของสารนั้นๆ (Limit of Detection) ประมาณ 5 เท่า เก็บ spiked bag ไว้ชั่วคราวระยะเวลาหนึ่ง โดยต้องนานพอๆ 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 (โดยการทำซ้ำ 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 ของสารมลพิษที่สนใจในระหว่างการ

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 ก่อนที่จะทำการซักตัวอย่างอากาศ โดยมวลของสารแต่ละชนิดที่เติมเข้าไปจะมีค่าประมาณร้อยละ 40 ถึง 60 ของมวลสารที่คาดว่าจะเก็บสะสมได้ในชุดเก็บตัวอย่างที่เป็น Unspiked train ทำการซักตัวอย่างอากาศเข้าสู่ชุดเก็บตัวอย่างทั้งสองชุดพร้อมๆกัน ทำการวิเคราะห์หลอดที่บรรจุตัวดูดซับ (Absorbent tube) จากชุดเก็บตัวอย่างทั้งสองชุด 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 วิธีการเก็บตัวอย่างดังกล่าวก็ไม่ใช่ที่ยอมรับสำหรับสารที่สนใจ ดังนั้นจึงต้องประเมินเทคนิคการเก็บตัวอย่างโดยวิธีอื่นแทน (โดยการทำซ้ำ recovery study กับเทคนิคการเก็บตัวอย่างวิธีการอื่น) รายงานค่า R ลงในแบบรายงานผลการทดสอบ และทำการปรับผลการวิเคราะห์ภาคสนามให้ถูกต้อง ด้วยค่า R ที่คำนวณได้ โดยใช้สมการในหัวข้อ 6.8

### 3. การควบคุมคุณภาพ (Quality Control)

#### 3.1 มาตรการควบคุมคุณภาพ

หัวข้อ	มาตรการการควบคุมคุณภาพ	ผลกระทบ
2.3.1	Recovery study สำหรับการเก็บตัวอย่างวิเคราะห์โดยตรง	ตรวจสอบให้มั่นใจว่า ไม่มีการรั่วในระบบการเก็บตัวอย่าง
2.3.2	Recovery study สำหรับการเก็บตัวอย่างด้วยถุง	พิสูจน์ให้เห็นว่าวิธีการที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างและวิธีการวิเคราะห์นั้นเหมาะสม
2.3.3	Recovery study สำหรับการเก็บตัวอย่างด้วยหลอดดูดซับ	พิสูจน์ให้เห็นว่าวิธีการที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างและวิธีการวิเคราะห์นั้นเหมาะสม

#### 3.2 การประกันคุณภาพในขั้นตอนการวิเคราะห์ตัวอย่าง

หลังการเตรียมกราฟมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบ ให้ทำการตรวจประเมินความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ (Audit Analysis) ในกรณีที่มีก๊าซสำหรับประเมินความถูกต้อง ตามวิธีการใน 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. การเปรียบเทียบความถูกต้องและการปรับมาตรฐาน (Calibration and Standardization)

### 4.1 สารมาตรฐานสำหรับปรับเทียบ (Calibration Standards)

จัดหาสารมาตรฐานสำหรับสอบเทียบของสารที่สนใจแต่ละชนิด สาร (หรือก๊าซ) มาตรฐานที่มีจำหน่าย (commercial cylinder gases) และมีการรับรองโดยผู้ผลิตว่า มีค่าความถูกต้องอยู่ในช่วงร้อยละ 1 หรือ 2 ของค่าความเข้มข้นที่ระบุไว้ในใบรับรอง ก็ถือว่านำมาใช้ได้ ในบางครั้งผู้ทำการวิเคราะห์อาจนำสาร (หรือก๊าซ) มาตรฐานที่มีค่าความเข้มข้นสูงและผ่านการรับรอง มาใช้โดยเตรียมผ่านระบบการทำเจือจาง ตามวิธีการใน Method 205, 40 CFR Part 51, Appendix M เพื่อจัดเตรียมสารมาตรฐานสำหรับสอบเทียบที่ครอบคลุมช่วงความเข้มข้นต่างๆ 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) แล้วทำการกระตุ่น Sampling loop เพื่อส่งผ่านสารมาตรฐานเข้าสู่คอลัมน์ของเครื่อง GC บันทึกค่าความเข้มข้นของสารมาตรฐาน, Attenuator factor, injection time, chart speed, retention time, peak area, sample loop tem-

perature, column temperature, carrier gas flow rate ให้ทำการวิเคราะห์สารมาตรฐานแต่ละสารซ้ำ 3 ครั้ง

4.2.2 ทำการวิเคราะห์สารมาตรฐานแต่ละตัวในลักษณะเดียวกัน แล้วจึงสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบ โดยการ plot กราฟระหว่างค่าความเข้มข้น ( $C_u$ ) และค่าพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากการปรับเทียบ (calibration area values) ทำการวิเคราะห์ค่าความสัมพันธ์ (regression) แล้วลากเส้น least square line

## 5. วิธีการวิเคราะห์

### (Analytical Procedure)

#### 5.1 การเลือกพารามิเตอร์ของ GC (Selection of GC Parameter)

5.1.1 การเลือกคอลัมน์ (Column Choice) : การเลือกใช้คอลัมน์ที่เหมาะสมจะทำให้สามารถวิเคราะห์ได้อย่างรวดเร็วและได้ผลดี ซึ่งค้นคว้าได้จากเอกสารที่มีการศึกษาเรื่องดังกล่าว หรือติดต่อขอคำแนะนำจากบริษัทผู้ผลิต ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับข้อมูลการผลิตของโรงงาน และการคาดการณ์การระบายนมลสาร

บริษัทผู้ผลิตคอลัมน์สามารถให้คำแนะนำเกี่ยวกับการเลือกคอลัมน์และตัวตรวจวัดที่เหมาะสม สำหรับใช้แยกสารประกอบ รวมทั้งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับสิ่งรบกวนในการวิเคราะห์สภาวะการทำงานที่เหมาะสม และข้อจำกัดของคอลัมน์ได้ด้วย นอกจากนี้โรงงานที่มีห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ ก็สามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับขั้นตอนการวิเคราะห์ที่เหมาะสมได้ด้วย

5.1.2 การปรับ GC เบื้องต้น (Preliminary GC Adjustment) : ให้ใช้สารมาตรฐานและคอลัมน์ที่ผ่านการเลือกแล้วจากหัวข้อที่ 5.1.1 มาทำการทดสอบเบื้องต้น สำหรับหาสภาวะการทำงานที่เหมาะสม เพื่อให้สามารถแยกสารประกอบที่สนใจได้อย่างดี และใช้เวลาในการวิเคราะห์ให้น้อยที่สุด

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 ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์จะต้องให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างจนมีอุณหภูมิเทียบเท่าอุณหภูมิภายในปล่อง เพื่อให้สารใดๆ ที่เกิดการกลั่นตัวกลับกลายเป็นไอ แล้วจึงวิเคราะห์ตัวอย่างด้วย GC แล้วเปรียบเทียบเวลาการแยกตัวของแต่ละสาร (Retention Time) กับเวลาของสารมาตรฐานที่มีองค์ประกอบที่คาดว่ามิอยู่ในตัวอย่าง ถ้าไม่สามารถบอกลักษณะหรือองค์ประกอบที่พบได้ด้วยวิธีนี้ให้ใช้วิธีวิเคราะห์อื่น 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 จากนั้นก็ฉีดสารตัวอย่างครั้งต่อไปโดยการปรับเปลี่ยน GC Parameter ต่างๆ เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสม จนเมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับตรวจวัดที่ดีที่สุดแล้ว จึงเริ่มฉีดสารตัวอย่างซ้ำ เพื่อหาค่า Retention Time ของแต่ละสารประกอบที่สนใจ การฉีดสารตัวอย่างทำได้โดยฉีดเข้าไปใน Sample Loop ด้วยอัตราการไหลคงที่ (เช่น 100 มิลลิเมตร/นาที(ml/min) เป็นเวลา 30 วินาที) ข้อควรระวัง คือ อย่าเพิ่มความดันของก๊าซภายใน Loop ปิดเครื่องสูบลมอากาศ แล้วให้ก๊าซเคลื่อนที่ใน 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 สูงสุดหารด้วย Chart Speed ค่า Retention Time ของสารที่ได้จากการทำซ้ำไม่ควรแตกต่างกันเกิน 0.5 วินาที



5.1.4.3 ถ้าความเข้มข้นของสารสูงเกินไป ให้ใช้ Sample Loop ที่มีขนาดเล็กลงหรืออาจทำการเจือจางตัวอย่างก๊าซ และถ้าตัวอย่างเป็นของเหลวให้เจือจางด้วยตัวทำละลาย หากความเข้มข้นของตัวอย่างจากกราฟมาตรฐาน (รายละเอียดตั้งหัวข้อที่ 4.2)

5.1.4.4 การระบุ Peak ทำได้โดยเปรียบเทียบ ค่า Retention Time ที่ทราบอยู่แล้วของสารประกอบมาตรฐาน กับค่า Retention Time ของแต่ละ Peak ที่พบในตัวอย่างอากาศ Peak ที่ไม่สามารถระบุชนิดของสารได้ และมีพื้นที่ใต้ Peak มากกว่าร้อยละ 5 ของพื้นที่ Peak ทั้งหมด อาจใช้เทคนิค GC/MS ช่วยวิเคราะห์นั้นนอกจากนั้นจะถือเป็นสารที่ไม่สามารถระบุชนิด หรืออาจระบุสารที่ คาดว่าจะเป็นไปได้ จากการเปรียบเทียบค่า Retention Time ของ Peak ตัวอย่างกับสารประกอบมาตรฐาน แล้วจึงทำการยืนยันด้วยการวิเคราะห์ GC ครั้งต่อไป

## 6. การวิเคราะห์ข้อมูล และการคำนวณ (Data analysis and calculation)

### 6.1 สัญลักษณ์ที่ใช้ (Nomenclature)

- $B_{ws}$  = ปริมาณไอน้ำต่อปริมาตรของถุงเก็บตัวอย่าง หรืออากาศในปล่อง เป็นสัดส่วนโดยปริมาตร
- $C_s$  = ความเข้มข้นของสารอินทรีย์จากกราฟมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบ (ppm)
- $G_v$  = ปริมาตรของก๊าซหรือสารอินทรีย์ที่ฉีด (ml)
- $L_v$  = ปริมาตรของของเหลวอินทรีย์ที่ฉีด ( $\mu$ l)
- $M$  = น้ำหนักโมเลกุลของสารอินทรีย์ (g/g-mole)
- $m_s$  = มวลรวมของสารที่ตรวจวัดบนตัวดูดซับในชุดเก็บตัวอย่างที่ถูกเลือกเป็น spiked train ( $\mu$ g)
- $m_u$  = มวลรวมของสารที่ตรวจวัดบนตัวดูดซับในชุดเก็บตัวอย่างที่ถูกเลือกเป็น unspiked train ( $\mu$ g)
- $m_v$  = มวลต่อปริมาตรที่ตรวจวัดได้ของสารที่ทำ spike ( $\mu$ g/L)
- $P_i$  = ค่าความดันสัมบูรณ์ของ Sample loop ณ เวลาที่ทำการวิเคราะห์ (mm Hg)
- $P_m$  = ความดันสัมบูรณ์ของมิเตอร์วัดอากาศแห้ง (mm Hg)
- $P_r$  = ความดันอ้างอิง คือ ความดันสัมบูรณ์ของ Sample loop ระหว่างที่ทำการเปรียบเทียบ (mm Hg)
- $P_s$  = ความดันสัมบูรณ์ของหลอดฉีดยาก่อนที่จะทำการฉีดสาร (mm Hg)
- $q_c$  = อัตราการไหลของก๊าซเปรียบเทียบความถูกต้อง ก่อนที่จะทำการเจือจาง
- $q_{c1}$  = อัตราการไหลของก๊าซเปรียบเทียบความถูกต้อง ก่อนที่จะทำการเจือจาง ชั้นที่ 1

- $q_{c2}$  = อัตราการไหลของก๊าซปรับเทียบความถูกต้อง ก่อนที่จะทำการเจือจาง ชั้นที่ 2
- $q_d$  = อัตราการไหลของก๊าซที่ใช้ทำเจือจาง
- $q_{d1}$  = อัตราการไหลของก๊าซที่ใช้ทำเจือจาง ชั้นที่ 1
- $q_{d2}$  = อัตราการไหลของก๊าซที่ใช้ทำเจือจาง ชั้นที่ 2
- $s$  = ความเข้มข้นทางทฤษฎี (ppm) ของสารเป้าหมายที่ spike ภายในถุงเก็บตัวอย่าง
- $S$  = มวลทางทฤษฎี ของสารเป้าหมายที่ spike บนตัวดูดซับใน spiked train ( $\mu\text{g}$ )
- $t$  = ความเข้มข้นเฉลี่ยที่ตรวจวัดได้ (ppm) ของสารเป้าหมาย และตัวอย่างอากาศ (ผลการวิเคราะห์หลังจากทำ spike ของถุงเก็บตัวอย่าง)
- $T_i$  = อุณหภูมิของ Sample loop ณ เวลาที่ทำการวิเคราะห์ ตัวอย่าง (K)
- $T_m$  = อุณหภูมิสัมบูรณ์ของมิเตอร์วัดอากาศแห้ง (K)
- $T_s$  = อุณหภูมิสัมบูรณ์ของหลอดฉีดยาก่อนฉีด (K)
- $u$  = ความเข้มข้นเฉลี่ยของสารเป้าหมายในถุงเก็บตัวอย่าง อากาศจากแหล่งกำเนิด (ppm) (ผลการวิเคราะห์ก่อนการทำ spike ของถุงเก็บตัวอย่าง)
- $V_m$  = ปริมาตรของก๊าซอ่านได้จากมิเตอร์วัดก๊าซแห้ง (liters)
- $V_s$  = ปริมาตรของตัวอย่างอากาศจากปล่องที่เก็บด้วยชุดเก็บ ตัวอย่างอากาศ spiked train (L)
- $V_u$  = ปริมาตรของตัวอย่างอากาศจากปล่องที่เก็บด้วยชุดเก็บ ตัวอย่างอากาศ unspiked train (L)
- $X$  = สัดส่วนโมล หรือสัดส่วนโดยปริมาตรของสารอินทรีย์ใน ก๊าซปรับเทียบ ที่จะถูกทำการเจือจาง
- $Y$  = factor ของการปรับเทียบมิเตอร์วัดก๊าซแห้ง (ไม่มีหน่วย)
- $\mu l$  = ความหนาแน่นของสารเหลวอินทรีย์ที่ตรวจวัด (g/ml)

- 24.055 = ปริมาตรเชิงโมลของก๊าซอุดมคติ ที่ 293 K และ 760 mm Hg (liters/g-mole)
- 1000 = ตัวคูณสำหรับการแปลงหน่วย (ml/liter)
- $10^6$  = ตัวคูณสำหรับการแปลงหน่วยเป็น ppm

### 6.2 คำนวณค่าความเข้มข้น, $C_s$ , ในหน่วย ppm โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

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

### 6.3 คำนวณค่าความเข้มข้น, $C_s$ , ในหน่วย ppm ของสารอินทรีย์ในก๊าซผสมสุดท้าย (final gas mixture) โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

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

### 6.4 คำนวณค่าความเข้มข้นของสารอินทรีย์มาตรฐานแต่ละชนิด, $C_s$ , ในหน่วย ppm โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

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

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

6.5 คำนวณค่าความเข้มข้นของสารอินทรีย์มาตรฐานแต่ละชนิด,  $C_s$ , ในหน่วย ppm โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

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

6.6 คำนวณค่าความเข้มข้น  $C_s$ , ในหน่วย ppm ณ สภาวะแห้ง (dry basis) ของสารอินทรีย์แต่ละชนิดในตัวอย่างอากาศ โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

$$C_c = \frac{C_s P_r T F}{P_i T_r (1 - B_{ws})} \quad \text{สมการ 6-5}$$

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

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

R

6.9 หาค่ามวลต่อปริมาตรของสาร **spiked** ที่ตรวจวัดได้ โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

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

6.10 คำนวณสัดส่วนของ **Spiked compound recovered (R)** โดยใช้สมการดังต่อไปนี้

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

## 7. คุณลักษณะของวิธีการตรวจวัด (Method Performance)

7.1 เนื่องจากตัวอย่างอากาศอาจจะประกอบไปด้วยสารหลายชนิดที่มาจากแหล่งกำเนิดที่แตกต่างกันไป ดังนั้นจึงเป็นการยากที่การวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศจะมีค่าความแม่นยำสูง ค่าความแม่นยำในช่วงร้อยละ 5-10 ของค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Deviation ; RSD) ของการวิเคราะห์โดยเทคนิค gas chromatography ถือว่าเป็นปกติ ทั้งนี้ความแม่นยำจะขึ้นอยู่กับประสิทธิภาพของผู้วิเคราะห์ และประสิทธิภาพของเครื่องมือวิเคราะห์ ซึ่งผู้วิเคราะห์ที่มีความชำนาญกับเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีความแน่นอน จะให้ความแม่นยำในช่วง 5% RSD ดังนั้น สำหรับการวิเคราะห์ด้วย GC จะต้องพิจารณาหลักเกณฑ์ดังต่อไปนี้

(1) ความแม่นยำ (Precision): ในการวิเคราะห์สารมาตรฐานสำหรับสอบเทียบซ้ำสามครั้ง จะต้องมียุทธศาสตร์ค่าแตกต่างกันไม่เกินร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ย (Mean Value)

(2) ความถูกต้อง (Accuracy): ผลวิเคราะห์ตัวอย่างที่เตรียมขึ้นเพื่อใช้ในการตรวจประเมิน (Audit Samples) จะต้องมียุทธศาสตร์ค่าอยู่ภายในร้อยละ 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 ทพ. 18-1 แบบบันทึกข้อมูลในการสำรวจเบื้องต้น (ต่อ)

## 3. จุดตรวจวัด

## ก. รายละเอียด

ลักษณะของสถานที่ \_\_\_\_\_

รูปร่างและขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของปล่อง \_\_\_\_\_

วัสดุที่ใช้ทำปล่อง \_\_\_\_\_

ความหนาของผนังปล่อง \_\_\_\_\_ นิ้ว

ระยะห่างปลายทางจากจุดรวมกวนการไหลของอากาศ (Downstream) จนถึงจุดเก็บตัวอย่าง \_\_\_\_\_ นิ้ว คิดเป็น \_\_\_\_\_ เท่าของเส้นผ่านศูนย์กลาง

ระยะห่างต้นทางจากจุดรวมกวนการไหลของอากาศ (Upstream) จนถึงจุดเก็บตัวอย่าง \_\_\_\_\_ นิ้ว คิดเป็น \_\_\_\_\_ เท่าของเส้นผ่านศูนย์กลาง

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของ Port \_\_\_\_\_

จำนวนของ Port \_\_\_\_\_

ขนาดของพื้นที่ปฏิบัติงาน \_\_\_\_\_

ภาวะอันตราย \_\_\_\_\_ อุณหภูมิในบรรยากาศโดยรอบ \_\_\_\_\_ °F

## ข. คุณสมบัติของตัวอย่างอากาศในปล่อง

อุณหภูมิ \_\_\_\_\_ °C \_\_\_\_\_ °F แหล่งข้อมูล \_\_\_\_\_

ความเร็ว \_\_\_\_\_ m/s แหล่งข้อมูล \_\_\_\_\_

ความดันสถิตย \_\_\_\_\_ นิ้วน้ำ (inH<sub>2</sub>O) แหล่งข้อมูล \_\_\_\_\_

ปริมาณความชื้น \_\_\_\_\_ % แหล่งข้อมูล \_\_\_\_\_

ปริมาณฝุ่นละออง \_\_\_\_\_ แหล่งข้อมูล \_\_\_\_\_

ส่วนประกอบของก๊าซ

N<sub>2</sub> \_\_\_\_\_ % สารไฮโดรคาร์บอน \_\_\_\_\_ ppmO<sub>2</sub> \_\_\_\_\_ % อื่น ๆ (ระบุ) \_\_\_\_\_ ppm

CO \_\_\_\_\_ % อื่น ๆ (ระบุ) \_\_\_\_\_ ppm

CO<sub>2</sub> \_\_\_\_\_ % อื่น ๆ (ระบุ) \_\_\_\_\_ ppmSO<sub>2</sub> \_\_\_\_\_ % อื่น ๆ (ระบุ) \_\_\_\_\_ ppm

ส่วนประกอบของไฮโดรคาร์บอน

\_\_\_\_\_ ppm

\_\_\_\_\_ ppm

\_\_\_\_\_ ppm

\_\_\_\_\_ ppm

\_\_\_\_\_ ppm

\_\_\_\_\_ ppm





## แบบ คพ. 18-1 แบบบันทึกข้อมูลในการสำรวจเบื้องต้น (ต่อ)

ค. เกณฑ์การพิจารณาในการเก็บตัวอย่าง

สถานที่ติดตั้ง GC \_\_\_\_\_

อันตรายพิเศษที่ควรคำนึงถึง \_\_\_\_\_

แหล่งจ่ายไฟฟ้าบริเวณ \_\_\_\_\_

แหล่งจ่ายไฟฟ้าสำหรับเครื่อง GC \_\_\_\_\_

ข้อกำหนดทางด้านความปลอดภัยของโรงงาน \_\_\_\_\_

กฎในการสัญจรของยานพาหนะ \_\_\_\_\_

ข้อกำหนดในการเข้าออกโรงงาน \_\_\_\_\_

ข้อตกลงเกี่ยวกับการรักษาความปลอดภัย \_\_\_\_\_

ปัญหาที่อาจเกิดขึ้น \_\_\_\_\_

ง. แผนผังแสดงสถานที่ทำงาน (แนบรายละเอียดเพิ่มเติมถ้าจำเป็น)



กรมการศึกษานอกโรงเรียน  
Ministry of Education, Culture and Sport

แบบ คพ. 18-2 ข้อมูลการเก็บตัวอย่างภาคสนาม - โดยใช้ถุงเก็บตัวอย่าง

บริษัท \_\_\_\_\_ วันที่ \_\_\_\_\_

สถานที่ \_\_\_\_\_

	ตัวอย่างที่ 1	ตัวอย่างที่ 2	ตัวอย่างที่ 3
อุณหภูมิที่แหล่งกำเนิด (°C)	_____	_____	_____
ความดันบรรยากาศ (mm. Hg)	_____	_____	_____
อุณหภูมิบรรยากาศ (°C)	_____	_____	_____
อัตราการไหลของตัวอย่างอากาศ (โดยประมาณ)	_____	_____	_____
หมายเลขถุง	_____	_____	_____
เวลาเริ่มต้น	_____	_____	_____
เวลาสิ้นสุด	_____	_____	_____



กรมการศึกษานอกโรงเรียน  
Ministry of Education, Culture and Sport



## แบบ ทพ. 18-3 การเตรียมมาตรฐานโดยการทำให้เจือจางก๊าซมาตรฐาน

ถึงก๊าซมาตรฐาน (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 (oC/min) \_\_\_\_\_

สุดท้าย (°C) \_\_\_\_\_

การหายอดกราฟของสารอินทรีย์และความเข้มข้นที่คำนวณได้ :

