

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.304 Ngày ban hành: 01 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/7
---	----------------------------------	---

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG BROMIDE VÀ BROMATE TRONG NƯỚC BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ ION GHÉP CẶP KHỐI PHỔ CẢM ỨNG PLASMA (IC-ICPMS)

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	29/12/2017

A. TỔNG QUAN

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.304 Ngày ban hành: 01 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/7
---	----------------------------------	---

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng Bromide (Br^-) và Bromate (BrO_3^-) trong nước uống bằng phương pháp sắc ký ion ghép cặp khối phổ cảm ứng plasma IC-ICP/MS

STT	Nguyên tố	LOD, $\mu\text{g/L}$	LOQ, $\mu\text{g/L}$
1	BrO_3^-	5	15
2	Br^-	5	15

II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng theo: *EPA 321.8, SMEWW 3125*

III. Nguyên tắc.

Mẫu nước sau lọc được định lượng trực tiếp trên hệ thống IC-ICPMS

VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.

Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

1. Thiết bị cơ bản.

- Ống ly tâm 50 mL
- Hệ lọc dung môi 0.45 μm
- Cân phân tích chính xác đến 0.01 mg và 0.1 mg
- Máy đo PH (Metrohm)
- Máy đánh siêu âm
- Các dụng cụ cần thiết trong phòng thí nghiệm

Các dụng cụ trước khi sử dụng phải được rửa bằng dung dịch axit 2%, sau đó rửa lại nhiều lần bằng nước cất khử ion và để khô tự nhiên.

2. Thiết bị phân tích

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.304 Ngày ban hành: 01 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/7
---	----------------------------------	---

- Hệ thống ICP-MS ELAN DRC-e, PerkinElmer, Canada
- Phần mềm điều khiển: Elan version 3.4 hotfix 1
- Perkin Elmer series 200 HPLC pump
- Cột sắc ký trao đổi ion: IC Pak Anion (Waters), IonPac AS11-HC

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- Nước cất hai lần khử ion DI water 18 MΩm
- HNO₃ 65% (Merck, d=0.91 kg/l)
- Ammonia 25% (Merck)
- (NH₄)₂CO₃ (P.A, Kanto – Nhật Bản)
- K₂SO₄ (P.A, Kanto – Nhật Bản)
- NaCl (P.A, Merck)
- Khí Argon 99.999%.

2. Chất chuẩn.

- Chuẩn KBr (99.999%, Sigma Aldrich)
- Chuẩn KBrO₃ (99.8%, Sigma Aldrich)
- Dung dịch chuẩn BrO₃ 1000 mg/L: cân chính xác 13.06 mg KBrO₃ cho vào bình định mức 10 mL. Sau đó, dùng nước cất khử ion định mức đến vạch.
- Dung dịch chuẩn Br 1000 mg/L: cân chính xác 14.89 mg KBr cho vào bình định mức 10 mL. Sau đó, dùng nước cất khử ion định mức đến vạch.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.304 Ngày ban hành: 01 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/7
---	--	---

<i>pha dung dịch chuẩn (18/07/2018)</i>						
<i>Dung dịch chuẩn</i>	<i>KBrO₃</i>			<i>KBr</i>		
Chuẩn gốc (A)	cân	13.2	mg KBrO ₃	cân	14.7	mg KBr
	định mức	10	mL	định mức	10	mL
	Mw(KBrO ₃)	167	dvC	Mw(KBr)	119.0023	dvC
	Mw(BrO ₃)	127.9	dvC	Mw(KBr)	79.904	dvC
	nồng độ	1011	ppm BrO ₃	nồng độ	987	ppm Br
Chuẩn hỗn hợp (B)	cân	0.2087	g chuẩn A	cân	0.2008	g chuẩn A
	định mức	9.6328	g	định mức	9.6328	g
	nồng độ	21.90		nồng độ	20.58	
Chuẩn trung gian (C)	cân	0.5088	g chuẩn B	cân	0.5088	g chuẩn B
	định mức	10.1941	g	định mức	10.1941	g
	nồng độ	1.093	ppm BrO ₃	nồng độ	1.027	ppm Br

Lưu ý: Các dung dịch chuẩn làm việc để xây dựng dãy chuẩn được chuẩn bị trước khi phân tích.

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