เวลาในการฉีดสาร (ตามเวลานาฬิกา) \_\_\_\_\_

ระยะทางจนถึงยอดกราฟ (cm.) \_\_\_\_\_

ความเร็วของ Chart (cm/min) \_\_\_\_\_

ระยะเวลาปรากฏของสารอินทรีย์ (min) \_\_\_\_\_

ค่า attenuation factor \_\_\_\_\_

พื้นที่ใต้ยอดกราฟ (mm.<sup>2</sup>) \_\_\_\_\_

พื้นที่ใต้ยอดกราฟ x ค่า attenuation factor \_\_\_\_\_

นำผลคูณระหว่างพื้นที่ใต้ยอดกราฟ (Peak Area) และ Attenuation Factor กับค่าความเข้มข้นที่ได้จากการคำนวณทำกราฟมาตรฐานในการเปรียบเทียบความถูกต้อง





## แบบ คพ. 18-4 ข้อมูลการวิเคราะห์ภาคสนาม

บริษัท \_\_\_\_\_ วันที่ \_\_\_\_\_  
 สถานที่ \_\_\_\_\_

## 1. ข้อมูลทั่วไป

อุณหภูมิที่แหล่งกำเนิด ( $^{\circ}\text{C}$ ) \_\_\_\_\_  
 อุณหภูมิที่อ้อมเก็บตัวอย่างอากาศ ( $^{\circ}\text{C}$ ) \_\_\_\_\_  
 อุณหภูมิบรรยากาศ ( $^{\circ}\text{C}$ ) \_\_\_\_\_  
 ความดันบรรยากาศภายนอก (mmHg) \_\_\_\_\_  
 ความดันที่แหล่งกำเนิด (mmHg) \_\_\_\_\_  
 ความดันสมบูรณ์ที่แหล่งกำเนิด (mmHg) \_\_\_\_\_  
 อัตราการเก็บตัวอย่างอากาศ (liter/min) \_\_\_\_\_  
 ปริมาตรของ Sample Loop (ml) \_\_\_\_\_  
 อุณหภูมิที่ Sample Loop ( $^{\circ}\text{C}$ ) \_\_\_\_\_  
 อุณหภูมิคอลัมน์ ( $^{\circ}\text{C}$ ) \_\_\_\_\_  
     เริ่มต้น ( $^{\circ}\text{C}$ ) / เวลา (min) \_\_\_\_\_  
     อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) \_\_\_\_\_  
     สุดท้าย ( $^{\circ}\text{C}$ ) / เวลา (min) \_\_\_\_\_  
 อัตราการไหลของก๊าซตัวพา (ml/min) \_\_\_\_\_  
 อุณหภูมิของตัวตรวจวัด ( $^{\circ}\text{C}$ ) \_\_\_\_\_  
 เวลาในการฉีดสาร (24 hr.) \_\_\_\_\_  
 ความเร็วของ Chart (mm/min) \_\_\_\_\_  
 อัตราการไหลของก๊าซเจือจาง (mm./min) \_\_\_\_\_  
 ชนิดของก๊าซเจือจางที่ใช้ (สัญลักษณ์) \_\_\_\_\_  
 อัตราส่วนการเจือจาง \_\_\_\_\_



## แบบ คพ. 18-4 ข้อมูลการวิเคราะห์ภาคสนาม (ต่อ)

18

## 2. ข้อมูลการวิเคราะห์ภาคสนาม - ก๊าซสอบเทียบความถูกต้อง

การวิเคราะห์ครั้งที่ _____	_____	_____	_____	_____
ส่วนประกอบ	พื้นที่	Attenuation	A x A Factor	ความเข้มข้น (ppm)
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____

การวิเคราะห์ครั้งที่ _____	_____	_____	_____	_____
ส่วนประกอบ	พื้นที่	Attenuation	A x A Factor	ความเข้มข้น (ppm)
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____

การวิเคราะห์ครั้งที่ _____	_____	_____	_____	_____
ส่วนประกอบ	พื้นที่	Attenuation	A x A Factor	ความเข้มข้น (ppm)
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____
_____	_____	_____	_____	_____





แบบ คพ. 18-6 การเตรียมสารมาตรฐานในถุงเก็บตัวอย่างและ  
กราฟเปรียบเทียบความถูกต้อง

18

	สารมาตรฐาน		
วันที่เตรียมสารมาตรฐาน : _____	ความเข้มข้นที่ 1	ความเข้มข้นที่ 2	ความเข้มข้นที่ 3
ชื่อสารอินทรีย์ : _____	_____	_____	_____
หมายเลขประจำถุง _____	_____	_____	_____
ค่าการเปรียบเทียบความถูกต้องของ _____	_____	_____	_____
เครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง :	_____	_____	_____
ค่ามิเตอร์ที่อ่านครั้งสุดท้าย (liter)	_____	_____	_____
ค่ามิเตอร์ที่อ่านครั้งแรก (liter)	_____	_____	_____
ปริมาตรอากาศจากมิเตอร์ (liter)	_____	_____	_____
อุณหภูมิเฉลี่ยของมิเตอร์ (K)	_____	_____	_____
ความดันเฉลี่ยของมิเตอร์, (mmHg)	_____	_____	_____
ความดันบรรยากาศเฉลี่ย (mmHg)	_____	_____	_____
ความดันสัมบูรณ์เฉลี่ยของมิเตอร์ (mmHg)	_____	_____	_____
อุณหภูมิของหลอดคิดสาร (K) (ข้อ 6.2.2.1)	_____	_____	_____
ความดันสัมบูรณ์ของหลอดคิดสาร (mmHg) (ข้อ 6.2.2.1)	_____	_____	_____
ปริมาตรของก๊าซในกระบอกคิด (ml) (ข้อ 6.2.2.1)	_____	_____	_____
ความหนาแน่นของสารอินทรีย์เหลว (g/ml) (ข้อ 6.2.2.2)	_____	_____	_____
ปริมาณของเหลวในหลอดคิดสาร (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)	_____	_____	_____



แบบ คพ. 18-6 การเตรียมสารมาตรฐานในถุงเก็บตัวอย่างและ  
กราฟเปรียบเทียบความถูกต้อง (ต่อ)

การระบุยอดกราฟของสารอินทรีย์และความเข้มข้นที่คำนวณได้ :

เวลาในการฉีดสาร (ระบุเป็นเวลานาฬิกา)	_____	_____	_____
ระยะทางจุดเริ่มต้นจนถึงยอดกราฟ (Peak)	_____	_____	_____
ความเร็วของ Chart (cm/min)	_____	_____	_____
ระยะเวลาปรากฏของสารอินทรีย์ (min)	_____	_____	_____
ค่า attenuation factor	_____	_____	_____
ความสูงของยอดกราฟ	_____	_____	_____
พื้นที่ใต้ยอดกราฟ (mm.2)	_____	_____	_____
พื้นที่ใต้กราฟ x ค่า attenuation (mm2)	_____	_____	_____
ความเข้มข้นที่คำนวณได้ (ppm) (สมการ 6-3 หรือ 6-4)	_____	_____	_____

ให้นำผลคูณระหว่างพื้นที่ใต้กราฟ และ ค่า attenuation factor กับค่าความเข้มข้นจากการคำนวณมาทำกราฟ  
มาตรฐานสอบเทียบความถูกต้อง





## แบบ คพ. 18-7 การเปรียบเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์วัดอัตราการไหล (Flowmeter)

หมายเลขประจำเครื่อง Flowmeter \_\_\_\_\_

ชนิดของ Flowmeter \_\_\_\_\_

เครื่องมือที่ใช้ในการเปรียบเทียบ (x): Bubble Meter \_\_\_\_ Spirometer \_\_\_\_ Wet Test Meter

ค่าที่อ่านได้จากห้องปฏิบัติการ:

อุณหภูมิในห้องปฏิบัติการ (T<sub>lab</sub>) \_\_\_\_\_ K

ความดันบรรยากาศในห้องปฏิบัติการ (P<sub>lab</sub>) \_\_\_\_\_ (mmHg)

ข้อมูลการไหลของอากาศ:

Flowmeter			Calibration Device		
ค่าที่อ่านได้					
(ตามที่ทำ	อุณหภูมิ	ความดัน	เวลา	ปริมาตรก๊าซ <sup>a</sup>	อัตราการไหล <sup>b</sup>
เครื่องหมาย)	(oK)	(สัมบูรณ์)	(min)		

a = ปริมาตรก๊าซที่วัดด้วยเครื่องมือเปรียบเทียบ ปรับแก้ที่สภาวะมาตรฐาน (liter)

b = ปริมาตรก๊าซของเครื่องมือสอบเทียบ/เวลา โดยปรับไปที่สภาวะมาตรฐาน ณ 20 °C, 760 mmHg

- สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าที่อ่านได้จาก Flowmeter เทียบกับอัตราการไหล (ที่ภาวะมาตรฐาน) แล้วทำให้กราฟเป็นเส้นตรง ถ้า Flowmeter ที่นำมาสอบเทียบเป็น Rotameter หรือเครื่องมือที่ใช้วัดอัตราการไหลแบบอื่น ซึ่งขึ้นกับความหนืด อาจจำเป็นต้องสร้างกราฟมาตรฐานการเปรียบเทียบความถูกต้อง ให้ครอบคลุมช่วงค่าของความดัน และอุณหภูมิการใช้งานของ Flowmeter ต่าง ๆ กันด้วย
- ขณะตรวจสอบเทคนิคก่อนนำไปใช้งาน ควรจะทำการคำนวณค่าอัตราการไหลของอากาศ ที่อ่านได้จาก Rotameter ไปที่สภาวะมาตรฐาน (Q<sub>std</sub>) ดังนี้

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

อัตราการไหลของอากาศ  
(สภาวะในห้องปฏิบัติการ)

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

อัตราการไหลของอากาศ  
(สภาวะมาตรฐาน)

\_\_\_\_\_

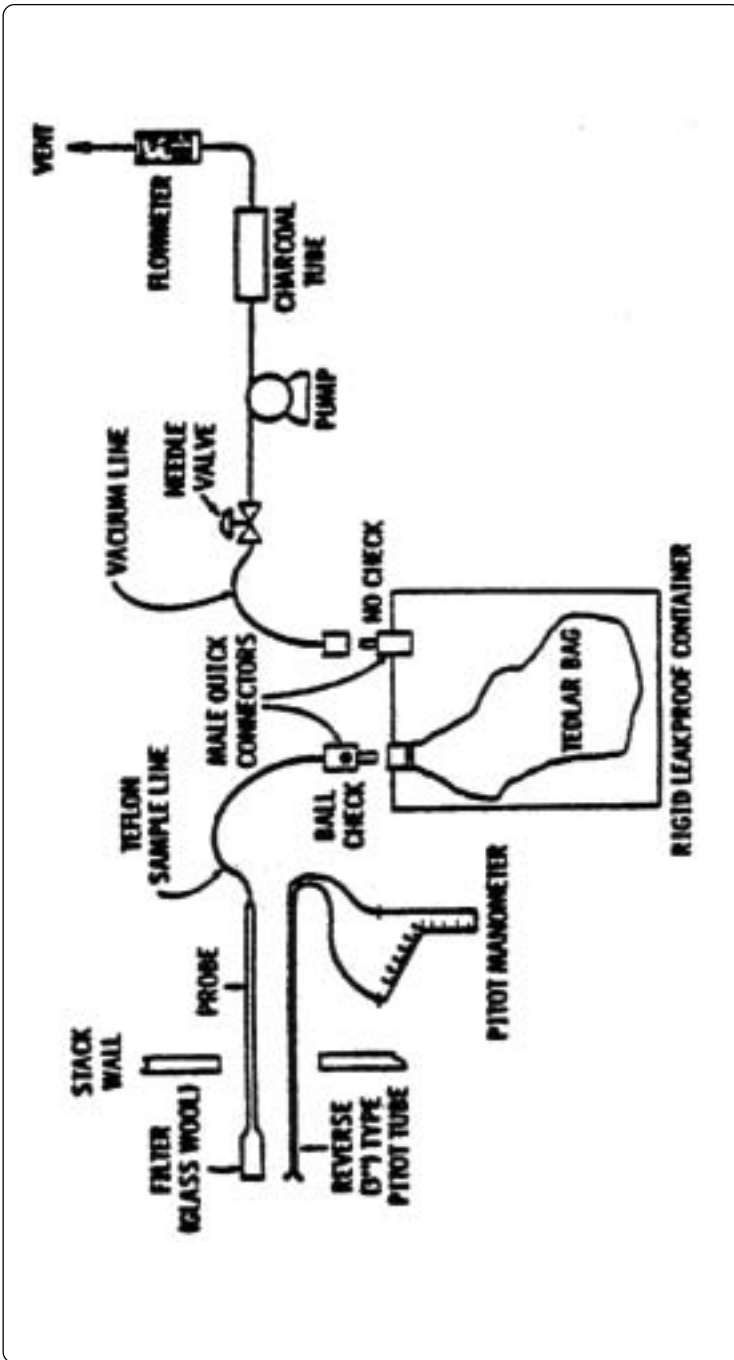
\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

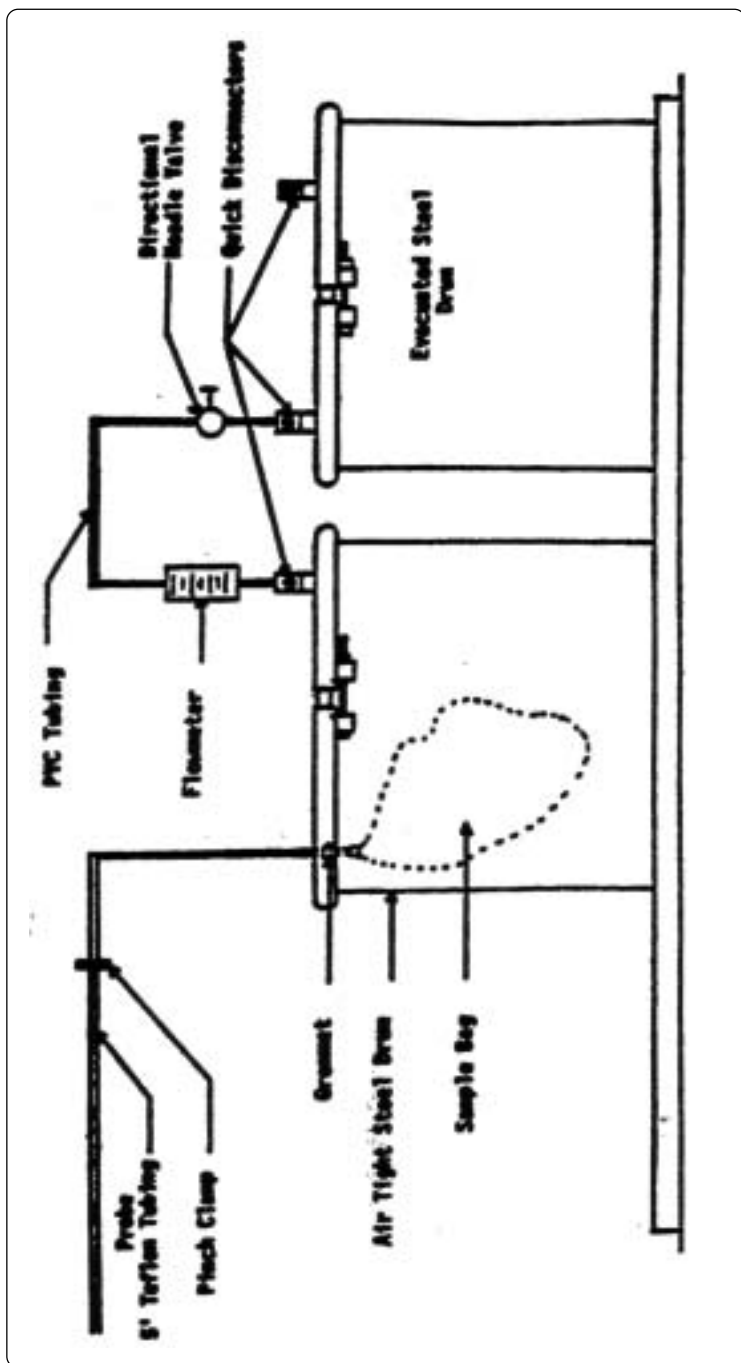
\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

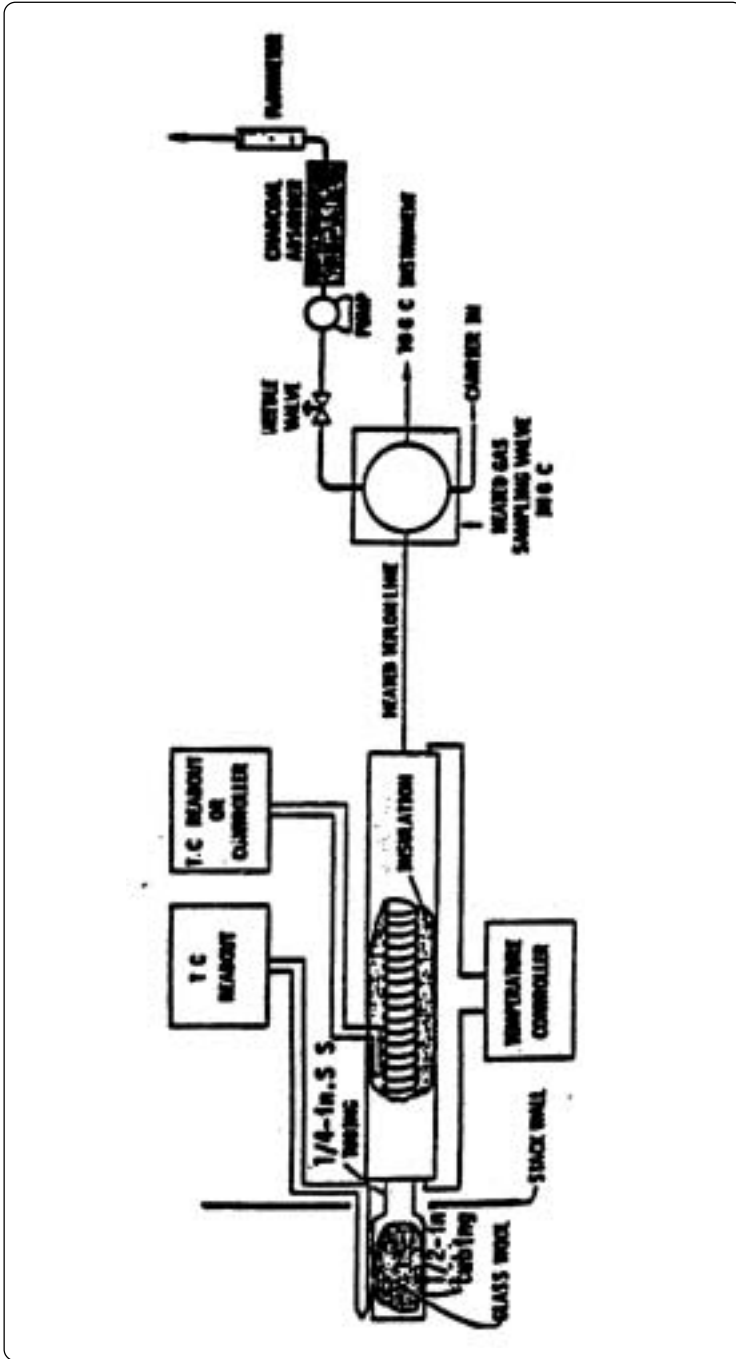




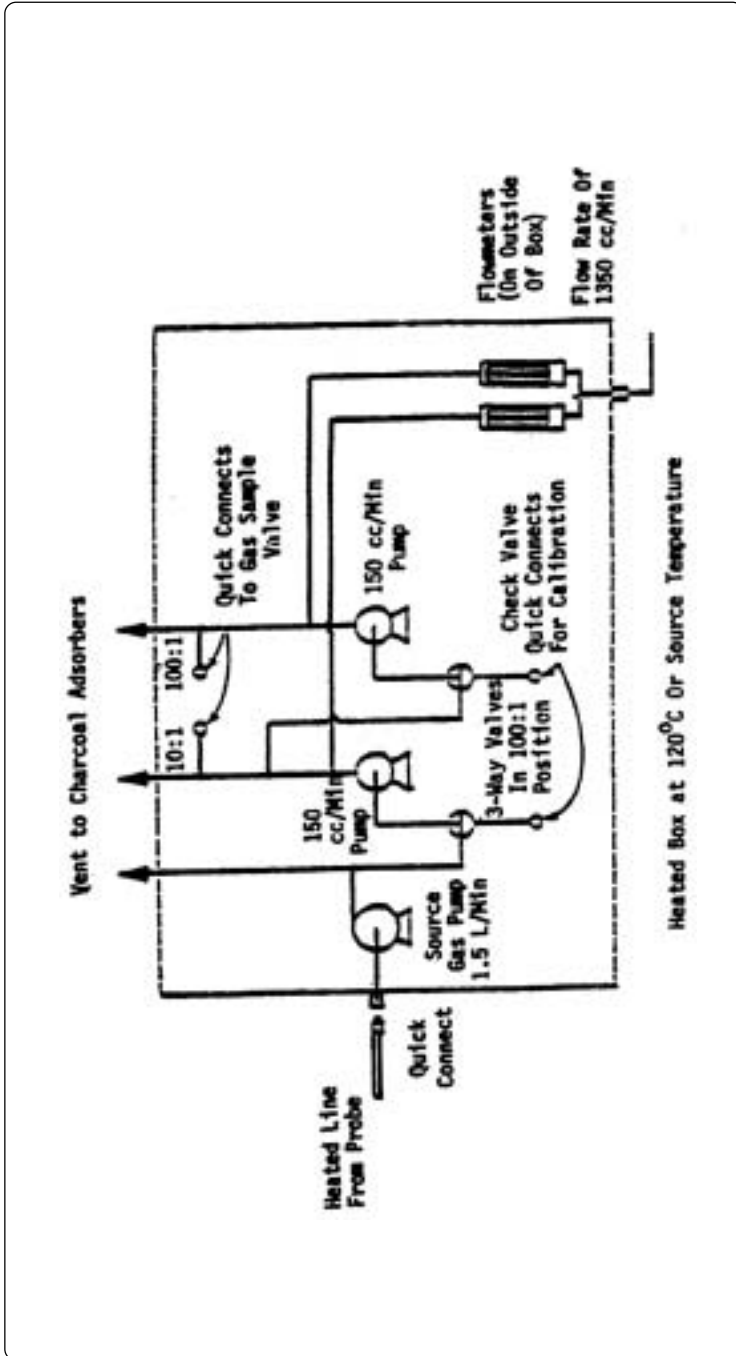
ภาพที่ 18-1 ชุดเก็บตัวอย่างอากาศโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่าง



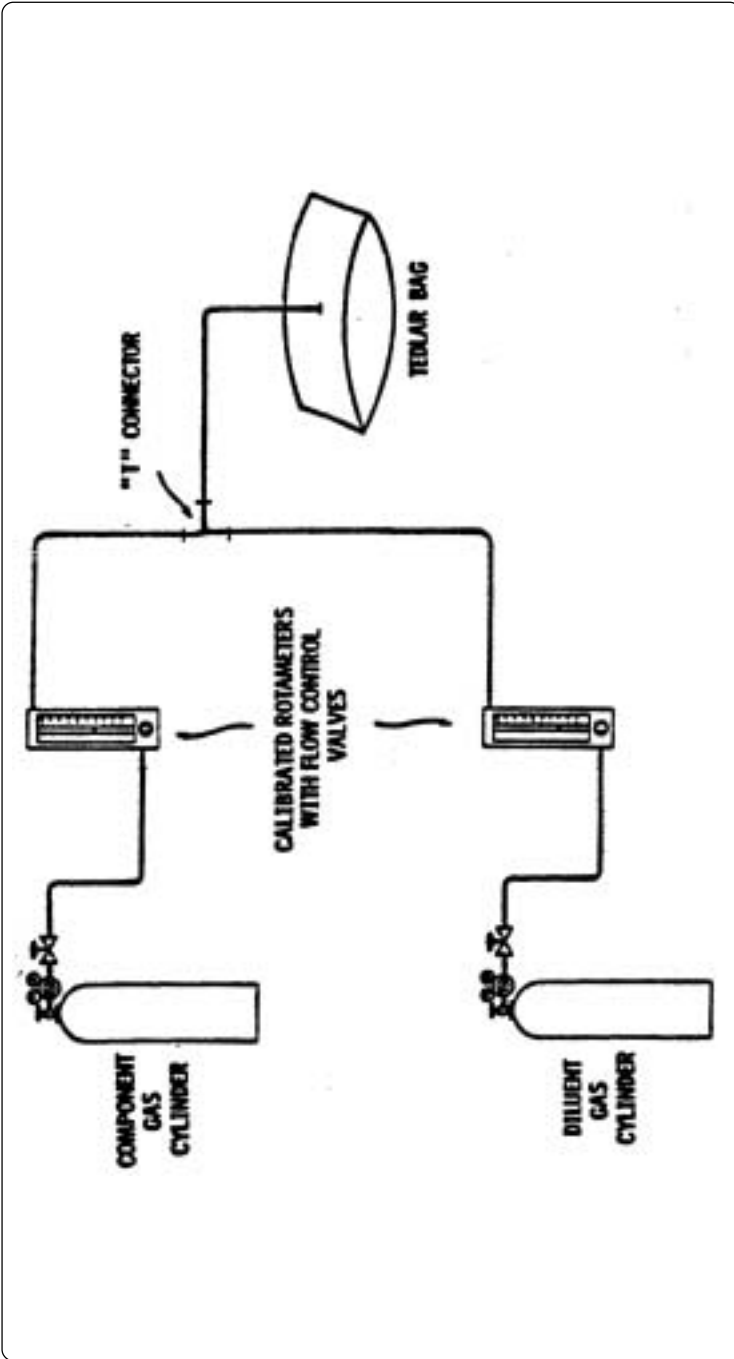
ภาพที่ 18-1ก วิธีการเก็บตัวอย่างอากาศโดยใช้ถุงเก็บตัวอย่างในพื้นที่ที่เสี่ยงต่อการระเบิด



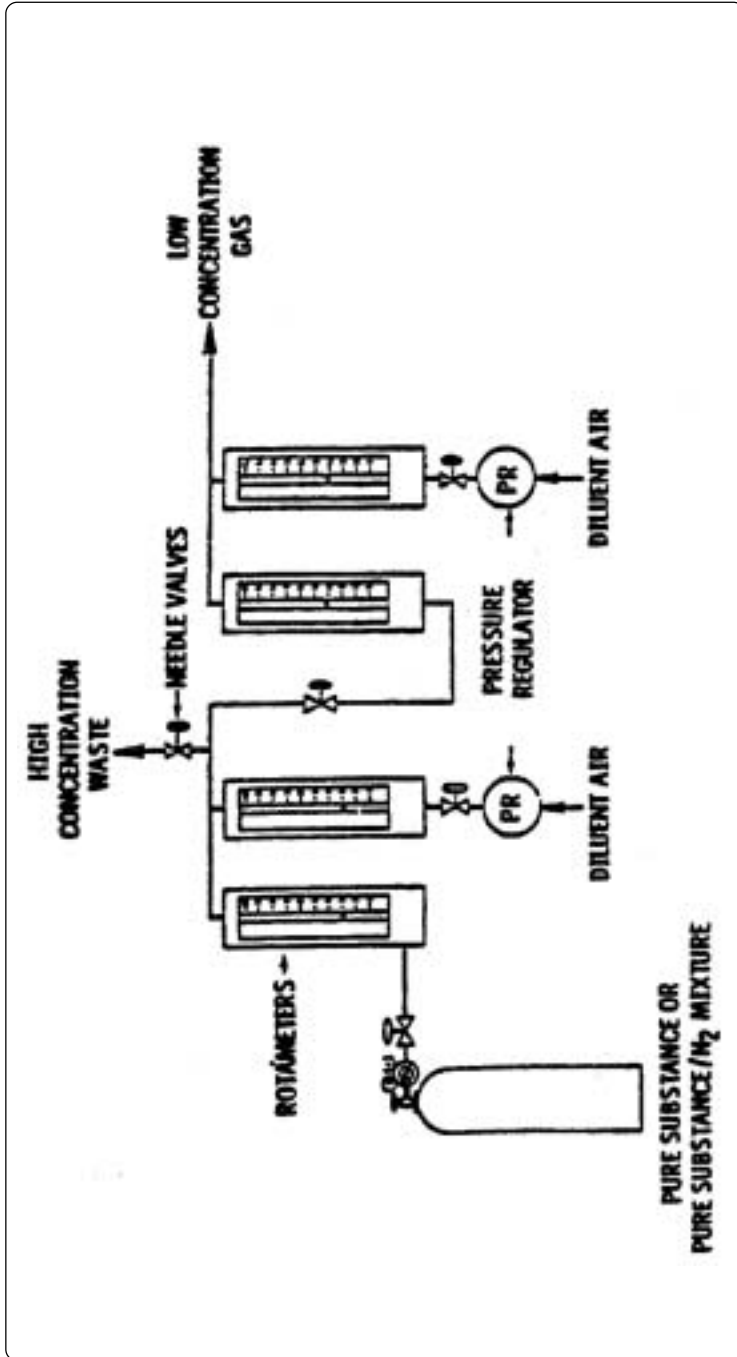
ภาพที่ 18-2 ชุดเก็บตัวอย่างวิเคราะห์โดยตรง (Direct Interface Sampling System)



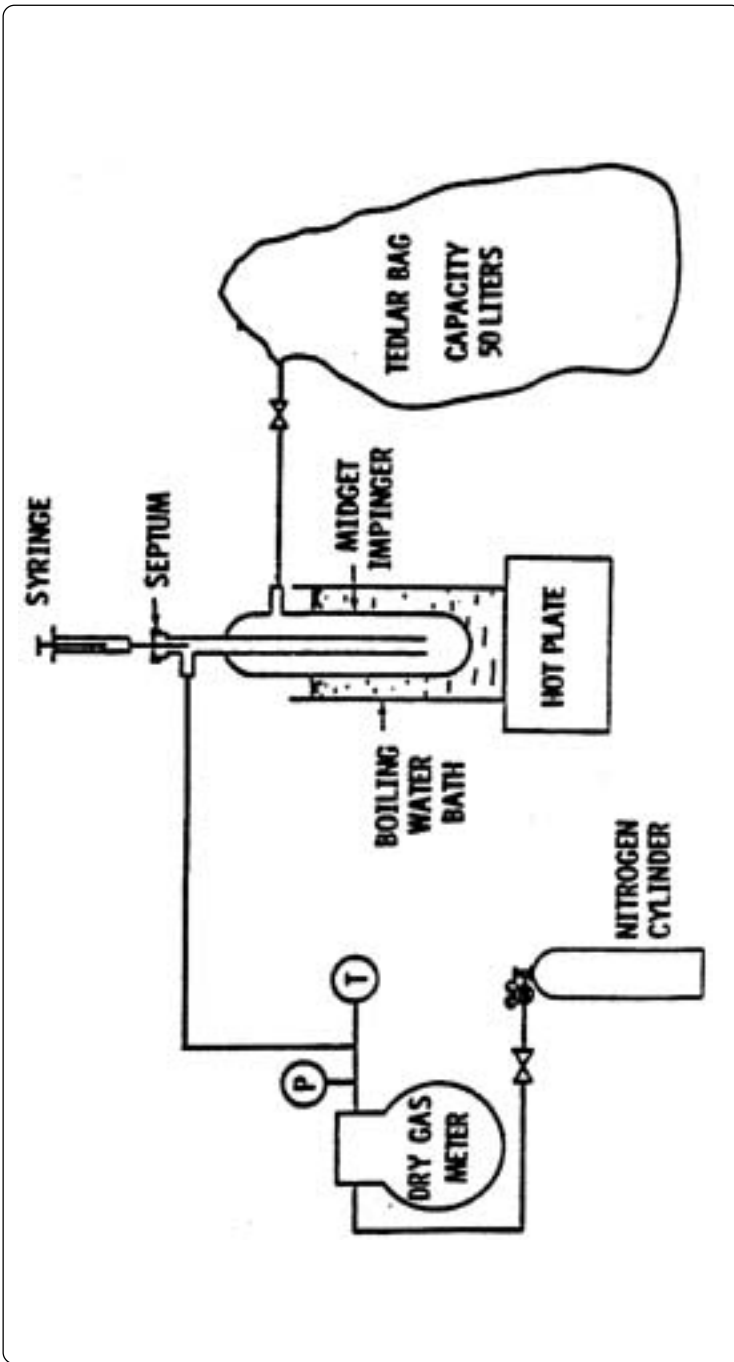
ภาพที่ 18-3 แผนภาพแสดงชุดกลั่นร้อน (Heater box) ซึ่งใช้สำหรับการทำเจือจางตัวอย่างอากาศ



ภาพที่ 18-4 ระบบการทำเจือจางก๊าซสอบเทียบแบบชั้นตอนเดียว



ภาพที่ 18-5 อุปกรณ์การทำเจือจางแบบ 2 ขั้นตอน



ภาพที่ 18-6 อุปกรณ์สำหรับการเตรียมสารที่มีสถานะเป็นของเหลว



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

1. หลักการและขอบเขตของวิธีการ  
(Principle and Applicability)

26

**1.1 หลักการ (Principle)** ตัวอย่างอากาศที่เป็นก๊าซจะถูกดึงจากปล่องของแหล่งกำเนิดมลพิษผ่านท่อชักตัวอย่างอากาศและแผ่นกรองที่มีระบบให้ความร้อนเข้าสู่สารละลายกรดซัลฟูริกเจือจางและสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์เจือจางซึ่งจะเป็นตัวดักจับไฮโดรเจนเฮไลด์และฮาโลเจนตามลำดับ แผ่นกรองจะเป็นตัวดักจับฝุ่นละอองซึ่งรวมถึงเกลือเฮไลด์ (Halide Salt) ไฮโดรเจนเฮไลด์จะละลายในสารละลายกรดและให้คลอไรด์ไอออน ( $\text{Cl}^-$ ), โบรไมด์ไอออน ( $\text{Br}^-$ ) และฟลูออไรด์ไอออน ( $\text{F}^-$ ) สำหรับฮาโลเจนซึ่งมีความสามารถละลายในสารละลายกรดต่ำมากจะผ่านเข้าสู่สารละลายเบสซึ่งจะถูก Hydrolyze ให้โปรตอน ( $\text{H}^+$ ), เฮไลด์ไอออนและกรดไฮโปเฮลีส ( $\text{HClO}$  or  $\text{HBrO}$ ) จากนั้น ไซเตียมไฮโอซัลเฟตจะถูกเติมลงในสารละลายต่างเพื่อทำให้มั่นใจว่าเกิดปฏิกิริยากับกรดไฮโปเฮลีสเพื่อจะเปลี่ยนรูปเป็น second halide ion เพื่อที่เฮไลด์ไอออน 2 ตัวจะถูกรวมเข้าด้วยกันกลายเป็นก๊าซฮาโลเจน เฮไลด์ไอออนที่ไม่ได้รวมตัวในสารละลายจะถูกตรวจวัดโดยไอออนโครมาโตกราฟี (IC)

การหาปริมาณการระบายไฮโดรเจนคลอไรด์จากปล่องตามที่กำหนดไว้ในประกาศนี้ ได้นำวิธีการตามที่กำหนดไว้ใน 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)** วิธีการนี้เป็นวิธีการสำหรับใช้วิเคราะห์หา ไฮโดรเจนเฮไลด์ (HX) ได้แก่ ไฮโดรเจนคลอไรด์ (HCl), ไฮโดรเจนโบรไมด์ (HBr) และไฮโดรเจนฟลูออไรด์ (HF) และฮาโลเจน ( $X_2$ ) ได้แก่ คลอไรด์ ( $Cl_2$ ) และโบรไมด์ ( $Br_2$ ) จากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทโรงงานอุตสาหกรรม สำหรับแหล่งกำเนิดที่มีระบบควบคุมมลพิษแบบ Wet scrubber และมีการระบายฝุ่นละอองหรือไอกรด (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 ไม่ควรใช้ใยแก้วดูดตรงปลายท่อชักตัวอย่างด้าน 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 ควรใช้ไซซันที่ทำจากซิลิโคนหาบางๆบริเวณรอยต่อของอุปกรณ์ต่างๆที่เชื่อมเข้าด้วยกันเพื่อป้องกันการรั่วของชุดเก็บตัวอย่าง

2.1.3 Impinger ประกอบด้วย Impinger ชนิด Midget impinger ขนาดปริมาตร 30 มิลลิลิตร จำนวน 4 ใบ เรียงต่อกันด้วยข้อต่อทำด้วยแก้วปราศจากรอยร้าว ควรใช้ไซซันที่ทำจากซิลิโคนหาบางๆบริเวณรอยต่อของอุปกรณ์ต่างๆที่เชื่อมเข้าด้วยกันเพื่อป้องกันการรั่วของชุดเก็บตัวอย่าง

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 และช่วยปกป้องเครื่องมือตรวจวัดและเครื่องสูบลูกอากาศจากความชื้น 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 หรือ คอวอร์ช และแผ่นรองแผ่นกรองควรทำด้วยเทฟลอน

2.1.7 สายเก็บตัวอย่างอากาศ (Sample line) เป็นชนิดปราศจากรอยร้าวและสามารถยึดต่อเข้ากันได้ดีกับ Impinger ใบสุดท้ายและวาล์วแบบเข็ม (needle valve)

2.1.8 เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศ แบบโรตاميเตอร์ (rotameter) หรือแบบอื่นที่เทียบเท่า สามารถวัดอัตราการไหลได้ที่ 2 ลิตรต่อนาที (0.07 ลูกบาศก์ฟุตต่อนาที) และคลาดเคลื่อนได้ภายในร้อยละ 2 ของอัตราการไหลที่เลือก เครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศควรเป็นชนิดที่สามารถอ่านค่าได้ 0 - 5 ลิตรต่อนาที

2.1.9 เครื่องสูบอากาศ (pump) แบบ Leak-Free Diaphragm Pump หรือเครื่องสูบอากาศแบบอื่นที่มีคุณสมบัติเทียบเท่า โดยมีถังพักอากาศขนาดเล็ก (Surge Tank) ติดตั้งไว้ระหว่างเครื่องสูบอากาศและเครื่องวัดอัตราการไหลของอากาศเพื่อให้อัตราการไหลของอากาศเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ เครื่องสูบอากาศควรมีความสามารถในการสูบล้ออากาศออกจากระบบที่เชื่อมต่อกันแล้วได้ในอัตรา 2 ลิตรต่อนาที

2.1.10 ไชซ์สำหรับทากูกปิด (Stopcock Grease) ทำจากซิลิโคนที่มีคุณสมบัติไม่ละลายในอะซีโตนและทนความร้อน

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 หรือ แอนนิรอยด์ (aneroid) หรือแบบอื่นที่เทียบเท่าที่สามารถวัดความดันบรรยากาศได้ถึง 2.5 มิลลิลิตรปรอท (หรือ 0.1 นิ้วปรอท)

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

2.1.15 เครื่องมือตรวจวัดอุณหภูมิ (Temperature measuring device) สามารถตรวจติดตามอุณหภูมิของท่อซັกดตัวอย่างอากาศ และอุณหภูมิของระบบเก็บตัวอย่างตั้งแต่บริเวณด้าน outlet ของท่อซັกดตัวอย่างอากาศถึงด้าน inlet ของ Impinger ไบท์ที่ 1

2.1.16 ถังน้ำแข็ง (Ice water bath) เพื่อควบคุมอุณหภูมิในส่วนของ Impinger ป้องกันไม่ให้เกิดการสูญเสียสารละลายดูดซึ่มกรดและเบสเนื่องจากการระเหย

## 2.2 ขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่าง

2.2.1 Wash bottle ทำด้วยโพลีเอทิลีน ขนาด 500 มิลลิลิตร หรือใหญ่กว่า จำนวน 2 ไบท์

2.2.2 ขวดเก็บตัวอย่างทำจากโพลีเอทิลีนความหนาแน่นสูง พร้อมฝาปิดแบบเกลียวทำจาก เทฟลอน 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 สำหรับใช้เจือจางตัวอย่างให้ได้อยู่ในช่วงการปรับเทียบความถูกต้องของเครื่องอิมมูโนโครมาโตกราฟี (IC)

2.3.3 เครื่องอิมมูโนโครมาโตกราฟี (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 สารละลายดิวต์ซิมกรด (กรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.1 N) เตรียมสารละลาย 100 มิลลิลิตรดังนี้ ค่อยๆ ใส่กรดซัลฟูริกเข้มข้นปริมาตร 0.28 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรที่มีน้ำกลั่นประมาณ 90 มิลลิลิตร และกวนไปพร้อมๆ กัน แล้วปรับปริมาตรสุดท้ายให้ได้ 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น ผสมให้เข้ากัน

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

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

3.1.5 ซิลิกาเจล (Silica gel) ขนาด 6-16 mesh หรือเทียบเท่า หากซิลิกาเจลผ่านการใช้งานแล้ว ให้นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 175 องศาเซลเซียส (หรือ 350 องศาฟาเรนไฮต์) ประมาณ 2 ชั่วโมง

#### 3.2 ขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่าง

3.2.1 น้ำกลั่นดีไอออนไนซ์ เหมือนกับ 3.1.1

3.2.2 สารละลายแบลลงค์ใช้ในการดูดซึมสารเคมี สำหรับใช้วิเคราะห์ควบคู่ไปกับการวิเคราะห์ตัวอย่างอากาศ เตรียมโดยเจือจางสารละลายที่ใช้ในการดูดซึมสารแต่ละชนิดปริมาตร 30 มิลลิลิตร ในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ข้างแล้ว จากนั้นปรับปริมาตรสุดท้ายให้ได้ 100 มิลลิลิตร โดยการเติมน้ำ ผสมให้เข้ากัน

3.2.3 สารละลายเกลือเฮไลด์มาตรฐาน (Halide Salt Stock Standard Solutions) เตรียมจาก โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) โซเดียมโบรไมด์ (NaBr) และ โซเดียมฟลูออไรด์ (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 และ โซเดียมฟลูออไรด์ 2.2-2.3 กรัม แล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร คำนวณหาค่าความเข้มข้นของโซเดียมโบรไมด์ไอออนและโซเดียมฟลูออไรด์ไอออนโดยใช้สมการ 26-2 และ 26-3 ใน 8.2 อีกทางเลือกหนึ่งคือใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่มีขาย โดยเก็บไว้ในตู้เย็นได้ไม่เกิน 1 เดือน

3.2.4 Chromatographic Eluent สำหรับ Nonsuppressed IC ซึ่งใช้หอแลกเปลี่ยนไอออนที่มี base เป็นซิลิกาหรือเรซิน คือสารละลายประกอบด้วยสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 4 ซึ่งถูกปรับค่า pH เท่ากับ 4.0 โดยใช้สารละลายโซเดียมโบเรตอิ่มตัว และสารละลาย 4-hydroxy benzoate ความเข้มข้น 4 มิลลิโมล (mM) ซึ่งถูกปรับค่า pH เท่ากับ 8.6 โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 N ส่วน Eluents สำหรับ Suppressed IC คือสารละลายประกอบด้วยโซเดียมโบคาร์บอเนตความเข้มข้น 3 มิลลิโมล และโซเดียมคาร์บอเนตความเข้มข้น 2.4 มิลลิโมล อาจจะใช้สารละลายชนิดอื่นที่ถูกปรับให้ได้ pH เหมือนกันและไม่มีไอออนที่รบกวนผลการวิเคราะห์ ในกรณีใช้ Suppressed IC ถ้าผล water dip จากการฉีดตัวอย่างรบกวน chloride peak ให้ใช้สารละลายโซเดียมโบคาร์บอเนตความเข้มข้น 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 ไบท์ที่ 1 เป็น knockout impinger (ว่างเปล่า)  
(2) Impinger ไบท์ที่ 2 และ 3 ให้เติมสารละลายดูดซึ่มกรด (กรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.1 N) ปริมาตร 15 มิลลิลิตร

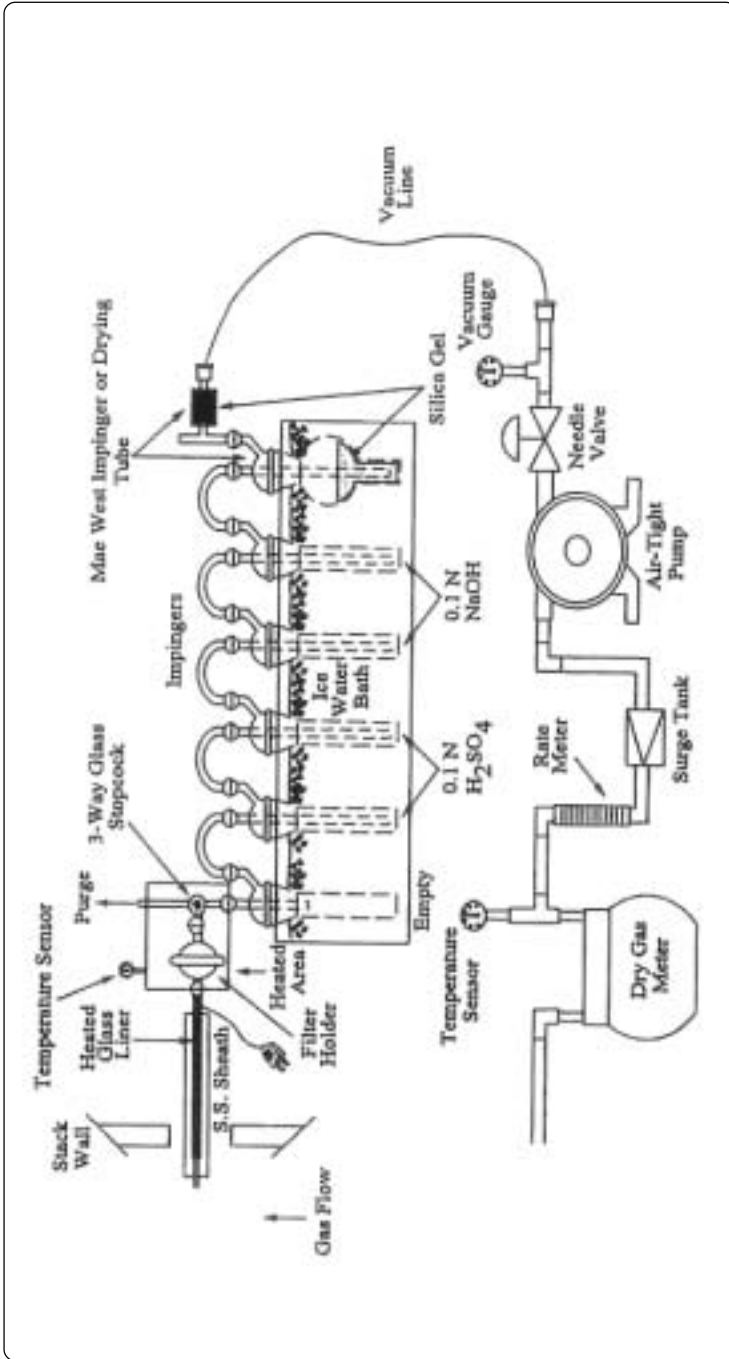
(3) Impinger ไบท์ที่ 4 และ 5 ให้เติมสารละลายดูดซึ่มเบส (โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 N) ปริมาตร 15 มิลลิลิตร

(4) Impinger ไบท์ที่ 6 ให้ใส่ซิลิกาเจล หรือใช้ drying tube บรรจุซิลิกาเจล

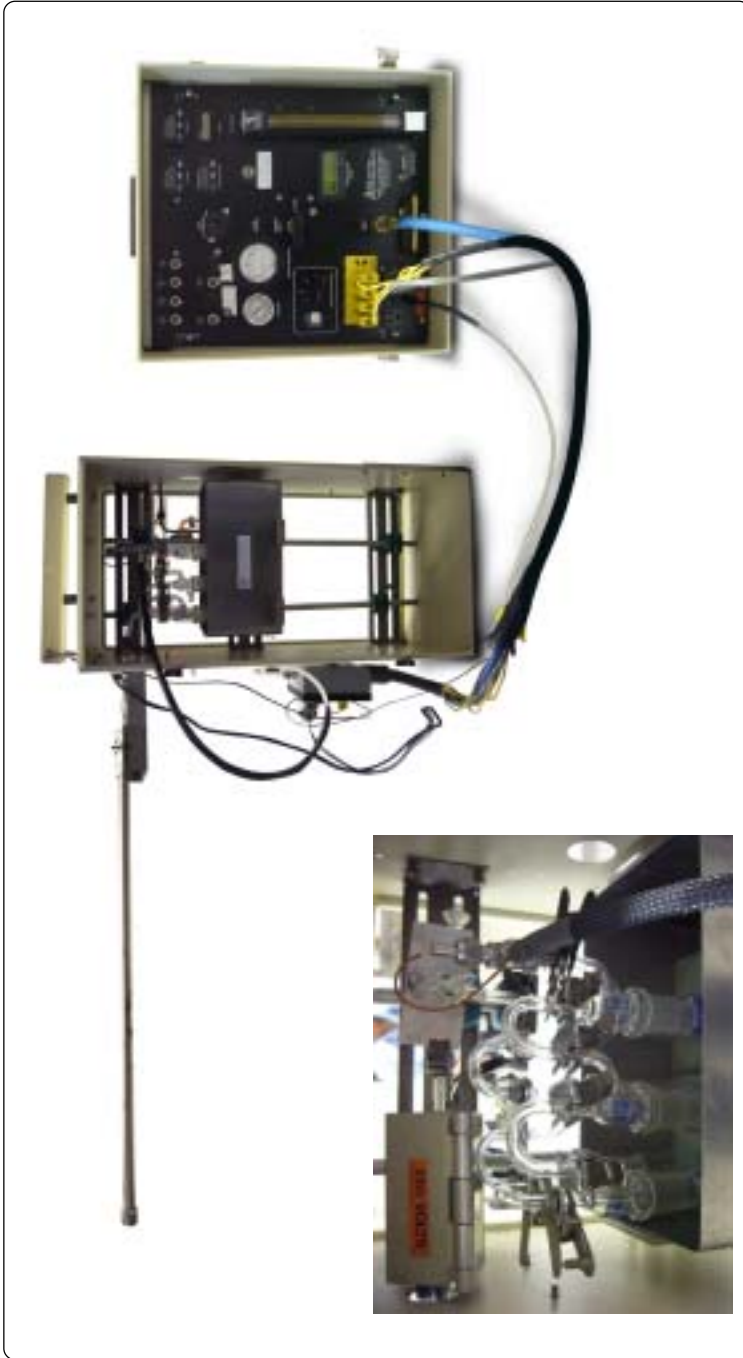
4.1.2 ปรับอุณหภูมิของท่อชักตัวอย่างอากาศ แผ่นกรอง และ stopcock และบริเวณที่จะต้องมีการให้ความร้อน ให้มีอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิของแหล่งกำเนิดอย่างน้อย 20 องศาเซลเซียส และมากกว่า 120 องศาเซลเซียส (248 องศาฟาเรนไฮต์) เพื่อป้องกันไม่ใหตัวอย่างอากาศเกิดการควบแน่นเป็นหยดน้ำ ควรหมั่นตรวจสอบค่าอุณหภูมิตลอดเวลาเพื่อให้ได้อุณหภูมิที่คงที่ตลอดระยะเวลาที่ทำการเก็บตัวอย่าง

4.1.3 ขั้นตอนการตรวจสอบรอยรั่ว (Leak-Check Procedure) อาจไม่จำเป็นต้องตรวจสอบรอยรั่วก่อนการเก็บตัวอย่าง แต่ต้องทำการตรวจสอบรอยรั่วหลังการเก็บตัวอย่าง โดยให้ปฏิบัติดังนี้





ภาพที่ 26-1 แสดงชุดเก็บตัวอย่างก๊าซไฮโดรเจนเฮไลด์และฮาโลเจนจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของ  
แหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่



ภาพที่ 26-1ก แสดงชุดเก็บตัวอย่างก๊าซไฮโดรเจนแฮไลด์และฮาโลเจนจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่

4.1.3.1 ติดตั้ง Rotameter (0-40 มิลลิลิตรต่อนาที) เข้ากับทางออก (Outlet) ของเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง และวางเครื่องวัดสูญญากาศไว้ที่ทางเข้า (inlet) ของท่อชักตัวอย่างหรือใกล้ๆ อุณหภูมิท่อเก็บตัวอย่างด้านที่ดึงอากาศเข้า (inlet) และดึงอากาศให้ระบบเป็นสูญญากาศที่ 250 มิลลิเมตรปรอท (10 นิ้วปรอท) บันทึกค่าอัตราการไหลจากโรตاميเตอร์ อัตราการรั่วของชุดเก็บตัวอย่างอากาศจะต้องมีค่าไม่เกินร้อยละ 2 ของอัตราการชักตัวอย่างอากาศโดยเฉลี่ย

**ข้อควรระวัง** เมื่อเสร็จสิ้นการตรวจสอบรอยรั่วแล้ว ค่อยๆ ปลดอยุคยางที่อุณหภูมิต่อตัวอย่างอากาศออกช้าๆ แล้วจึงปิดเครื่องสูบลมอากาศ

4.1.4 ขั้นตอนการไล่อากาศออกจากระบบ (Purge Procedure) ก่อนเริ่มทำการชักตัวอย่าง ให้ต่อสาย purge line เข้ากับ stopcock เปิดวาล์วของ stopcock เพื่อให้เครื่องสูบลมอากาศสามารถไล่อากาศออกจากท่อชักตัวอย่างได้ เปิดเครื่องสูบลมอากาศและปรับอัตราการไหลของอากาศ 2 ลิตรต่อนาที ทำการไล่อากาศออกจากระบบเป็นเวลาอย่างน้อย 5 นาที ก่อนทำการชักตัวอย่าง

#### 4.1.5 การชักตัวอย่างอากาศ (Sample Collection)

4.1.5.1 วางปลายท่อชักตัวอย่างอากาศในตำแหน่งชักตัวอย่าง บันทึกค่าเริ่มต้นของเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง และความดันบรรยากาศ เปิดเครื่องสูบลมอากาศ ค่อยๆ ปรับค่าสูญญากาศ 25 มิลลิเมตรปรอท (1 นิ้วปรอท) เปิดวาล์ว stopcock เพื่อให้อากาศถูกดึงเข้าสู่ชุด Impinger ปรับอัตราการไหลของอากาศ 2 ลิตรต่อนาที และรักษาอัตราการไหลของอากาศคงที่ร้อยละ  $\pm 10$  ในขณะที่ทำการชักตัวอย่างอากาศ

4.1.5.2 ระหว่างที่ดำเนินการเก็บตัวอย่างให้บันทึกค่าต่อไปนั ปริมาตรอากาศแห้ง อุณหภูมิที่เครื่องวัดอากาศแห้งและที่ทางออก (outlet) ของ Impinger ไบสดท้าย อัตราการไหลของอากาศ ค่าอุณหภูมิที่อ่านได้จากเครื่องตรวจวัด และค่าสูญญากาศ ทุกๆ 5 นาทีเป็นอย่างน้อย ให้รักษาระดับอุณหภูมิของชุด Impinger ในขณะที่ชักตัวอย่างอากาศ โดยการใส่น้ำแข็งรอบๆ ชุด Impinger เพื่อให้ก๊าซที่ออกจาก Impinger ไบสดท้าย มีอุณหภูมิที่ 20 องศาเซลเซียส (68 องศาฟาเรนไฮต์) หรือต่ำกว่า

4.1.5.3 ควรทำการชักตัวอย่างอากาศเป็นระยะเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง หากใช้ระยะเวลาน้อยกว่า อาจส่งผลให้ค่าความเข้มข้นของไฮโดรเจนคลอไรด์มีความไม่น่าเชื่อถือเนื่องจากมี Negative bias เกิดขึ้น

4.1.5.4 เมื่อเสร็จสิ้นการชักตัวอย่าง ให้ดึงท่อชักตัวอย่างอากาศออกจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสีย ทิ้งไว้ให้อุณหภูมิเย็นลง และทำการตรวจสอบรอยรั่วตามขั้นตอนในข้อ 4.1.3

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

4.2.1 Impinger ไบท์ 1, 2 และ 3 (Knockout and Acid Impinger) ให้เทสารลงในขวดเก็บตัวอย่างไบท์ 1 ล้าง Impinger และเชื่อมต่อแก้วต่างๆ ด้วยน้ำกลั่น โดยเริ่มตั้งแต่ stopcock จนถึงเชื่อมต่อแก้วที่เชื่อมต่อด้านทางเข้าของ Impinger ตัวที่ 3 (inlet) ปิดขวดเก็บตัวอย่างให้สนิท ผสมให้เข้ากัน ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลว และเขียนป้ายบอกรายละเอียดกำกับที่ขวด

4.2.2 Impinger ไบท์ 4 และ 5 (Alkaline Impinger) ให้เทสารลงในขวดเก็บตัวอย่างไบท์ 2 ล้าง Impinger และเชื่อมต่อแก้วต่างๆ โดยเริ่มตั้งแต่เชื่อมต่อแก้วที่เชื่อมต่อด้านทางออกของ Impinger ตัวที่ 3 (outlet) จนถึงเชื่อมต่อแก้วที่เชื่อมต่อด้านทางเข้าของ Impinger ไบท์ 6 ด้วยน้ำกลั่น ใส่โซเดียมไฮโอซัลเฟต ปริมาณ 25 มิลลิกรัมต่อปริมาณฮาโลเจนในหน่วยส่วนในล้านส่วน (ppm) ที่คาดว่าจะมีในอากาศเสียคูณด้วยปริมาตรอากาศเสียที่ชักตัวอย่าง (หมายเหตุ : ปริมาณโซเดียมไฮโอซัลเฟตที่ใช้ ได้รวมค่า Safety factor ประมาณ 5 เพื่อให้แน่ใจว่าโซเดียมไฮโอซัลเฟตสามารถทำปฏิกิริยากับสารละลายกรดไฮโปฮาลัส (Hypohalous acid) ในสารละลายเบสเกิด second Cl<sup>-</sup> 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 ตามลำดับโดยใช้น้ำล้างโดยตรงจากขวดฉีดน้ำกลั่นใส่โซเดียมไฮโอซัลเฟตในสัดส่วน ที่เท่ากันกับที่ใส่ในขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 2 ลงใน 0.1 N NaOH absorbing reagent blank (ขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 4) ปิดขวดเก็บตัวอย่างให้สนิท ผสมให้ เข้ากัน ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลว และเขียนป้ายบอกรายละเอียด กำกับที่ขวด

4.2.3.2 ให้เก็บน้ำกลั่นที่ใช้ในการล้างตัวอย่าง ลงในขวดเก็บ ตัวอย่างใบที่ 5 โดยมีปริมาตรเท่ากับปริมาตรตัวอย่างในขวดเก็บตัวอย่างใบที่ 1 และ 2 ปิดขวดเก็บตัวอย่างให้สนิท ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลว และเขียนป้ายบอกรายละเอียดกำกับที่ขวด

4.2.4 ก่อนการขนย้ายตัวอย่าง ตรวจสอบขวดเก็บตัวอย่างทุกขวด เพื่อให้มั่นใจว่าปิดฝาสนิท และพันด้วยเทปเทพลอนที่ฝาปิด ขวดเก็บตัวอย่าง ต้องตั้งตรงในระหว่างการขนย้าย

## 5. การควบคุมคุณภาพ (Quality Control)

### 5.1 การควบคุมคุณภาพทั่วไป

หัวข้อ	มาตรการการควบคุมคุณภาพ	ผลกระทบ
4.1.3 และ 6.1	การตรวจสอบรอยรั่ว และการเปรียบเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์เก็บตัวอย่าง	ตรวจสอบให้มั่นใจว่าการตรวจวัด อัตราการไหลและปริมาตร อากาศเสียถูกต้องแม่นยำ
7.3	Audit Sample Analysis	ประเมินเทคนิคและการเตรียม สารมาตรฐานของนักวิเคราะห์

### 5.2 การตรวจสอบระบบเครื่องตรวจวัด ปฏิบัติตามขั้นตอน ในวิธีที่ 5

## 6. การปรับเทียบความถูกต้องและการปรับเทียบมาตรฐาน (Calibration and Standardisation)

**6.1 หัวเก็บตัวอย่าง Pitot Tube** ระบบเครื่องตรวจวัด อุปกรณ์ให้ความร้อนท่อชักตัวอย่าง อุปกรณ์วัดอุณหภูมิ การตรวจสอบรอยรั่วระบบเครื่องตรวจวัด และบารอมิเตอร์ ปฏิบัติตามขั้นตอน ในวิธีที่ 5

### 6.2 การทำกราฟปรับเทียบความถูกต้อง (Ion Chromatograph)

6.2.1 การปรับเทียบความถูกต้องของสารมาตรฐาน ให้เจือจาง สารละลายเกลือเฮไลต์มาตรฐานปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร หรือมากกว่าให้ได้ ปริมาตรที่สะดวก ด้วยกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.1 N หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 N แล้วแต่ว่าเป็นสารละลายดูดซึมกรดหรือต่าง ให้เตรียม สารละลายเกลือเฮไลต์มาตรฐานที่ใช้ในการปรับเทียบความถูกต้องอย่างน้อย 4

ตัวอย่าง (ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ กัน) เพื่อจะได้กราฟของ field sample (ตัวอย่างที่เตรียมไปในภาคสนามแต่ไม่ได้ใช้) ที่เป็นเส้นตรง

6.2.2 ใช้สารละลายที่เตรียมใน 6.2.1 จำนวน 1 ตัวอย่างของ สารละลายแต่ละชุดมาทดสอบดูการแยกยอดกราฟของสารแต่ละชนิดที่สนใจ

6.2.3 ฉีดสารละลายแต่ละชุดเข้าเครื่องอิมมูโนโครมาโตกราฟี โดยเริ่ม จากสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นต่ำสุดก่อน ทั้งก่อนและหลังการฉีด Quality Control Sample, Reagent Blanks และ Field Samples โดยให้มีความคลาดเคลื่อนได้ไม่เกินร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ยของการฉีดซ้ำ 2 ครั้ง

6.2.4 หาค่าพื้นที่ใต้ยอดกราฟ หรือความสูงของยอดกราฟของ สารละลายมาตรฐาน แล้วลงในกราฟระหว่างค่าพื้นที่หรือความสูงกับความเข้มข้น ของเฮไลด์อิมมูโนในหน่วยไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

6.2.5 ลากเส้นกราฟผ่านจุดที่ได้จาก 6.2.4 โดยใช้ linear regression เพื่อคำนวณหาสมการของเส้นกราฟนั้น

## 7. วิธีการวิเคราะห์

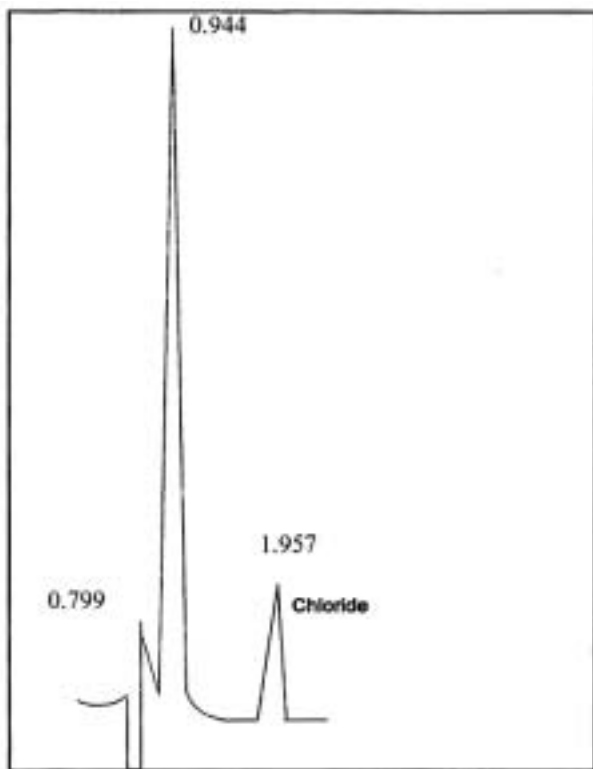
### (Analytical Procedure)

7.1 การตรวจสอบการสูญเสียตัวอย่าง โดยการตรวจสอบระดับของของเหลว ในภาชนะบรรจุว่ามีการรั่วไหลระหว่างการขนย้ายหรือไม่ หากพบว่าปริมาณ การรั่วไหลมีมากจนสังเกตเห็นได้ชัด ให้ยกเลิกตัวอย่างนั้น และบันทึกลงในแบบ รายงานผลการวิเคราะห์

### 7.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ตัวอย่าง

7.2.1 ถ่ายเทสารจากขวดเก็บตัวอย่างลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นที่ใช้ในภาคสนามให้เป็น 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 และตั้งค่าการตรวจจับการนำไฟฟ้าไว้ที่ 1.0  $\mu\text{s}$  full scale แสดงดังภาพที่ 26-2



ภาพที่ 26-2 ตัวอย่างโครมาโตแกรม



7.2.3 ก่อนการวิเคราะห์ตัวอย่าง ให้ตั้งค่า baseline คงที่ แล้วฉีดน้ำกลั่น และหาว่ามีคลอไรด์ไอออน โบรไมด์ไอออน หรือฟลูออไรด์ไอออน ปรากฏในโครมาโตแกรมหรือไม่ ถ้ามี ให้ฉีดซ้ำจนกว่าจะไม่มีปรากฏอยู่ในโครมาโตแกรม การวิเคราะห์ตัวอย่างสารละลายดูดซึมชนิดกรดและต่างต้องใช้กราฟเปรียบเทียบมาตรฐานแยกกัน ให้เตรียมกราฟของแต่ละชนิดตามขั้นตอน 6.2

7.2.4 ระหว่างการฉีดชุดสารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการทำกราฟเปรียบเทียบมาตรฐาน ให้ฉีด reagent blanks, quality control sample และ field samples ซ้ำ 2 ครั้ง วัดพื้นที่หรือความสูงของยอดกราฟของคลอไรด์ไอออน โบรไมด์ไอออน หรือฟลูออไรด์ไอออน ให้ใช้ค่าเฉลี่ยของการฉีดซ้ำเพื่อหาค่าความเข้มข้นของ field samples และ reagent blanks โดยใช้กราฟเปรียบเทียบมาตรฐาน และค่าความแตกต่างของการฉีดซ้ำดังกล่าวต้องมีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกินร้อยละ 5 ของค่าเฉลี่ย กรณีที่ค่าเฉลี่ยคลาดเคลื่อนเกินกว่าร้อยละ 5 ให้ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วเฉลี่ยค่าทั้ง 4 ครั้งเพื่อหาค่าการตอบสนองเฉลี่ย เจือจางตัวอย่าง และแปลงคด้วยน้ำกลั่นในปริมาตรที่เท่ากันในกรณีที่มีความเข้มข้นเกินค่าสูงสุดของสารละลายมาตรฐาน

### 7.3 การวิเคราะห์ตัวอย่างสำหรับการตรวจสอบความถูกต้อง (Audit Sample Analysis)

7.3.1 เมื่อวิธีที่ใช้วิเคราะห์สารตัวอย่างเพื่อแสดงว่าการปล่อยสารมลพิษเป็นไปตามข้อกำหนด ต้องมีการวิเคราะห์ตัวอย่างใช้สำหรับการตรวจประเมินด้วย

7.3.2 การวิเคราะห์ตัวอย่างที่ใช้ในการตรวจประเมิน ตัวอย่างต้องตรวจสอบด้วยวิธีการเดียวกันใช้เพื่อตรวจสอบวิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐาน และเทคนิคของผู้วิเคราะห์

7.3.3 การวิเคราะห์สารตัวอย่างและสารที่ใช้ตรวจสอบ ต้องวิเคราะห์โดยผู้วิเคราะห์คนเดียวกัน สารเคมีและวิธีการวิเคราะห์เดียวกัน และควรมีการทำซ้ำ

## 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 10 เปอร์เซ็นต์ ต้องมีการทำการทดลองใหม่จนกว่าปัญหาจะได้รับการแก้ไข ทำการวิเคราะห์สารตรวจสอบให้ได้ตามเกณฑ์ตามที่กำหนด ในระหว่างที่ปฏิบัติตามขั้นตอนดังกล่าว อาจเลือกใช้ข้อมูลที่กำหนดสถานะภาพว่าค่านั้นอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานหรือไม่

## 8. การวิเคราะห์ข้อมูล และการคำนวณ

### (Data Analysis and Calculations)

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

### 8.1 สัญลักษณ์ที่ใช้ (Nomenclature)

$B_x$  = ความเข้มข้นโดยน้ำหนักของ absorbing solution blank มีหน่วยเป็นไมโครกรัมของเฮไลด์อฮอน ( $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $F^-$ ) ต่อมิลลิลิตร ต้องไม่เกิน 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ซึ่งมีค่าเป็น 10 เท่าของ analytical detection limit คือ 0.1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ( $\mu g/ml$ )

- C = ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเฮไลด์ (HX) หรือฮาโลเจน ( $X_2$ ) มีหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เมตรที่สภาวะแห้ง (mg/dscm)
- K =  $10^{-3}$  มิลลิกรัมต่อไมโครกรัม (mg/ $\mu$ g)
- $K_{\text{HCl}}$  = 1.028 (ไมโครกรัมไฮโดรเจนคลอไรด์ต่อไมโครกรัม-โมล) / (ไมโครกรัมคลอไรด์ไอออนต่อไมโครกรัม-โมล) ( $\mu\text{g HCl} / \mu\text{g-mole}$ ) / ( $\mu\text{g Cl}^- / \mu\text{g-mole}$ )
- $K_{\text{HBr}}$  = 1.013 (ไมโครกรัมไฮโดรเจนโบรไมด์ต่อไมโครกรัม-โมล) / (ไมโครกรัมโบรไมด์ไอออนต่อไมโครกรัม-โมล) ( $\mu\text{g HBr} / \mu\text{g-mole}$ ) / ( $\mu\text{g Br}^- / \mu\text{g-mole}$ )
- $K_{\text{HF}}$  = 1.053 (ไมโครกรัมไฮโดรเจนฟลูออไรด์ต่อไมโครกรัม-โมล) / (ไมโครกรัมฟลูออไรด์ไอออนต่อไมโครกรัม-โมล) ( $\mu\text{g HF} / \mu\text{g-mole}$ ) / ( $\mu\text{g F}^- / \mu\text{g-mole}$ )
- $m_{\text{HX}}$  = มวลของไฮโดรเจนคลอไรด์ ไฮโดรเจนโบรไมด์ และไฮโดรเจนฟลูออไรด์ ในตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม ( $\mu\text{g}$ )
- $m_{X_2}$  = มวลของคลอรีน ( $\text{Cl}_2$ ) หรือ โบรมีน ( $\text{Br}_2$ ) ในตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม ( $\mu\text{g}$ )
- $S_x$  = การวิเคราะห์ของตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัมของเฮไลด์ไอออน ( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{F}^-$ ) ต่อมิลลิลิตร
- $V_{m(\text{std})}$  = ปริมาตรอากาศแห้งที่อ่านได้จากเครื่องวัดปริมาณอากาศแห้งและได้ปรับเป็นที่สภาวะมาตรฐาน (25 องศาเซลเซียส และ 760 มิลลิเมตรปรอท) มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เมตร
- $V_s$  = ปริมาตรของตัวอย่างที่ถูกกรองและเจือจางมีหน่วยเป็นมิลลิลิตร

**8.2** คำนวณความเข้มข้นของคลอไรด์ไอออน โบรไมด์ไอออน และฟลูออไรด์ไอออน ใน halide salt stock standard solutions โดยใช้สมการดังนี้

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

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

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

**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** ไมโครกรัมรวมของคลอรีน หรือโบรมีน ต่อตัวอย่าง คำนวณโดยใช้สมการดังนี้

$$m_{x_2} = V_s (S_{x^-} - B_{x^-}) \quad \text{สมการ 26-5}$$

**8.6** ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเฮไลด์หรือฮาโลเจนในอากาศเสีย คำนวณโดยใช้สมการดังนี้

$$C = K m_{\text{HX}, x_2} / V_{\text{m(std)}} \quad \text{สมการ 26-6}$$

## 9. คุณลักษณะของวิธีการตรวจวัด (Method Performance)

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

**9.2 ความคงที่ของตัวอย่าง (Sample Stability)** ตัวอย่างที่มีคลอไรด์ไอออนสามารถเก็บได้ถึง 4 สัปดาห์ สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไฮโดรเจนคลอไรด์และคลอรีน

**9.3 ขีดจำกัดการตรวจวัด (Detection Limit)** ขีดจำกัดในการตรวจวัดคลอไรด์ไอออนด้วย IC คือ 0.2  $\mu\text{g/ml}$  ขีดจำกัดในการตรวจวัดของสารอื่นควรเป็น 0.2  $\mu\text{g/ml}$  เช่นเดียวกัน ประมาณว่าสารละลายจาก Impinger ทั้งสองรวมกันได้ 50 ml ปลายปริมาตรอากาศที่สภาวะแห้งเป็น 0.06 dscm ดังนั้นขีดจำกัดในการตรวจวัดจากปล่องควรเป็น 0.1 ppm สำหรับ HCl และ  $\text{Cl}_2$

**9.4 สิ่งรบกวน (Interferences)** สารอินทรีย์ระเหยง่าย เช่น คลอรีนไดออกไซด์ ( $\text{ClO}_2$ ) และแอมโมเนียมคลอไรด์ ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) จะให้ฮาโลได์ไอออนที่แตกตัวในน้ำในขณะที่ทำการเก็บตัวอย่างซึ่งเป็นสิ่งรบกวนที่สำคัญ สิ่งรบกวนสำหรับการตรวจวัดฮาโลได์ ได้แก่ ก๊าซฮาโลเจน ที่ไม่ได้สัดส่วนกับไฮโดรเจนเฮไลด์ และกรดไฮโดรเฮลด์ที่แตกตัวในน้ำ อย่างไรก็ตาม การใช้สารละลายกรดแทนสารละลายที่เป็นกลาง และสารละลายเบสในการเก็บตัวอย่างไฮโดรเจนเฮไลด์ จะช่วยลดจำนวนฮาโลเจนที่แตกตัวในน้ำได้เป็นจำนวนมากในขณะเดียวกันการปรากฏของไฮโดรเจนโบรมایدและคลอรีน อาจเป็นสาเหตุให้ ไฮโดรเจนคลอไรด์มีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งจะสัมพันธ์กับ

คลอรีนที่มีค่าลดลงเนื่องจากการแตกตัวของไฮโดรเจนโบรไมด์และคลอรีนไนโตรเจนออกไซด์ ( $\text{NO}_x$ ) ที่มีค่าความเข้มข้นสูงอาจทำให้เกิดไนเตรท ( $\text{NO}_3^-$ ) ที่จะทำให้มีผลกระทบต่อการทำงานของโบรไมด์ไอออนได้ค่าที่ต่ำมาก

## 10. การรายงานผล

### (Reporting)

การรายงานผลการหาปริมาณการระบายไฮโดรเจนคลอไรด์จากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่ตามที่กำหนดไว้ในประกาศนี้ ให้จัดทำรายงานตามแบบและมีรายละเอียด ดังนี้

#### 10.1 ผลการชักตัวอย่างอากาศ

ให้บันทึกข้อมูลภาคสนามในการเก็บตัวอย่าง ในแบบบันทึกการเก็บตัวอย่างก๊าซไฮโดรเจนคลอไรด์

#### 10.2 ผลการเปรียบเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์ตรวจวัด ได้แก่

10.2.1 ข้อมูลการเปรียบเทียบความถูกต้องของระบบเครื่องตรวจวัด

10.2.2 ข้อมูลการเปรียบเทียบความถูกต้องของเครื่องวัดปริมาณอากาศแห้งให้ใช้แบบ

10.2.3 ข้อมูลในการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์ K

10.2.4 ข้อมูลในการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์ Y ของเครื่องวัดปริมาณอากาศแห้ง

ให้ทำรายงานตามแบบในวิธีที่ 5



Plant : \_\_\_\_\_ Date : \_\_\_\_\_

Sampling Location : \_\_\_\_\_ Run No : \_\_\_\_\_

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

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

$$= \underline{\hspace{10em}}$$

$$= \underline{\hspace{10em}} \text{ft}^3$$



วิธีที่ 29 การหาปริมาณการระบายสารโลหะจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสีย  
ของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่  
(Determination of Metal Emissions from Stationary Sources)

**1. หลักการและขอบเขตของวิธีการ  
(Principle and Applicability)**

**1.1 หลักการ (Principle)** ลักษณะเป็นการชักตัวอย่างจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดแบบไอโซไคเนติก (Isokinetic sampling) โดยฝุ่นละอองในกระแสอากาศจะถูกกรองเก็บด้วยตัวกรองที่มีระบบให้ความร้อนส่วนก๊าซที่ผ่านตัวกรองจะถูกเก็บโดยใช้สารละลายกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (สำหรับวิเคราะห์หาสารโลหะทั้งหมดรวมถึงปรอท (Hg)) และสารละลายกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต (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 โดยใช้ เครื่อง 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) อย่างไรก็ตามก็ตีกรณีที่ค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (Detection Limit) เป็นไปตามที่กำหนดในการทดสอบ สามารถใช้เครื่อง AAS ในการวิเคราะห์หาค่าโลหะทุกชนิดข้างต้นได้นอกจากนี้อาจจะใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma-mass Spectroscopy (ICP-MS) ในการวิเคราะห์หาค่า Sb, As, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, Ag, Tl, และ Zn

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

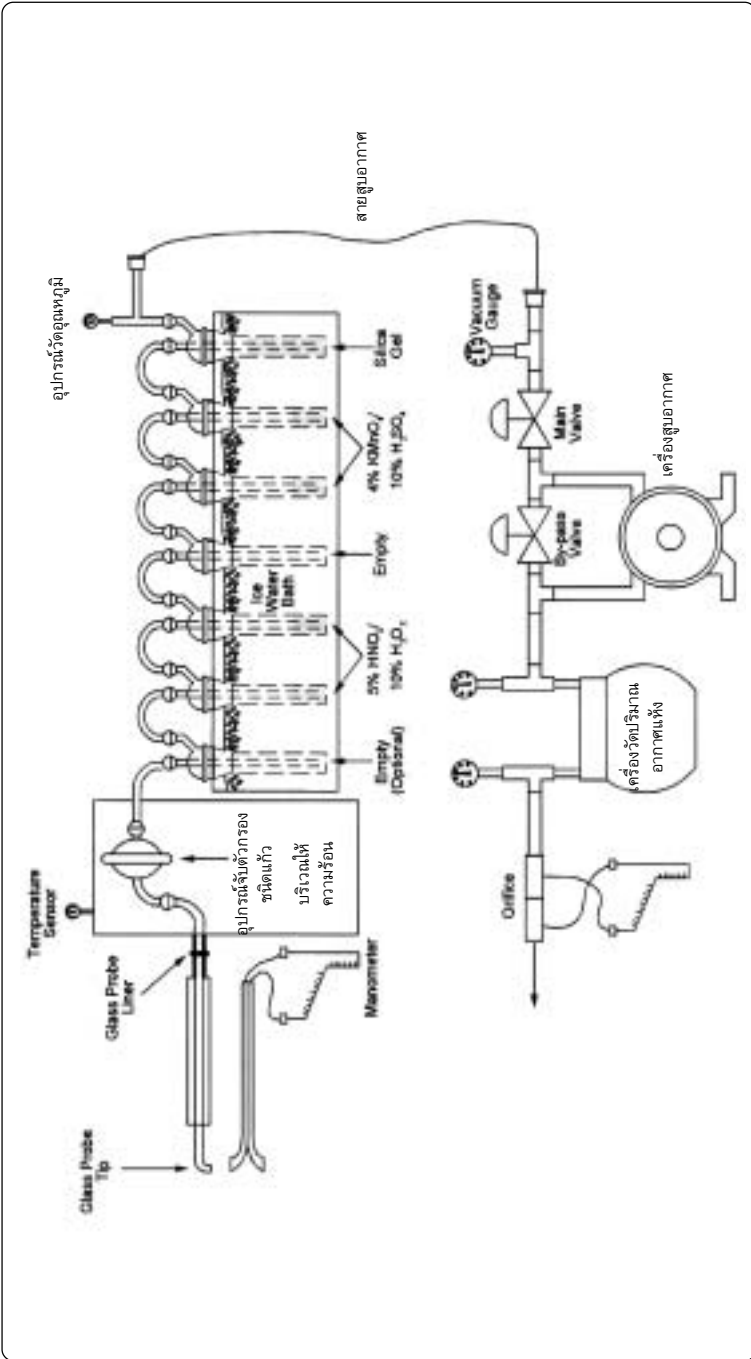
**1.2 ขอบเขตของวิธีการ (Applicability)** เพื่อหาปริมาณการระบายสารโลหะจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทโรงงานอุตสาหกรรม รวมทั้งปริมาณการระบายฝุ่นละอองจากปล่อง ซึ่งหากใช้หาปริมาณการระบายฝุ่นละอองจากปล่อง ผู้เก็บตัวอย่างอากาศควรมีความรู้พื้นฐานในการเก็บตัวอย่างอากาศตามวิธีที่ 5 และวิธีที่ 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 29-1 ก ควรใช้ข้อต่อ probe ที่ทำจากพลาสติก เช่น เทฟลอน หรือ โพลีเอทิลีน เป็นต้น แทนโลหะเพื่อป้องกันการปนเปื้อน หรืออาจจะใช้หัวเก็บตัวอย่างและท่อชักตัวอย่างทำจากแก้วที่เชื่อมเป็นชิ้นเดียวกัน

2.1.2 Pitot Tube และเกจวัดค่าความแตกต่างของความดัน (Differential Pressure Gauge) ใช้แบบเดียวกับวิธีที่ 2



ภาพที่ 29-1 แสดงชุดเก็บตัวอย่างสารโลหะหนัก



ภาพที่ 29-1ก หัวเก็บตัวอย่างและท่อชักตัวอย่าง

2.1.3 Filter Holder ทำจากแก้ว เหมือนกับ วิธีที่ 5 ยกเว้นให้ใช้ filter support ทำจากเทฟลอน หรือวัสดุที่ไม่ใช่โลหะ หรือวัสดุที่ไม่ทำให้เกิดการปนเปื้อน แทนการใช้แผ่น Glass frit

2.1.4 อุปกรณ์ให้ความร้อนกระดาษกรอง (Filter Heating System) ใช้แบบเดียวกับวิธีที่ 5

2.1.5 ชุดควบแน่น (Condenser) ใช้ระบบดังต่อไปนี้ในการควบแน่น และเก็บสารโลหะที่มีสถานะเป็นก๊าซ รวมทั้งในการหาปริมาณความชื้นของอากาศ ภายในปล่อง ชุดควบแน่นประกอบด้วย Impinger 4 ถึง 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) มี ลักษณะเหมือนกับ Impinger ใบที่ 1 ของวิธีที่ 5

(3) Impinger ใบที่ 3 (เป็น  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$  Impinger ใบที่ 2) เป็น แบบ Greenburg-Smith Impinger ที่มีปลายท่อเป็นแบบมาตรฐานมีลักษณะ เหมือนกัน 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 29-1ข แสดงชุดควบแน่น (Condenser)

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

2.1.7 เทปทำจากเทฟลอน ใช้ปิดปลายเปิดและพันตามรอยต่อของข้อต่อต่างๆ ของชุดเก็บตัวอย่าง (ถ้าจำเป็น)

**2.2 ขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่าง (Sample Recovery)** ใช้อุปกรณ์เหมือนกับวิธีที่ 5 ได้แก่ แปรงล้างท่อซัคตัวอย่างและหัวเก็บตัวอย่าง (Probe-Liner and Probe-Nozzle Brushes), ขวดล้าง (Wash Bottles), ขวดเก็บตัวอย่าง (Sample storage container), Petri Dishes, เครื่องชั่ง (Balance), ขวดพลาสติก (Plastic storage container) และกรวย (Funnel) โดยมีข้อยกเว้นดังนี้

2.2.1 แปรงล้างท่อซัคตัวอย่างและหัวเก็บตัวอย่าง (Probe-Liner and Probe-Nozzle Brushes) ทำจากวัสดุที่ไม่ใช่โลหะ เพื่อให้การล้างเก็บตัวอย่างโลหะจากตัวอย่างส่วนครั้งแรกของชุดเก็บตัวอย่าง ไม่มีการปนเปื้อนจากภายนอก

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

2.2.3 Petri Dish ทำด้วยแก้วหรือโพลีเอทิลีน ใช้สำหรับบรรจุกระดาษกรอง

2.2.4 กระบอกตวง ทำจากแก้วหรือวัสดุอื่นที่เทียบเท่า

2.2.5 กรวย ทำจากแก้วหรือวัสดุอื่นที่เทียบเท่า

2.2.6 ฉลากบอกรายละเอียดขวดเก็บตัวอย่าง

2.2.7 ปากคีบ (Tweezers) ทำจากโพลีเอทิลีน และ / หรือถุงมือพลาสติก ใช้ในการคีบกระดาษกรองจาก 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 หรือ เทียบเท่า) สำหรับย่อยตัวอย่าง

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

2.3.5 ขาตั้งและตัวยึด (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 บีเปต (Volumetric Pipets)

2.3.9 เครื่องชั่ง (Balance) มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.1 มิลลิกรัม

2.3.10 ไมโครเวฟ หรือตุ๋น สำหรับอบตัวอย่างที่ระดับความร้อนหรืออุณหภูมิที่กำหนด

2.3.11 เตาไฟฟ้า (Hot plate)

2.3.12 เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (AAS) ที่มี background corrector สำหรับลดตัวรบกวนของสเปกตรัม ประกอบด้วย 2 ระบบดังนี้

(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

### 3. สารเคมี

#### (Reagents and standards)

**3.1 ในกรณีที่ไม่ได้กำหนด** ให้ใช้สารเคมีตามมาตรฐานของ American Chemical Society หรือใช้สารเคมีที่มีคุณภาพดีที่สุดที่สามารถจัดได้

#### 3.2 สารเคมีที่ใช้สำหรับเก็บตัวอย่าง (Sampling reagents)

3.2.1 กระดาษกรองสำหรับเก็บตัวอย่าง ต้องเป็นชนิดที่ไม่มีสารอินทรีย์เจือปนและมีปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ต้องการจะตรวจวัดได้ไม่เกิน 1.3 ไมโครกรัมต่อตารางนิ้ว (สามารถตรวจสอบได้จากผู้ผลิต) ในกรณีที่ไม่มีข้อมูลดังกล่าวให้วิเคราะห์กระดาษกรองแบลนด์ (filter blank) เพื่อหาปริมาณโลหะแต่ละชนิดก่อนการนำไปใช้เก็บตัวอย่างจริง กระดาษกรองควรทำจากใยควอทซ์ (Quartz fiber) หรือใยแก้ว (Glass fiber) ที่มีคุณสมบัติตามข้างต้น นอกจากนี้กระดาษกรองยังต้องมีคุณสมบัติในการเก็บฝุ่นขนาด 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 ในกรณีที่จำเป็นต้องวิเคราะห์หาปริมาณสารโลหะในน้ำก่อนนำไปใช้ในภาคสนาม ค่าปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ปนเปื้อนในน้ำจะต้องไม่เกิน 1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

3.2.3 กรดไนตริกเข้มข้น (Concentrated  $\text{HNO}_3$ )

3.2.4 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (Concentrated  $\text{HCl}$ )

3.2.5 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) ความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร

3.2.6 โปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ )

3.2.7 กรดซัลฟูริกเข้มข้น (Concentrated  $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

3.2.8 สารดูดความชื้นประเภทซิลิกาเจล (Silica gel) และ น้ำแข็งบด เช่นเดียวกับวิธีที่ 5

**3.3 การเตรียมสารเคมีสำหรับเก็บตัวอย่าง (Pretest preparation of sampling reagents)**

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

3.3.2 สารละลายดูดซึมของกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$  ความเข้มข้นร้อยละ 4 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร และใน  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร) ให้เตรียมสารละลายสำหรับใช้งานวันต่อวัน โดยค่อยๆ

เติม  $H_2SO_4$  เข้มข้นปริมาตร 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 โดยปริมาตร ให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร เนื่องจากสารละลายที่ได้มีสภาพเป็นกรดตั้งนั้นจึงควรเตรียมและเก็บสารละลายไว้ในขวดแก้วเพื่อป้องกันการกัดกร่อน สารละลายนี้ต้องมีปริมาณปรอทปนเปื้อนไม่เกิน 2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร

**ข้อควรระวัง:** เพื่อป้องกันการสลายตัวของสารละลายเปอร์แมงกาเนต เนื่องจากปฏิกิริยาแคตตาไลติกแบบอัตโนมัติ (Autocatalytic Decomposition) ให้กรองสารละลายเปอร์แมงกาเนตที่ได้ผ่านกระดาษกรอง Whatman 541

3.3.3 สารละลายกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N ( $0.1\text{ N HNO}_3$ ) โดยเติม  $HNO_3$  ความเข้มข้นร้อยละ 70 ปริมาตร 6.3 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรที่มีน้ำบรรจุอยู่ประมาณ 900 มิลลิลิตร แล้วเจือจาง สารละลายด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน สารละลายจะต้อง มีปริมาณโลหะที่ต้องการจะตรวจวัดแต่ละชนิดปนเปื้อนไม่เกิน 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 ( $\text{HNO}_3$ ) ใช้เกรด Fisher ACS หรือเทียบเท่า

3.4.2 น้ำกลั่น ให้ได้มาตรฐานตาม ASTM Specification D1193 Type II

3.4.3 สารละลายกรดไนตริก ( $\text{HNO}_3$ ) 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 ( $\text{HNO}_3$ ) ของ Baker Instra-analysed หรือเทียบเท่า

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

3.5.5 สารละลายกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร โดยเติมกรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 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) คู่มือการเตรียมจาก EPA Method 6010, 6020, 7000, 7041, 7060, 7131, 7421, 7470, 7740 และ 7841

3.5.8 สแตนเนสคลอไรด์ (Stannous Chloride) คู่มือการเตรียมเช่นเดียวกับข้อ 3.5.7

3.5.9 โปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $KMnO_4$ ) ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร คู่มือการเตรียมเช่นเดียวกับข้อ 3.5.7

3.5.10 กรดซัลฟูริกเข้มข้น ( $H_2SO_4$ )

3.5.11 โปแตสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium Persulfate) ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร คู่มือการเตรียมเช่นเดียวกับข้อ 3.5.7

3.5.12 นิเกิลไนเตรท (Nickel Nitrate,  $Ni(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O$ )

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 (เกรต AAS)
- 3.5.26 สารละลายมาตรฐาน P 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรต AAS)
- 3.5.27 สารละลายมาตรฐาน Se 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรต AAS)
- 3.5.28 สารละลายมาตรฐาน Ag 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรต AAS)
- 3.5.29 สารละลายมาตรฐาน TI 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรต AAS)
- 3.5.30 สารละลายมาตรฐาน Zn 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรต AAS)
- 3.5.31 สารละลายมาตรฐาน Al 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรต AAS)
- 3.5.32 สารละลายมาตรฐาน Fe 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (เกรต AAS)
- หมายเหตุ** สารละลายมาตรฐานในข้อ 3.5.14-3.5.32 ให้ใช้เกรต 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 มิลลิลิตรโดยค่อยๆเติมกรด  $\text{HNO}_3$  ความเข้มข้นร้อยละ 15 โดยปริมาตรจำนวน 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  $\text{KMnO}_4$  ความเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตรจำนวน 5 มิลลิลิตร และกรด  $\text{HNO}_3$  ความเข้มข้นร้อยละ 15 โดยปริมาตรจำนวน 5 มิลลิลิตร เติมน้ำปรับปริมาตรให้ได้ 250 มิลลิลิตรผสมให้เข้ากัน

(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 สำหรับการปรับเทียบความถูกต้องในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICAP และตัวอย่างควบคุมคุณภาพ แบ่งออกเป็นสารละลายมาตรฐานแบบผสม 4 ชนิดดังนี้

- (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

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมข้างต้นโดยการรวมและเจือจางสารละลายมาตรฐาน 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรในปริมาตรที่เหมาะสมกับกรด  $\text{HNO}_3$  ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร ในการสร้างกราฟปรับเทียบความถูกต้องสามารถใช้สารละลายมาตรฐานผสมที่ระดับความเข้มข้นเดียวกับแบลด์ค์เป็นอย่างน้อย อย่างไรก็ตามให้เตรียมตัวอย่างควบคุมคุณภาพแยกต่างหากโดยการเตรียมตัวอย่างที่ทราบปริมาณโลหะโดยให้มีค่าอยู่ในช่วงกลางของกราฟปรับเทียบความถูกต้อง 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  $\text{HNO}_3$  ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และเขย่าพร้อมๆ กัน สำหรับ GFAAS ให้จับคู่สารละลายปรับเทียบมาตรฐานแบบแมทริกซ์ โดยให้เตรียมสารละลายมาตรฐาน 100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ด้วยการเติมสารละลายมาตรฐาน 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร จำนวน 1 มิลลิลิตรลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วย matrix solution ที่เหมาะสมให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

ทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ กัน โดยการเจือจางสารละลายมาตรฐาน 100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ให้สร้างกราฟปรับเทียบความถูกต้องโดยใช้สารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นอย่างน้อย 5 ระดับดังนี้ 0, 10, 50, 75 และ 100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ให้เตรียมตัวอย่างควบคุมคุณภาพโดยการแบ่งสารละลายมาตรฐาน 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร และเจือจางจนกระทั่งความเข้มข้นอยู่ในช่วงของตัวอย่าง การเตรียมสารละลายมาตรฐานใดๆที่มีโลหะเจือปนน้อยกว่า 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ให้เตรียมใช้วันต่อวันเป็นพื้นฐาน ส่วนสารละลายมาตรฐานที่มีโลหะเจือปนมากกว่า 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร สามารถเก็บได้เป็นเวลาอย่างน้อย 1-2 สัปดาห์

### 3.5.36 Matrix Modifiers

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

(2) สารละลาย Nickel Nitrate ความเข้มข้นร้อยละ 0.1 โดยปริมาตร เตรียมโดยเจือจางสารละลายนิกเกิลในเตรทความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยปริมาตร จำนวน 10 มิลลิลิตร ลงในน้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ฉีดยุ่อย่างและสารละลายนี้ในปริมาตรที่เท่ากันลงใน Graphite furnace ระหว่างการวิเคราะห์แบบ GFAAS สำหรับการวิเคราะห์หา As

(3) Lanthanum ให้ค่อยๆละลาย  $\text{La}_2\text{O}_3$  ปริมาณ 0.5864 กรัม ลงในสารละลายกรด  $\text{HNO}_3$  เข้มข้นปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางสารละลายด้วยน้ำประมาณ 50 มิลลิลิตร และคนไปพร้อมๆ กัน จากนั้นเจือจางด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน ฉีดยุ่อย่างและสารละลายนี้ในปริมาตรที่เท่ากันลงใน Graphite furnace ระหว่างการวิเคราะห์แบบ GFAAS สำหรับการวิเคราะห์หา Pb

(4) กระดาษกรอง Whatman 40 และ 541 หรือเทียบเท่า สำหรับการกรองตัวอย่างที่ถูดย่อยแล้ว

#### 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 ก็ไม่จำเป็นต้องอบหรือซั่งน้ำหนักกระดาศกรง ชั้นแรกให้ล้างเครื่องแก้วทั้งหมดของชุดเก็บตัวอย่างด้วยน้ำร้อน แล้วล้างในน้ำสบู่ร้อน จากนั้นให้ล้างเครื่องแก้ว 3 ครั้งด้วยน้ำก๊อก แล้วตามด้วยการล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง แล้วนำเครื่องแก้วทั้งหมดลงแช่ในสารละลายกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตรเป็นเวลา 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 ไบท์ 2 และ 3 ดังแสดงในภาพที่ 29-1 และใส่สารละลายดูดซึมของกรดโบแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต (เตรียมสารละลายตามข้อ 3.3.2) จำนวน 100 มิลลิลิตร ลงใน Impinger ไบท์ 5 และ 6 ดังแสดงในภาพที่ 29-1 ซั่งน้ำหนักซิลิกาเจลประมาณ 200-300 กรัม ใส่ใน Impinger ไบท์สุดท้าย หรืออาจจะซั่งน้ำหนักรวมของซิลิกาเจลกับ Impinger ก่อนที่จะประกอบ Impinger เข้ากับชุดเก็บตัวอย่าง

(2) ในกรณีที่ความชื้นของอากาศเสียมีปริมาณน้อยกว่า 100 มิลลิลิตร ไม่จำเป็นต้องใช้ Impinger ไบท์ 1 ซึ่งเป็นตัวดักความชื้น

(3) ในกรณีที่ไม่มีการวิเคราะห์หาค่าปรอท ไม่จำเป็นต้องใช้ Impinger ไบท์ 4 , 5 และ 6

(4) ให้ใช้เทปทำจากเทฟลอนหรือวัสดุอื่นที่มีคุณสมบัติไม่ก่อให้เกิดการปนเปื้อนกับตัวอย่าง เพื่อป้องกันปัญหาการรั่วและการปนเปื้อนแทนการใช้โซลันท์ซิลิโคน

**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 การคำนวณไอโซโตเนติก ให้คำนวณตามขั้นตอนใน วิธีที่ 5

## 4.2 การเก็บรักษาตัวอย่าง (Sample Recovery)

4.2.1 ให้เริ่มทำความสะอาดท่อชักตัวอย่างทันทีที่ตั้งท่อชักตัวอย่างออกจากปล่องเมื่อเสร็จสิ้นการเก็บตัวอย่างแล้ว ควรปล่อยให้ท่อชักตัวอย่างอากาศเย็นลงก่อนสักครู่ เพื่อความปลอดภัยในขณะที่ปฏิบัติการ ให้เช็ดฝุ่นที่ติดอยู่ภายนอกหัวเก็บตัวอย่างออกให้หมด นำจุกที่สะอาดและไม่มีสารปนเปื้อนสวมปิดปลายหัวเก็บตัวอย่างทันทีเพื่อป้องกันฝุ่นเข้าหรือออกจากตัวอย่างอากาศที่เก็บได้ แต่อย่าปิดจุกให้แน่นเกินไปในขณะที่ชุดเก็บตัวอย่างกำลังเย็นตัวลงเนื่องจากอาจเกิดสุญญากาศขึ้นใน Filter Holder และดึงน้ำจากชุด Impinger ไหลย้อนกลับได้

4.2.2 ก่อนการเคลื่อนย้ายชุดเก็บตัวอย่างอากาศไปยังสถานที่ที่สะอาดเพื่อดำเนินขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่าง ให้แยกประกอบท่อชักตัวอย่าง จากชุดเก็บตัวอย่าง และปิดครอบปลายเปิดทั้งหมด ระวังอย่าให้สูญเสียวของเหลวควบแน่นใดๆ ที่ปรากฏในอุปกรณ์ดังกล่าว ให้ปิดปลายเปิดด้านทางเข้าของกระดาศกรองซึ่งต่อกับท่อชักตัวอย่าง ถอดสายเก็บตัวอย่าง (Umbilical cord) ออกจาก Impinger ไบสตูท่าย และปิดครอบปลายเปิด Impinger โดยให้ใช้ฝาปิดทำจากวัสดุที่ไม่ปนเปื้อนกับสารเคมี อาจจะเป็นจุกแก้ว ฝาพลาสติก ฝาเซรามิก หรือเทปเทฟลอนเพื่อปิดปลายเปิดต่างๆ

4.2.3 หรืออาจใช้ขั้นตอนดังต่อไปนี้เพื่อถอดชุดเก็บตัวอย่างก่อนที่ท่อชักตัวอย่างและ Filter Holder จะเย็นสนิท ขั้นแรกให้แยกประกอบปลายทางออกของ Filter Holder จากปลายทางเข้าของ Impinger แล้วปิดฝาลวมๆ ที่ปลายทั้งสอง แล้วถอดท่อชักตัวอย่างออกจาก Filter Holder หรือทางเข้าของไซโคลน ปิดฝาลวมๆ 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 : \_\_\_\_\_

Sampling Location : \_\_\_\_\_

Run No : \_\_\_\_\_

Weight (g)	Filter No. _____	Impinger 1	Impinger 2	Impinger 3	Impinger 4	Total (m <sub>s</sub> )
Initial						
Final						
Difference						

$$\text{Standard volume of dry sample gas (V}_{s,dve}) = V_s \cdot Y \cdot (T_{std} / P_{std}) \cdot (P_b / T_b) \quad \text{where: } P_b = P_b + [(dH)_{wg} / 13.6]$$

$$= V_s \cdot Y \cdot (17.95 \cdot ^\circ R / \ln Hg) \cdot (P_b / T_b)$$

= \_\_\_\_\_

= \_\_\_\_\_ ft<sup>3</sup>

$$\text{Standard volume of water vapor condensed and collected in impingers (V}_{s,dwv}) = (0.04795 \text{ ft}^3/\text{g}) \cdot m_w$$

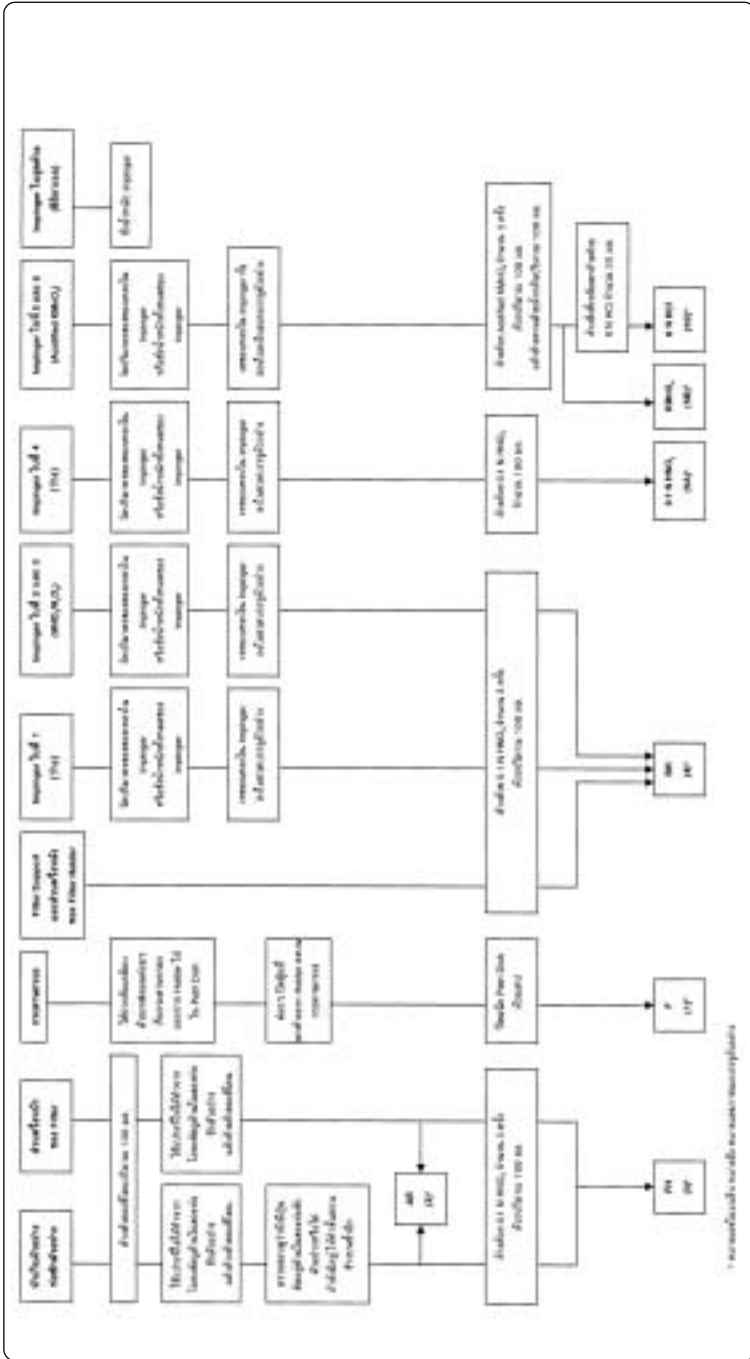
= \_\_\_\_\_

= \_\_\_\_\_ ft<sup>3</sup>

$$\text{Moisture content (B}_{wv}) = 100\% \cdot [(V_{s,dve}) / \{(V_{s,dve}) + (V_{s,dwv})\}]$$

= \_\_\_\_\_

= \_\_\_\_\_ %



ภาพที่ 29-2 แผนผังแสดงการเก็บรักษาตัวอย่างอากาศ

ภาพชนะเก็บตัวอย่างหมายเลข 1 (สำหรับกระดาศกรองตัวอย่าง) ให้นำกระดาศกรองออกจาก Filter Holder แล้ววางลงใน Petri Dish ใบเดิมที่ใช้บรรจุกระดาศกรองแผ่นนี้ ซึ่งติดฉลากบอกไว้แล้ว โดยให้ใช้ปากคีบชนิดเคลือบด้วยเทฟลอนหรือโพลีพรทิลีนที่ผ่านการล้างด้วยกรด ในกรณีที่ต้องพับกระดาศกรองให้พับด้านที่เก็บฝุ่นเข้าด้านใน จากนั้นค่อยๆ เชี่ยวเอากระดาศกรองและฝุ่นหรือใยกระดาศกรองที่ติดกับประเก็นของชุดกรองใส่ลงใน Petri Dish โดยใช้แปรงขนไนลอนที่ล้างด้วยกรดและปล่อยให้แห้ง ห้ามใช้วัสดุที่มีโลหะเจือปน ปิดฝานี้ Petri Dish ให้สนิท

ภาพชนะเก็บตัวอย่างหมายเลข 2 (สำหรับการล้างตัวอย่างด้วยอะซิโตน) ใช้ขั้นตอนนี้ในกรณีหาค่าการระบายฝุ่นละอองเท่านั้น ให้เก็บฝุ่นละอองและของเหลวควบแน่นใดๆ จากหัวซັกตัวอย่าง ข้อต่อของท่อซັกตัวอย่าง ท่อซັกตัวอย่าง และส่วนครั้งแรกของ Filter Holder โดยการล้างอุปกรณ์เหล่านี้ด้วยอะซิโตนปริมาตร 100 มิลลิลิตร และระวังอย่าให้ฝุ่นละอองที่จับอยู่ภายนอกท่อซັกตัวอย่างหรืออุปกรณ์อื่นๆ เข้าไปปนเปื้อนกับตัวอย่างที่เก็บได้ ต้องใช้อะซิโตนปริมาตร 100 มิลลิลิตรเท่านั้นเพื่อลดผลกระทบที่จะเกิดขึ้นกับตัวอย่างจากขั้นตอนการทำ Blank correction

(1) ค่อยๆ ถอดหัวซັกตัวอย่าง และทำความสะอาดผิวภายในโดยการล้างด้วยอะซิโตนจากขวดชนิดนี้ น้ำขณะเดียวกันให้ใช้แปรงขัดซึ่งทำจากวัสดุที่ไม่ใช่โลหะ ขัดจนกระทั่งไม่มีฝุ่นละอองปรากฏในน้ำล้างอะซิโตน แล้วล้างผิวภายในครั้งสุดท้ายด้วยอะซิโตน

(2) ขัดและล้างตัวอย่างที่ติดมากับชิ้นส่วนภายในข้อต่อท่อซັกตัวอย่างด้วยอะซิโตนเหมือนกับขั้นตอน 4.2.6 (1) จนกระทั่งไม่มีฝุ่นละอองปรากฏในน้ำล้างอะซิโตน ล้างผิวด้านในท่อซັกตัวอย่างด้วยอะซิโตน โดยให้เอียงและหมุนท่อซັกตัวอย่างในขณะฉีดอะซิโตนเข้าทางปลายด้านบนของท่อซັกตัวอย่าง จนกระทั่งผิวด้านในเปียกจนทั่วหมด แล้วปล่อยให้ น้ำล้างอะซิโตนไหลจากปลายด้านล่างลงใส่ขวดเก็บตัวอย่าง โดยอาจใช้กรวยช่วยในการถ่ายน้ำล้างลงขวดเก็บตัวอย่าง จากนั้นให้แปรงด้านในท่อซັกตัวอย่าง โดยให้เอียงท่อซັกตัวอย่าง

และฉีดอะซีโตนเข้าทางปลายด้านบนของท่อชักตัวอย่างในขณะเดียวกันให้สอดแปรงล้างและบิดหมุนให้ทั่วผิวด้านในท่อชักตัวอย่าง นำขวดเก็บตัวอย่างรองใต้ด้านล่างของท่อชักตัวอย่างเพื่อเก็บน้ำล้างและฝุ่นที่แปรงออกจากท่อชักตัวอย่าง ให้แปรงล้างอย่างน้อย 3 ครั้ง จนกระทั่งมองไม่เห็นฝุ่นตกค้างในน้ำล้างอะซีโตน และ เมื่อเสร็จสิ้นการแปรงให้ล้างแปรงและท่อชักตัวอย่างเป็นครั้งสุดท้ายด้วยอะซีโตน ให้เก็บน้ำล้างทั้งหมดลงในขวดเก็บตัวอย่าง

(3) ควรให้มีเจ้าหน้าที่ปฏิบัติการในการเก็บรักษาตัวอย่าง 2 คน เพื่อลดโอกาสการสูญเสียตัวอย่างให้มากที่สุด นอกจากนี้ หลังจากเสร็จสิ้นการเก็บตัวอย่างแต่ละครั้ง ให้ล้างแปรงล้างให้สะอาดเพื่อไม่ให้เกิดการปนเปื้อน ให้ล้างผิวของอุปกรณ์แต่ละชิ้นที่ต่อกันในส่วนครึ่งแรกของ Filter Holder โดยขัดผิวภายในด้วยแปรงขัดซึ่งทำจากวัสดุที่ไม่ใช่โลหะและล้างด้วยอะซีโตนอย่างน้อย 3 ครั้ง (หรือมากกว่าถ้าจำเป็น) แล้วล้างแปรงขัดและ Filter Holder ครั้งสุดท้ายด้วยอะซีโตน หลังจากเก็บอะซีโตนที่ใช้ล้างอุปกรณ์ทุกชิ้นแล้วลงในขวดเก็บตัวอย่าง ให้ปิดฝาขวดให้แน่นเพื่อป้องกันการรั่วไหลขณะการขนย้ายไปยังห้องปฏิบัติการ และติดฉลากบอกรายละเอียดให้ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างเพื่อไว้ใช้ตรวจสอบว่ามี การรั่วไหลของตัวอย่างหรือไม่ระหว่างการขนย้าย

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 3 (สำหรับการล้างท่อชักตัวอย่าง) ให้เก็บรักษาอุปกรณ์ต่างๆที่เป็นส่วนประกอบของท่อชักตัวอย่างให้สะอาดและปราศจากการปนเปื้อนระหว่างการล้างเก็บตัวอย่าง โดยให้ล้างหัวชักตัวอย่างและข้อต่อต่างๆของท่อชักตัวอย่าง และส่วนครึ่งแรกของ Filter Holder ให้ทั่วถึงด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วเทลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 3 ติดฉลากบอกรายละเอียด ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างเพื่อไว้ใช้ตรวจสอบว่ามี การรั่วไหลของตัวอย่างหรือไม่ระหว่างการขนย้าย ให้ปิดฝาขวดให้แน่นเพื่อป้องกันการรั่วไหล

ขั้นตอนสุดท้ายให้ล้างหัวชักตัวอย่าง ท่อชักตัวอย่าง และส่วนครึ่งแรกของ Filter holder ด้วยน้ำแล้วตามด้วยอะซีโตน และทิ้งน้ำและอะซีโตนที่ใช้ล้าง



**ข้อควรระวัง :** ให้ใช้กรดไนตริกปริมาตร 100 มิลลิลิตรเท่านั้น เพื่อลดผลกระทบที่จะเกิดขึ้นกับตัวอย่างจากขั้นตอนการทำ Blank correction

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 4 (สำหรับการล้าง Impinger ไบท์ 1 ถึง 3, ประกอบด้วย Moisture Knockout Impinger (กรณีที่ใช้) และ  $\text{HNO}_3 / \text{H}_2\text{O}_2$  Impinger 2 ไบ) เนื่องจากปริมาณของเหลวจาก Impinger ทั้ง 3 ไบ มีปริมาณมาก ดังนั้น สามารถถ่ายเทสารละลายจาก Impinger ไบท์ 1 ถึง 3 ลงในขวดเก็บตัวอย่างมากกว่า 1 ขวดได้ กรณีที่ต้องการหาปริมาณความชื้นจากปริมาตรของของเหลวที่ควบแน่นให้วัดปริมาตรของของเหลวใน Impinger 3 ไบแรกโดยใช้กระบอกตวงที่มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร และบันทึกค่าปริมาตรลงในแบบรายงานผลการเก็บตัวอย่าง (แบบ คพ. 29-1) ล้างด้านในของ Impinger แต่ละไบ, 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 ไบท์ 4 ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N, ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B-5C สำหรับการล้าง Impinger ไบท์ 5 และ 6 ด้วยสารละลายดิวตัมของกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต และ สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N ตามลำดับ รายละเอียดดังนี้

(1) ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A (สำหรับการล้าง Impinger ไบท์ 4) ในกรณีเก็บตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์หาค่าปรอท กรณีที่ต้องการหาปริมาณความชื้นจากปริมาตรของของเหลวที่ควบแน่น ให้วัดปริมาตรของเหลวใน Impinger ไบท์ 4 (ซึ่งเป็นไบที่อยู่ก่อน Impinger ที่ใส่เปอร์แมงกาเนต 2 ไบ) โดย

ใช้กระบอกตวง ที่มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร แล้วจึงถ่ายเทของเหลวใส่ลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A และล้าง Impinger ด้วยกรดไนตริก ความเข้มข้น 0.1 N ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A

(2) ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B (สำหรับการล้าง Impingers ที่ใส่สารละลายดูดซึมของกรดโปรแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต) ในกรณีที่ต้องการหาปริมาณความชื้นจากปริมาตรของเหลวที่ควบแน่น ให้วัดปริมาตรของเหลวทั้งหมดจาก Impingers ที่ใส่สารละลายดูดซึมของกรดโปรแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต ทั้ง 2 ใบโดยใช้กระบอกตวง ที่มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร แล้วจึงถ่ายเทของเหลวลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B และล้าง Impingers ที่ใส่เปอร์แมงกาเนตทั้ง 2 ใบ และข้อต่อแก้วด้วยสารละลายดูดซึมของกรดโปรแตสเซียมเปอร์แมงกาเนตปริมาตร 100 มิลลิลิตร อย่างน้อย 3 ครั้ง (โดยล้างครั้งละประมาณ 33 มิลลิลิตร) แล้วเทลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B จากนั้นใช้น้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตรล้าง Impingers ที่ใส่เปอร์แมงกาเนตทั้ง 2 ใบ และข้อต่อแก้ว ล้างให้ได้อย่างน้อย 3 ครั้ง แล้วเทน้ำล้างทั้งหมดลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B ระวังอย่าให้สูญเสียของเหลวทั้งหมดจาก Impingers ทั้ง 2 ใบ ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่าง ปิดฝาขวดให้แน่น และติดฉลากบอก รายละเอียดให้อ่านข้อควรระวังในข้อ 3.3.2

**ข้อควรระวัง :** เนื่องจากการทำปฏิกิริยาระหว่างโปรแตสเซียมเปอร์แมงกาเนตกับกรด อาจทำให้เกิดความดันขึ้นภายในขวดเก็บตัวอย่าง ดังนั้นห้ามใส่ของเหลวลงในขวดเก็บตัวอย่างจนเต็ม และปิดจุกขวดหลวมๆ 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 ล้างผิวด้านในและก้านของ Impinger ใบทที่ 5 โดยหมุน Impinger ให้กรดไฮโดรคลอริกสัมผัสกับผิวด้านในอย่างทั่วถึง แล้วจึงถ่ายต่อไปยัง Impinger ใบทที่ 6 เพื่อล้างผิวด้านในและก้านของ Impinger ด้วยเทคนิคเดียวกัน แล้วจึงเทกรดทั้งหมดนี้ (25 มิลลิลิตร) ลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5C ทำเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างเพื่อไว้ใช้ตรวจสอบว่ามี การรั่วไหลของตัวอย่างหรือไม่ระหว่างการขนย้าย

**ข้อควรระวัง :** ให้ใช้กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N ปริมาตร 25 มิลลิลิตรเท่านั้น สำหรับการล้าง Impingers ที่ใส่เปอร์แมงกานีสทั้ง 2 ใบท

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 6 (ซิลิกาเจล) บันทึกสีของซิลิกาเจลเพื่อจะได้บ่งบอกว่าการใช้อย่างสมบูรณ์และบันทึกสีของซิลิกาเจลด้วย ให้เทซิลิกาเจลออกจาก Impinger ลงในขวดเก็บตัวอย่างและปิดฝา ควรจะใช้กรวยช่วยในการเทซิลิกาเจล และใช้ Rubber policeman ช่วยกวาดซิลิกาเจลออกจาก Impingers อาจจะมีฝุ่นติดอยู่ที่ผนังของ Impinger เพียงเล็กน้อย ห้ามใช้น้ำหรือของเหลวใดๆเพื่อที่จะช่วยในการเทซิลิกาเจลออกจาก Impingers เนื่องจากน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นในซิลิกาเจลจะถูกนำมาคำนวณหาค่าความชื้นด้วย ในกรณีที่มีเครื่องชั่งน้ำหนักในภาคสนามก็ให้ชั่งน้ำหนักของซิลิกาเจล (หรือซิลิกาเจลกับ Impinger) ด้วยความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 กรัม

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 7 (Acetone Blank) ในกรณีต้องการหาค่าการระบายฝุ่นละออง ให้เก็บอะซีโตนที่ใช้ในขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่างปริมาตร 100 มิลลิลิตรลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 7 และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้งในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8A (0.1 N HNO<sub>3</sub> Blank) ให้เก็บสารละลายกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 N ที่ใช้ในขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่างปริมาตร 300 มิลลิลิตรลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 8A และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้งในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)

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

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 9 (5% HNO<sub>3</sub> / 10% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Blank) ให้เก็บสารละลายกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 5 / ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 10 ที่ใช้ในขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่างปริมาตร 200 มิลลิลิตรลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 9 และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้งในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)

4.2.15 ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 10 (Acidified KMnO<sub>4</sub> Blank) ให้เก็บสารละลายกรดโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต ที่ใช้ในขั้นตอนการเก็บรักษาตัวอย่างปริมาตร 100 มิลลิลิตรลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 10 และปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้งในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม) ให้เตรียมขวดเก็บตัวอย่างตามขั้นตอนในข้อ 4.2.9 (2) ให้อ่านข้อควรระวังในข้อ 3.3.2 และในข้อ 4.2.9 (2)

ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 11 (8 N HCl Blank) ใส่น้ำลงในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 11 ปริมาตร 200 มิลลิลิตร แล้วค่อยๆ เติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N ปริมาตร 25 มิลลิลิตร และคนไปพร้อมๆ กันให้เข้ากันและปิดฝา (เก็บอย่างน้อย 1 ครั้งในระหว่างการเก็บตัวอย่างในภาคสนาม)

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



**4.3 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ (Sample Preparation) ก่อน** ดำเนินการใด ๆ กับตัวอย่างที่ได้ ให้ตรวจสอบเครื่องหมายบอกระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างที่ทำไว้เพื่อใช้ตรวจสอบว่ามีการรั่วไหลของตัวอย่างหรือไม่ระหว่างการขนย้าย ถ้าพบวาระดับของของเหลวลดลงอย่างเห็นได้ชัดให้ยกเลิกตัวอย่างนั้น 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) ในกรณีที่ไม่มีการหาค่าการระบายฝุ่นละออง ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนดังนี้ ให้แบ่งแผ่นกระดาษกรองออกเป็น ส่วน ๆ ซึ่งแต่ละส่วนหนักประมาณ 0.5 กรัม ให้วางชิ้นส่วนของแผ่นกระดาษกรองลงใน Individual microwave pressure relief vessels หรือ Parr Bombs ใส่กรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 6 มิลลิลิตร และกรดไฮโดรเจนฟลูออริกเข้มข้น ปริมาตร 4 มิลลิลิตรลงในแต่ละ vessel ในกรณีใช้ระบบไมโครเวฟให้ใส่ตัวอย่างในไมโครเวฟเพื่อให้ความร้อนแก่ตัวอย่างเป็นเวลาประมาณ 12-15 นาทีโดยรวม โดยปฏิบัติตามนี้ ให้ความร้อน 2-3 นาที แล้วปิดไมโครเวฟ 2-3 นาที แล้วให้ความร้อนต่ออีก 2-3 นาที สลับกัน เป็นอย่างนี้เรื่อยไปจนกระทั่งเวลาการให้ความร้อนรวม 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 (สำหรับการล้างตัวอย่างด้วยอะซีโตน) ตรวจสอบระดับของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างเพื่อดูว่ามีการรั่วไหลของตัวอย่างระหว่างการขนย้ายหรือไม่ ถ้าพบว่าระดับของของเหลวลดลงอย่างเห็นได้ชัดให้ยกเลิกตัวอย่างนั้น วัดปริมาตรของของเหลวในขวดเก็บตัวอย่างด้วยความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 1 มิลลิลิตร หรือชั่งน้ำหนักด้วยความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 กรัม ถ่ายเทสารลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตรที่ล้างทำความสะอาดด้วยกรดและชั่งน้ำหนักแล้ว ปล่อยให้สารตัวอย่างระเหยแห้งที่อุณหภูมิและความดันบรรยากาศ ถ้าต้องการหาค่าการระบายฝุ่นละอองด้วยให้นำไปวัดความชื้นออกโดยไม่ใช้ความร้อนช่วยในการทำให้แห้งเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำไปชั่งน้ำหนักตามขั้นตอนในข้อ 7.2.1 ของวิธีที่ 5 และรายงานผลให้ใกล้เคียง 0.1 มิลลิกรัม ให้ละลายส่วนที่เหลืออีกครั้งด้วยกรดไนตริกเข้มข้น ปริมาตร 10 มิลลิลิตร รวมตัวอย่างทั้งหมดทั้งของเหลวและฝุ่นละอองใดๆ กับขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 3 ก่อนเริ่มขั้นตอน 4.3.3

4.3.3 ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 3 (น้ำล้างท่อซักตัวอย่าง) ให้ตรวจสอบสภาพความเป็นกรดของตัวอย่างว่ามีค่า pH เท่ากับหรือน้อยกว่า 2 หรือไม่ หากตัวอย่างมีค่าสภาพความเป็นกรดไม่เป็นไปตามที่กำหนด ให้ค่อยๆ เติมกรดไนตริกเข้มข้นลงในตัวอย่างเพื่อปรับ pH ให้มีค่าเท่ากับ 2 พร้อมกับคนให้เข้ากัน ใช้น้ำกลั่นล้างตัวอย่างและเทใส่บีกเกอร์ ปิดบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา (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 โบที่ 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 เท่ากับ หรือน้อยกว่า 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” จะมีค่าเท่ากัน คือประมาณ 150



มิลลิกรัม ให้นำ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” ไปวิเคราะห์หาค่าปริมาณโลหะทั้งหมด ยกเว้นปรอท

(1) กระบวนการย่อยแบบ Conventional มีขั้นตอนดังนี้ ให้เติมกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 50 จำนวน 30 มิลลิลิตร และให้ความร้อนเป็นเวลา 30 นาทีด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือด แล้วเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 จำนวน 10 มิลลิลิตรและให้ความร้อนต่อเป็นเวลา 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 จากนั้นปิดเตาเพื่อให้ความร้อนต่อแบบไม่ใช้ไฟฟ้า เป็นเวลา 1-2 นาที สลับกันไปจนได้เวลาการให้ความร้อนแก่ตัวอย่างเป็น 6 นาที (คล้ายกับขั้นตอนที่อธิบายในข้อ 4.3.1) จากนั้นทิ้งตัวอย่างให้เย็นแล้วให้เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 จำนวน 10 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อเป็นเวลา 2 นาที เติมน้ำร้อนจำนวน 50 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อเป็นเวลา 5 นาที ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วกรองตัวอย่างเจือจางตัวอย่างด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 150 มิลลิลิตร (หรือให้ได้ปริมาตรที่เหมาะสมสำหรับความเข้มข้นของโลหะที่คาดว่าจะมีในตัวอย่าง) สารละลายที่ได้นี้คือ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A” ให้วัดปริมาตรโดยมีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.1 มิลลิลิตร และบันทึกค่า

**ข้อควรระวัง :** เวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนแบบไมโครเวฟขึ้นอยู่กับจำนวนตัวอย่างที่จะนำมาย่อยในแต่ละครั้ง เวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนที่กำหนดข้างต้นเหมาะสำหรับการย่อยตัวอย่างแบบพร้อมกันได้ 12 ตัวอย่าง

ทั้งนี้ระยะเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนแก่ตัวอย่างที่เหมาะสมสามารถสังเกตได้จากสารละลายตัวอย่างมีการเคลื่อนไหวในภาชนะ (Solvent reflux)

4.3.5 ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A (สำหรับสารใน Impinger ไปที่ 4), ขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B และ 5C (สำหรับสารใน Impinger ไปที่ 5 และ 6 ตามลำดับ) วัดและบันทึกปริมาตรของขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A ให้มีความคลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร ปิดฉลากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5A เป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ ส่วนที่ 3A” จากนั้นให้นำขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B มากรองแยกสารตกตะกอนสีน้ำตาลของแมงกานेटออกไซด์ ( $MnO_2$ ) ด้วยกระดาษกรอง Whatman 40 ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ให้เก็บแผ่นกระดาษกรองที่กรองแมงกานेटออกไซด์ไว้เพื่อนำไปย่อยต่อไป ปิดฉลากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B เป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ ส่วนที่ 3B” และนำไปวิเคราะห์หาปริมาณปรอทภายใน 48 ชั่วโมง นำแผ่นกรองที่กรองสารตกตะกอนแมงกานेटออกไซด์ลงในภาชนะที่มีรูระบายเพื่อปล่อยให้ก๊าซใด ๆ รวมทั้งคลอรีนที่เกิดขึ้นจากกระบวนการย่อยแผ่นกระดาษกรองผ่านออกมาได้ ดังนั้นจึงควรทำในห้องปฏิบัติการที่มีตู้ดูดควันเพื่อที่จะได้ดูดก๊าซที่เกิดจากการย่อยของแมงกานेटออกไซด์ออกไป เติมนกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 8 N จำนวน 25 มิลลิลิตรลงในแผ่นกระดาษกรองแล้วทิ้งไว้ให้ย่อยเป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง ให้นำสารในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5C มากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman 40 ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารที่ได้จากการย่อยแมงกานेटออกไซด์จากขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 5B, มากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman 40 ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตรใบเดิม แล้วเจือจางด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน ปิดฉลากสารละลายที่ได้นี้เป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ ส่วนที่ 3C”

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

## 5. การควบคุมคุณภาพ (Quality Control)

**5.1 แบลงค์สารเคมีที่ใช้ในภาคสนาม (Field Reagent Blanks) ในกรณีที่มี** การวิเคราะห์ ให้ทำการย่อยและวิเคราะห์แบลงค์ในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 7 ถึง 12 ที่เตรียมจากขั้นตอน 4.2.11 ถึง 4.2.17 ตามลำดับ สำหรับแบลงค์ ที่ใช้ในภาคสนามเพื่อวิเคราะห์หาปรอทนั้นให้ใช้สารละลาย 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 “ตัวอย่างวิเคราะห์ ส่วนที่ 1A และ 1B”

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

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

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

5.1.5 ให้ย่อยแผ่นกรองซึ่งถูกใช้เพื่อที่จะเอาสารตกตะกอนแมงกานีสออกให้ได้ออกจากแบลนด์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3B ตามขั้นตอนใน 4.3.5 ให้กรองสารที่ถูกล้างและสารที่อยู่ในขวดเก็บตัวอย่างหมายเลข 11 ผ่านกระดาษกรอง Whatman 40 ลงในขวดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร และเจือจางให้ได้ปริมาตรดังกล่าวด้วยน้ำ ขั้นตอนนี้จะได้แบลนด์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3C

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

5.1.6 (1) การวิเคราะห์แบลนด์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A จะได้ค่าปรับแก้ความถูกต้องของแบลนด์ในครั้งแรกของชุดเก็บตัวอย่าง (front-half reagent blank correction values) ในการหาค่าโลหะที่ต้องการยกเว้นปรอท

5.1.6 (2) การวิเคราะห์แบลนด์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B จะได้ค่าปรับแก้ความถูกต้องของแบลนด์ในครั้งแรกของชุดเก็บตัวอย่าง (front-half reagent blank correction values) ในการหาค่าปรอท

5.1.6 (3) การวิเคราะห์แบลนด์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A จะได้ค่าปรับแก้ความถูกต้องของแบลนด์ในครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง (back-half reagent blank correction values) ในการหาค่าโลหะที่ต้องการยกเว้นปรอท

5.1.6 (4) การวิเคราะห์แบลนด์สำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B, 3A, 3B และ 3C จะได้ค่าปรับแก้ความถูกต้องของแบลนด์ในครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง (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) สำหรับวัตถุประสงค์ของการตรวจวัดแหล่งกำเนิดซึ่งประกอบด้วยการเก็บตัวอย่าง 3 ครั้ง ให้ปรับข้อกำหนดเหล่านั้นเพื่อรวมข้อกำหนดดังต่อไปนี้เข้าไปด้วย ได้แก่ การตรวจสอบอุปกรณ์ตามมาตรฐาน 2 ครั้ง การเปรียบเทียบความถูกต้องของแบลนด์ (calibration blank) 2 ครั้ง ตัวอย่างที่ใช้ในการตรวจสอบการรบกวน 1 ตัวอย่างเมื่อตอนเริ่มการวิเคราะห์ (วิเคราะห์ตาม Method of Standard Additions ในกรณีที่ผลของตัวอย่างควบคุมคุณภาพไม่อยู่ในช่วง  $\pm 25$  เปอร์เซ็นต์) ตัวอย่างที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพ 1 ตัวอย่างเพื่อตรวจสอบความแม่นยำของมาตรฐานการเปรียบเทียบความถูกต้อง (กำหนดให้ต้องมีค่าอยู่ภายในช่วง  $\pm 25$  เปอร์เซ็นต์ ของการเปรียบเทียบความถูกต้อง) และการวิเคราะห์ซ้ำ 1 ครั้ง (กำหนดให้ต้องมีค่าอยู่ภายในช่วง  $\pm 20$  เปอร์เซ็นต์ 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 อย่างน้อยตัวอย่างครั้งแรกและตัวอย่างครั้งหลัง หรือตัวอย่างที่รวมทั้ง 2 ส่วนไว้ด้วยกัน ในกรณีที่เก็บรักษาตัวอย่างได้น้อยกว่าร้อยละ 75 หรือมากกว่าร้อยละ 125 สำหรับ matrix spike ให้วิเคราะห์แต่ละตัวอย่างด้วย Method of Standard Additions ให้วิเคราะห์ตัวอย่างที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพเพื่อตรวจสอบความแม่นยำของมาตรฐานการเปรียบเทียบความถูกต้อง (ถ้าผลไม่อยู่ในช่วง  $\pm 20$  เปอร์เซ็นต์ ให้ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องซ้ำ)

5.2.3 การวิเคราะห์แบบ CVAAS สำหรับการหาค่าปริมาณปรอทให้ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมดซ้ำ อย่างน้อย 1 ครั้ง ให้วิเคราะห์ตัวอย่างที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพเพื่อตรวจสอบความแม่นยำของมาตรฐานการเปรียบเทียบความถูกต้อง (ถ้าผลไม่อยู่ภายในช่วง  $\pm 15$  เปอร์เซ็นต์ ให้ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องซ้ำ) ให้ทำ matrix spike 1 ตัวอย่าง ถ้าไม่อยู่ภายในช่วง  $\pm 25$  เปอร์เซ็นต์ 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. การเปรียบเทียบความถูกต้องและการเปรียบเทียบมาตรฐาน (Calibration and Standardization)

ให้เก็บข้อมูลการเปรียบเทียบความถูกต้องของอุปกรณ์ต่อไปนี้ในสมุดบันทึกของห้องปฏิบัติการทุกครั้งเมื่อมีการเปรียบเทียบ

6.1 ชุดเก็บตัวอย่าง (Sampling Train) ให้ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องชุดเก็บตัวอย่างตามขั้นตอนในวิธีที่ 5 สำหรับ หัวชักตัวอย่าง (ตามขั้นตอน 6.1) Pitot Tube (ตามขั้นตอน 6.2) ระบบเครื่องตรวจวัด (ตามขั้นตอน 6.3) อุปกรณ์ให้ความร้อนท่อชักตัวอย่าง (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 ให้ตรวจสอบการปรับเทียบความถูกต้องชั่วโมงละ 1 ครั้ง ในกรณีที่อุปกรณ์วัดความเข้มข้นได้เกินกว่าร้อยละ 10 ของความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน ต้องทำตามขั้นตอนการปรับเทียบความถูกต้องอย่างสมบูรณ์ให้ทำการวิเคราะห์แบบ 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) ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องสำหรับสารละลายมาตรฐานซ้ำและใช้ค่าเฉลี่ยเพื่อคำนวณกราฟการปรับเทียบความถูกต้อง ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องซ้ำ 1 ครั้งทุกๆตัวอย่าง 10 ถึง 12 ตัวอย่าง

## 7. วิธีการวิเคราะห์ (Analytical Procedure)

7.1 การวิเคราะห์ตัวอย่าง สำหรับการเก็บตัวอย่างแต่ละครั้งนั้นจะได้ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ 7 ตัวอย่างโดย 2 ตัวอย่างใช้สำหรับการวิเคราะห์หาค่าปริมาณโลหะทั้งหมดยกเว้นปรอท และอีก 5 ตัวอย่างใช้สำหรับการวิเคราะห์หาค่าปริมาณปรอท ภาพที่ 29-3 แสดงกลไกการวิเคราะห์และการเตรียมและขวดเก็บตัวอย่างชนิดต่าง ๆ ดังนี้

ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ 2 ตัวอย่างแรกซึ่งปิดผนึกเป็น “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A” และ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B” ซึ่งเป็นตัวอย่างที่ถูกย่อยแล้วจากส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A” นั้น สำหรับการวิเคราะห์แบบ ICAP, ICP-MS หรือ AAS ตามขั้นตอน 7.1.1 และ 7.1.2 ตามลำดับ “ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B” นั้น สำหรับการวิเคราะห์หาค่าปรอทในส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่างตามขั้นตอน 7.1.3

สำหรับตัวอย่างที่ 3 ถึง 7 เป็นตัวอย่างที่ได้จากส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง โดยตัวอย่างที่ 3 และ 4 ซึ่งปิดผนึกเป็น “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” นั้น สำหรับการวิเคราะห์แบบ ICAP, ICP-MS หรือ AAS เพื่อหาค่าปริมาณโลหะทั้งหมดยกเว้นปรอท และตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B นั้น สำหรับการวิเคราะห์หาค่าปรอท ในตัวอย่างที่ 5 ถึง 7 ซึ่งปิดผนึกเป็น “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 ซึ่งใช้สำหรับการวิเคราะห์หาค่าปริมาณปรอทตามขั้นตอน 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) ให้ทำการเปรียบเทียบความถูกต้องของเครื่อง 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) รวมทั้งเหล็กและอลูมิเนียม ในกรณีที่มีเหล็กและอลูมิเนียมในตัวอย่าง 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 ให้ทำการปรับเทียบความถูกต้องอุปกรณ์ตามขั้นตอน 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 ถึง 1,000 นาโนกรัม) ตามที่ระบุในวิธีที่ 7470 หรือวิธีที่ 303F โดยใช้ขวด BOD ขนาด 300 มิลลิลิตรแทนขวดชมพู ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนดังต่อไปนี้สำหรับการวิเคราะห์หาค่าปริมาณปรอทแต่ละครั้ง จากตัวอย่างตั้งต้นแต่ละตัวอย่าง ให้เลือกและบันทึกสัดส่วนของตัวอย่างตั้งต้น 1 ถึง 10 มิลลิลิตร ในกรณีที่ไม่ทราบปริมาณของปรอทที่คาดว่าจะมีอยู่ในตัวอย่าง แนะนำให้ใช้สัดส่วนของตัวอย่าง 5 มิลลิลิตร แล้วเจือจางให้ได้ 100 มิลลิลิตร (ให้ดูข้อควรระวัง 1 ท้ายข้อนี้) ปริมาณปรอทในตัวอย่างที่แบ่งออกมาไม่ควรเกิน 1 ไมโครกรัม และอยู่ในช่วง (0 ถึง 1,000 นาโนกรัม) ของกราฟปรับเทียบความถูกต้อง ใส่ตัวอย่างที่แบ่งออกมาลงในขวด BOD ขนาด 300 มิลลิลิตรแยกต่างหาก และเติมน้ำเพื่อให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายสำหรับย่อยตัวอย่างและเตรียมตัวอย่างตามขั้นตอนของวิธีที่ 7470 หรือ 303F (ให้ดูข้อควรระวัง 2 ท้ายข้อนี้) ในกรณีที่ค่าสูงสุดที่อ่านได้ไม่อยู่ในช่วงของกราฟปรับเทียบความถูกต้องที่เตรียมไว้ (เนื่องจากปรอทในตัวอย่างที่แบ่งออกมามีค่าความเข้มข้นเกินจากช่วงการปรับเทียบความถูกต้อง รวมทั้งกรณีที่ตัวอย่างที่ถูกแบ่งออกมาย่อยใช้เพียง 1 มิลลิลิตร) ให้เจือจางตัวอย่างตั้งต้น (หรือส่วนที่แบ่งออกมา) ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 0.15 (กรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร ต่อสารละลาย 1 ลิตร) เพื่อให้

สัดส่วนที่แบ่งออกมาระหว่าง 1 ถึง 10 มิลลิลิตรของตัวอย่างตั้งต้นที่ถูกเจือจางด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้นร้อยละ 0.15 เมื่อนำมาผ่านกระบวนการย่อยและวิเคราะห์ตามขั้นตอนข้างต้น จะส่งผลให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่อยู่ภายในช่วงของกราฟเปรียบเทียบความถูกต้องได้

**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*	Total Train:
Antimony	<sup>1</sup> 7.7 (0.7)	<sup>3</sup> 3.8 (0.4)		<sup>1</sup> 11.5 (1.1)
Arsenic	<sup>1</sup> 12.7 (0.3)	<sup>6</sup> 6.4 (0.1)		<sup>1</sup> 19.1 (0.4)
Barium	0.5	0.3		0.8
Beryllium	<sup>1</sup> 0.07 (0.05)	<sup>1</sup> 0.04 (0.03)		<sup>1</sup> 0.11 (0.08)
Cadmium	<sup>1</sup> 1.0 (0.02)	<sup>1</sup> 0.5 (0.01)		<sup>1</sup> 1.5 (0.03)
Chromium	<sup>1</sup> 1.7 (0.2)	<sup>1</sup> 0.8 (0.1)		<sup>1</sup> 2.5 (0.3)
Cobalt	<sup>1</sup> 1.7 (0.2)	<sup>1</sup> 0.8 (0.1)		<sup>1</sup> 2.5 (0.3)
Copper	1.4	0.7		2.1
Lead	<sup>1</sup> 10.1 (0.2)	<sup>1</sup> 5.0 (0.1)		<sup>1</sup> 15.1 (0.3)
Manganese	<sup>1</sup> 0.5 (0.2)	<sup>1</sup> 0.2 (0.1)		<sup>1</sup> 0.7 (0.3)
Mercury	<sup>1</sup> 0.06	<sup>2</sup> 0.3	<sup>2</sup> 0.2	<sup>2</sup> 0.56
Nickel	3.6	1.8		5.4
Phosphorus	18	9		27
Selenium	<sup>1</sup> 18 (0.5)	<sup>1</sup> 9 (0.3)		<sup>1</sup> 27 (0.8)
Silver	1.7	0.9 (0.7)		2.6
Thallium	<sup>1</sup> 9.6 (0.2)	<sup>1</sup> 4.8 (0.1)		<sup>1</sup> 14.4 (0.3)
Zinc	0.5	0.3		0.8

<sup>1</sup>Mercury analysis only.

<sup>2</sup>Detection limit when analyzed by ICAP or GFAAS as shown in parentheses (see Section 13.1.2).

<sup>3</sup>Detection limit when analyzed by CVAAS, estimated for Back-half and Total Train. See Sections 13.2 and 13.1.3.

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

**ข้อควรระวัง 2 :** หรือในกรณีที่สามารถวิเคราะห์ปรอทโดยใช้ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง CVAAS ซึ่งกำหนดโดยผู้ผลิตอุปกรณ์และรวมถึงขั้นตอนการปรับเทียบความถูกต้องและการควบคุมคุณภาพสำหรับอุปกรณ์ของ Leeman Model PS200, Perkin Elmer FIAS systems และอุปกรณ์จากผู้ผลิตอื่นที่คล้ายกัน สำหรับขั้นตอนการย่อยและวิเคราะห์ของอุปกรณ์เหล่านี้ให้ปฏิบัติตามขั้นตอนดังต่อไปนี้ (1) ย่อยตัวอย่างที่แบ่งออกมาโดยใช้สารละลายไฮดรอกซิลเอมีน ไฮโดรเจนคลอไรด์/ไฮเดียมคลอไรด์ เช่นเดียวกับที่ระบุในหัวข้อย่อยนี้ (อุปกรณ์ของ Leeman, Perkin หรือผู้ผลิตอื่นในวรรคนี้เติมสารละลายคลอไรด์ที่จำเป็นอัตโนมัติระหว่างการวิเคราะห์หาปรอทแบบอัตโนมัติ) (2) หลังจากทำการย่อยตัวอย่างเสร็จแล้ว ให้วิเคราะห์ตัวอย่างตามขั้นตอนที่ระบุในคู่มือจากผู้ผลิต ซึ่งจะทำให้มีการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ถูกย่อยแล้วซ้ำอัตโนมัติ

**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)	190.864
Zinc (Zn)	213.856

ตารางที่ 29-3 เทคนิคการลดการรบกวนในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS

Metal	Technique	SW-045 <sup>1</sup> Method No.	Wavelength (nm)	Interferences	
				Cause	Minimization
Fe	Aspiration	7380	248.3	Contamination	Great care taken to avoid contamination
	Aspiration	7420	283.3	217.0 nm alternate	Background correction required
	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
	Aspiration	7520	232.0	352.4 nm alternate Fe, Co, and Cr	Background correction required Matrix matching or nitrous oxide/acetylene flame Sample dilution of use 352.3 nm line
Se	Furnace	7740	196.0	Volatility	Spikes samples and reference materials and add nickel nitrate to minimize volatilization
				Adsorption & scatter	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 Sample and standards monitored for aspiration rate
				7840	376.8
Tl	Furnace	7841	376.8	Hydrochloric acid or chloride	Background correction is required Verify that losses are not occurring for volatilization by spiked samples or standard addition; Palladium is a suitable matrix modifier
				7920	213.9

## 8. การวิเคราะห์ข้อมูล และการคำนวณ (Data Analysis and Calculations)

### 8.1 สัญลักษณ์ที่ใช้ (Nomenclature)

- A = Analytical detection limit มีหน่วยเป็นไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร
- B = ปริมาตรของของเหลวของตัวอย่างที่ถูกย่อยก่อนแบ่งส่วนสำหรับการวิเคราะห์ มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร
- C = ปริมาตรตัวอย่างอากาศเสียจากปล่อง มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เมตรที่สภาวะมาตรฐานแห้ง
- $C_{a1}$  = ความเข้มข้นของโลหะในตัวอย่างเป็นวิเคราะห์ส่วนที่ 1A ที่อ่านได้จากกราฟเปรียบเทียบมาตรฐาน มีหน่วยเป็นไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร
- $C_{a2}$  = ความเข้มข้นของโลหะในตัวอย่างเป็นวิเคราะห์ส่วนที่ 2A ที่อ่านได้จากกราฟเปรียบเทียบมาตรฐาน มีหน่วยเป็นไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร
- $C_s$  = ความเข้มข้นของโลหะในอากาศเสียจากปล่อง มีหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เมตรที่สภาวะมาตรฐานแห้ง
- D = In-stack detection limit มีหน่วยเป็นไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เมตร
- $F_a$  = Aliquot factor มีค่าเท่ากับ ปริมาตรของตัวอย่างส่วนที่ 2 หารด้วยปริมาตรตัวอย่างส่วนที่ 2A
- $F_d$  = Dilution factor มีค่าเท่ากับ ค่าผกผันของสัดส่วนของความเข้มข้นของตัวอย่างที่นำมาเจือจางให้ได้ปริมาตรที่จะนำมาวิเคราะห์กับเครื่องมือเพื่ออ่านค่า  $C_{a1}$  (ตัวอย่างเช่น ถ้าสัดส่วนของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1A ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ถูกนำมาเจือจางให้ได้ปริมาตรที่ 10 มิลลิลิตรเพื่อให้ ค่าที่อ่านได้อยู่ในช่วงของกราฟ

- เปรียบเทียบมาตรฐาน ดังนั้น  $Fd = 5$ )
- $Hg_{bh}$  = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $Hg_{bh2}$  = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในอย่างส่วนที่ 2 มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $Hg_{bh3 (A,B,C)}$  = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในตัวอย่างส่วนที่ 3A, 3B และ 3C มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $Hg_{bhb}$  = ค่า Blank correction สำหรับมวลของปรอทที่ตรวจพบในแบลนด์ สารเคมีที่ใช้ในภาคสนามในส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $Hg_{fh}$  = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง (ตัวอย่างส่วนที่ 1) มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $Hg_{fhb}$  = ค่า Blank correction สำหรับมวลของปรอทที่ตรวจพบในแบลนด์ สารเคมีที่ใช้ในภาคสนามในส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $Hg_t$  = มวลรวมของปรอทที่เก็บได้ในชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $K_4$  =  $10^{-3}$  มิลลิกรัมต่อไมโครกรัม
- $M_{bh}$  = มวลรวมของโลหะแต่ละชนิด (ยกเว้นปรอท) ที่เก็บได้ในส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง (ตัวอย่างส่วนที่ 2) มีหน่วยเป็น ไมโครกรัม
- $M_{bhb}$  = ค่า Blank correction สำหรับมวลของโลหะแต่ละชนิดที่ตรวจพบในแบลนด์สารเคมีที่ใช้ในภาคสนามในส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $M_{fh}$  = มวลรวมของโลหะแต่ละชนิด (ยกเว้นปรอท) ที่เก็บได้ในส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง (ตัวอย่างส่วนที่ 1) มีหน่วยเป็นไมโครกรัม
- $M_{fhb}$  = ค่า Blank correction สำหรับมวลของโลหะแต่ละชนิด

ที่ตรวจพบในแบลงค์สารเคมีที่ใช้ในภาคสนามในส่วน  
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 ที่นำมา ย่อยและวิเคราะห์ (ดูหมายเหตุ  
ในข้อ 8.7.1 และ ข้อ 8.7.2 ซึ่งอธิบายการคํ  
นวนหาค่า Q)

$Q_{th}$  = 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 มิลลิลิตรดัง  
กล่าวเป็นค่า  $Q_{th}$

$V_a$  = ปริมาตรรวมของสารละลายตัวอย่างที่ถูกละลาย (ตัวอย่าง



วิเคราะห์ส่วนที่ 2A) มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ดูข้อ 4.3.4 (1) หรือข้อ 4.3.4 (2) ตามเหมาะสม)

$V_{11B}$  = ปริมาตรส่วนแบ่งของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ที่ถูกวิเคราะห์ มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (**หมายเหตุ:** ตัวอย่าง เช่น ถ้าตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ถูกแบ่งออกมา 1 มิลลิลิตรเพื่อนำไปเจือจางให้ได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 0.15 ตามที่ระบุในข้อ 7.1.3 เพื่อให้ได้ช่วงการวิเคราะห์ที่เหมาะสม นั่นคือปริมาตร 1 มิลลิลิตร ของ 50 มิลลิลิตรจะถูกย่อยตามข้อ 7.1.3 และถูกวิเคราะห์ ดังนั้น  $V_{11B}$  จะมีค่าเท่ากับ 0.02 มิลลิลิตร)

$V_{12B}$  = ปริมาตรส่วนแบ่งของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B ที่ถูกวิเคราะห์ มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (**หมายเหตุ:** ตัวอย่าง เช่น ถ้าตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ถูกแบ่งออกมา 1 มิลลิลิตรเพื่อนำไปเจือจางให้ได้ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ด้วยกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 0.15 ตามที่ระบุในข้อ 7.1.3 เพื่อให้ได้ช่วงการวิเคราะห์ที่เหมาะสม นั่นคือปริมาตร 5 มิลลิลิตรของ 10 มิลลิลิตรจะถูกวิเคราะห์ ดังนั้น  $V_{12B}$  จะมีค่าเท่ากับ 0.5 มิลลิลิตร)

$V_{13(A,B,C)}$  = ปริมาตรส่วนแบ่งของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 3A, 3B หรือ 3C ที่ถูกวิเคราะห์ มีหน่วยเป็นมิลลิลิตร (ให้ดูหมายเหตุใน 8.7.1 และข้อ 8.7.2 ซึ่งอธิบายการคำนวณ "V")

$V_{m(std)}$  = ปริมาตรของตัวอย่างอากาศเสียที่อ่านได้โดยเครื่องวัดปริมาตรอากาศแห้ง และปรับแก้เป็นที่สภาวะมาตรฐานแห้ง มีหน่วยเป็นลูกบาศก์เมตรที่สภาวะมาตรฐานแห้ง

$V_{\text{soln.,1}}$  = 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** ให้ใช้ข้อมูลจากการตรวจวัดของวิธีนี้ในการคำนวณค่า  $V_{m(\text{std})}$  ที่สภาวะมาตรฐาน โดยคำนวณตามข้อ 8.3 ของวิธีที่ 5

**8.3 ปริมาตรไอน้ำและปริมาณความชื้น** ให้ใช้ปริมาตรรวมของไอน้ำควบแน่นที่เก็บได้ระหว่างการศึกษาตัวอย่าง ในการคำนวณปริมาตรไอน้ำ  $V_{w(\text{std})}$  และ ปริมาณความชื้น  $B_{ws}$  ของอากาศเสียจากปล่อง โดยใช้สมการ 5-2 และ 5-3 ของวิธีที่ 5

**8.4 ความเร็วอากาศเสียจากปล่อง** ให้ใช้ข้อมูลจากการตรวจวัดของวิธีนี้คำนวณค่าเฉลี่ยความเร็วอากาศเสียจากปล่องโดยใช้สมการ 2-9 ของวิธีที่ 2

**8.5 In-stack Detection Limits** ให้ใช้ตารางที่ 29-4 ในการคำนวณค่า In-stack Detection Limits และใช้สภาวะตามที่ระบุในข้อ 9.3.1 โดยใช้สมการดังนี้

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

**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 <sup>3</sup> (ft <sup>3</sup> ).....	.....	.....
Initial reading.....	m <sup>3</sup> (ft <sup>3</sup> ).....	.....	.....
Difference, V <sub>a</sub> .....	m <sup>3</sup> (ft <sup>3</sup> ).....	.....	.....
Inlet/Outlet temperatures:			
Initial.....	°C (°F).....	/	/
Final.....	°C (°F).....	/	/
Final.....	°C (°F).....	.....	.....
Final.....	min/sec.....	/	/
Final.....	min.....	.....	.....
Avg. Temperature, t <sub>a</sub>			
Time, .....			
Orifice man. rdg., H..	mm (in.) H <sub>2</sub> O..	.....	.....
Bar. pressure, P <sub>bar</sub> ....	mm (in.) Hg...	.....	.....
Ambient temperature, t <sub>amb</sub>	°C (°F).....	.....	.....
Pump vacuum.....	mm(in.) Hg...	.....	.....
K' factor.....	.....	.....	.....
Average.....	.....	.....	.....

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 ให้คำนวณหามวลรวมของโลหะแต่ละชนิดโดยใช้สมการดังนี้

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

**หมายเหตุ :** ถ้าค่า  $M_{fhb}$  มีค่าอยู่ในช่วง 0.0 ถึง “A” ไมโครกรัม (โดยที่ “A” เท่ากับค่าที่ได้จากการคูณ 1.4 ไมโครกรัมต่อตารางนิ้วด้วยค่าพื้นที่ของแผ่นกระดาษกรองที่ใช้เก็บตัวอย่างจริง) ให้ใช้ ค่า  $M_{fhb}$  ในการปรับแก้ค่า  $M_{fh}$  แต่ถ้า  $M_{fhb}$  มีค่าเกิน “A” ไมโครกรัม ให้ใช้ค่าตาม (1) หรือ (2) โดยให้เลือกค่าที่มากกว่ามาใช้ในการคำนวณ

(1) “A” ไมโครกรัม

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

ของค่า  $M_{fb}$

ถ้า  $M_{bhb}$  มีค่าอยู่ในช่วง 0.0 ถึง 1 ไมโครกรัม ให้ใช้ค่า  $M_{bhb}$

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  $M_{bh}$

29

## 8.7 ปริมาณปรอท ในตัวอย่าง

8.7.1 ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ให้คำนวณหาผลรวมของปรอทจากตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1B ที่ได้จากส่วนครั้งแรกของชุดเก็บตัวอย่าง โดยใช้สมการดังนี้

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

8.7.2 ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2B, 3A, 3B และ 3C ให้คำนวณหาผลรวมของปรอท ที่ได้จากส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง

(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

$$Hg_{bh3(A,B,C)} = \frac{Q_{bh3(A,B,C)} (V_{soln,3(A,B,C)})}{V_{f3(A,B,C)}} \quad \text{สมการ 29-7}$$

(3) คำนวณหาปริมาณปรอทรวมทั้งหมดที่เก็บได้จากส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง ทั้งหมดโดยใช้สมการ 29-8

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

8.7.3 ปริมาณปรอทรวมทั้งหมดของชุดเก็บตัวอย่าง โดยใช้สมการ 29-9

$$H_{gt} = (Hg_{fh} - Hg_{fhb}) + (Hg_{bh} - Hg_{bhb}) \quad \text{สมการ 29-9}$$

**หมายเหตุ :** ถ้าค่า  $(Hg_{fhb} + Hg_{bhb})$  มีค่าอยู่ในช่วง 0.0 ถึง 0.6 ไมโครกรัม ให้ใช้ค่าผลรวมดังกล่าวในการปรับแก้ค่าปรอทในตัวอย่าง  $(Hg_{fh} + Hg_{bh})$  แต่ถ้าค่ารวมผลดังกล่าวมีค่าเกิน 0.6 ไมโครกรัม ในการปรับแก้ค่าปรอทในตัวอย่าง ให้เลือกใช้ค่าตาม (1) หรือ (2) โดยให้เลือกค่าที่มากกว่ามาใช้ในการคำนวณ

(1) 0.6 ไมโครกรัม

(2) ค่าใดค่าหนึ่งที่น้อยกว่าระหว่าง (a) ค่า  $(Hg_{fhb} + Hg_{bhb})$  หรือ (b) ร้อยละ 5 ของค่า  $(Hg_{fh} + Hg_{bh})$

**8.8 ความเข้มข้นของโลหะแต่ละชนิดในอากาศเสีย** ให้คำนวณโดยปรับเป็น ที่สภาวะมาตรฐานแห้ง โดยใช้สมการ 29-10

$$C_s = \frac{K M_t}{V_{m(std)}} \quad \text{สมการ 29-10}$$

**8.9 ค่าเบี่ยงเบนจากไอโซไคเนติกและผลที่ยอมรับได้** จำนวนเช่นเดียวกับ 8.11 ของวิธีที่ 5

## 9. คุณลักษณะของวิธีการตรวจวัด (Method Performance)

**9.1 ช่วงการตรวจวัด (Range)** วิธีนี้สามารถใช้วิเคราะห์ตัวอย่างอากาศที่มี ค่าความเข้มข้นของโลหะในสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ขั้นตอนสุดท้ายอยู่ใน ช่วงนาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ถึง ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรสำหรับกรณีที่มีความเข้มข้น 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) Tl (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 อย่างไรก็ตามก็ตีค่า 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) Tl (100 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร) และ Zn (5 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร)

9.2.3 ค่า Analytical Detection Limit ของเครื่อง CVAAS สำหรับวิเคราะห์ปรอท (ปริมาตรรวมหลังจากการย่อยของสารละลายส่วนที่นำไปวิเคราะห์หาค่าปรอท) มีค่าประมาณ 0.02 ถึง 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 Tl (1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร)



### 9.3 In-stack Detection Limit

9.3.1 สำหรับการวางแผนการทดสอบ เพื่อหาค่า In-stack Detection Limit สามารถใช้ข้อมูลดังต่อไปนี้ (1) ขั้นตอนที่จะระบุในวิธีนี้ (2) ค่า Analytical Detection Limit ที่ระบุใน 9.2 และ SW-846 (3) ปริมาตรปกติที่ 300 มิลลิลิตร (ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1) สำหรับส่วนครึ่งหน้าของชุดเก็บตัวอย่าง และ ปริมาตรที่ 150 มิลลิลิตร (ตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A) สำหรับส่วนครึ่งหลังของชุดเก็บตัวอย่าง และ (4) ปริมาตรของอากาศเสียจากปล่องที่ 1.25 ลูกบาศก์เมตร ค่า In-stack Detection Limit แสดงดังตารางที่ 29-1 และคำนวณได้โดยใช้สมการ 29-1 ตาม 8.5

9.3.2 เพื่อให้มั่นใจว่าการวิเคราะห์มีความถูกต้องที่สุด ความเข้มข้นของสารโลหะในสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ควรจะต้องเท่ากับอย่างน้อย 10 เท่าของ Analytical Detection Limit ของโลหะชนิดนั้นๆ ภายใต้สภาวะที่แน่นอนและความระมัดระวังในการวิเคราะห์ ค่าความเข้มข้นอาจจะเท่ากับ 3 เท่าของ Analytical Detection Limit ของโลหะชนิดนั้นๆ ได้ อย่างน้อยในการเก็บตัวอย่าง 1 ครั้ง และสำหรับโลหะแต่ละชนิดที่ถูกวิเคราะห์ ให้ปฏิบัติตามใดอย่างหนึ่งดังนี้ ทำการวิเคราะห์ซ้ำ, Method of Standard Additions, Serial dilution, หรือ Matrix spike addition เป็นต้น เพื่อที่จะเก็บเป็นบันทึกของคุณภาพของข้อมูล

9.3.3 Actual In-stack Method Detection Limits ได้มาจากตัวแปรของการเก็บตัวอย่างจริง และผลการวิเคราะห์ ตามที่ระบุข้างต้น ในกรณีที่เป็นค่า In-stack Method Detection Limits สามารถปรับปรุงได้จากตาราง 29-1 สำหรับการทดสอบเฉพาะ โดยการเพิ่มปริมาตรของอากาศเสียที่เก็บได้ หรือลดปริมาตรรวมของตัวอย่างที่ถูกย่อย หรือปรับปรุงค่า Analytical Detection Limit หรือการผสมจากทั้ง 3 วิธี ในกรณีที่ค่าปริมาณปรอทต่ำมากๆ อาจจะเพิ่มปริมาตรของสัปดาห์ที่จะนำไปย่อยและวิเคราะห์ได้มากถึง 10 มิลลิลิตร ดังนั้น จะปรับค่า In-stack Detection Limit โดย factor เท่ากับ 10 เมื่อเทียบกับขนาดของสัปดาห์ปริมาตร 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 มิลลิลิตรสำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 1 และเท่ากับ 150 มิลลิลิตรสำหรับตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 2A ดังนั้นถ้าลดปริมาตรของตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 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 เช่นการลดปริมาตรของ ส่วนที่ใช้ในการวิเคราะห์ส่วนที่ 1 และ 2A ให้ได้ปริมาตรที่น้อยกว่า 30 และ 25 มิลลิลิตรตามลำดับ จะรบกวนการละลายส่วนที่ค้างและสามารถเพิ่มการรบกวนโดยสารประกอบอื่นๆในระดับที่รับไม่ได้

(3) ในกรณีที่ใช้ข้อ (1) และ (2) พร้อมกันในตัวอย่างเดียวกัน ค่า factor ที่ได้จะเป็นผลลัพธ์จากการคูณค่า factor จากข้อ (1) และ (2) ยกตัวอย่างเช่น การเพิ่มปริมาตรอากาศเสียโดยใช้ factor เท่ากับ 4 และการลดปริมาตรของของเหลวมที่นำไปย่อยของทั้งตัวอย่างวิเคราะห์ส่วนที่ 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), Tl (ร้อยละ 12.3) และ Zn (ร้อยละ 11.8) ค่าความแม่นยำของ Ni เท่ากับ ร้อยละ 7.7 ได้จากการทดสอบที่ Source simulator ส่วน Be, Mn และ Ag ไม่พบในการทดสอบ อย่างไรก็ตาม ถ้าค่า Analytical Detection Limit ของเครื่อง ICAP สำหรับโลหะเหล่านี้ มีค่าใกล้เคียงกัน จะใช้ค่าความแม่นยำเดียวกันได้

## 10. การรายงานผล (Reporting)

การรายงานผลการหาปริมาณการระบายโลหะจากปล่องปล่อยทิ้งอากาศเสียของแหล่งกำเนิดมลพิษประเภทอยู่กับที่ตามที่กำหนดไว้ในประกาศนี้ ให้จัดทำรายงานตามแบบและมีรายละเอียดไม่น้อยกว่าที่กำหนดไว้ ดังนี้

### 10.1 ผลการชั่งตัวอย่างอากาศ

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 ข้อมูลการเปรียบเทียบความถูกต้องของระบบเครื่องตรวจวัดให้ใช้ แบบ คพ.5-2

10.3.2 ข้อมูลการเปรียบเทียบความถูกต้องของเครื่องตรวจวัดปริมาณอากาศแห้งให้ใช้ แบบ คพ.5-3

10.3.3 ข้อมูลในการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์  $K'$  ให้ใช้ แบบ คพ.5-4

10.3.4 ข้อมูลในการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์  $Y$  ของเครื่องวัดปริมาณอากาศแห้งให้ใช้ แบบ คพ.5-5

ตารางที่ 29-3 เทคนิคการลดการรบกวนในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS (ต่อ)

Metal	Technique	SI-946 <sup>1</sup> Method No.	Wavelength (nm)	Interferences	
				Cause	Minimization
Sb	Aspiration	7040	217.6	1000 mg/ml Pb, Si, Cu, or acid	Use secondary wavelength of 231.1 nm; match sample & standards acid concentration or use nitrous oxide/acetylene flame
Sb	Furnace	7041	217.6	High Pb	Secondary wavelength or Zeeman correction
As	Furnace	7060	193.7	Arsenic Volatilization Aluminum	Spikes samples and add nickel nitrate solution to digestates prior to analysis Use Zeeman background correction
Ba	Aspiration	7080	553.6	Calcium	High hollow cathode current and narrow band slit
Be	Aspiration	7090	234.9	Barium Ionization 500 ppm Al High Mg and Si	2 ml of KCl per 100 ml of sample Add 0.1% fluoride
Be	Furnace	7091	234.9	Be in optical path	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 mfg's literature Use Method of Standard Additions
Co	Furnace	7201	240.7	Excess chloride	
Cr	Furnace	7191	357.9	200 mg/L Ca and P	All calcium nitrate for a known constant effect and to eliminate effect of phosphate
Cu	Aspiration	7210	324.7	Absorption and Scatter	Consult manufacturer's manual

## 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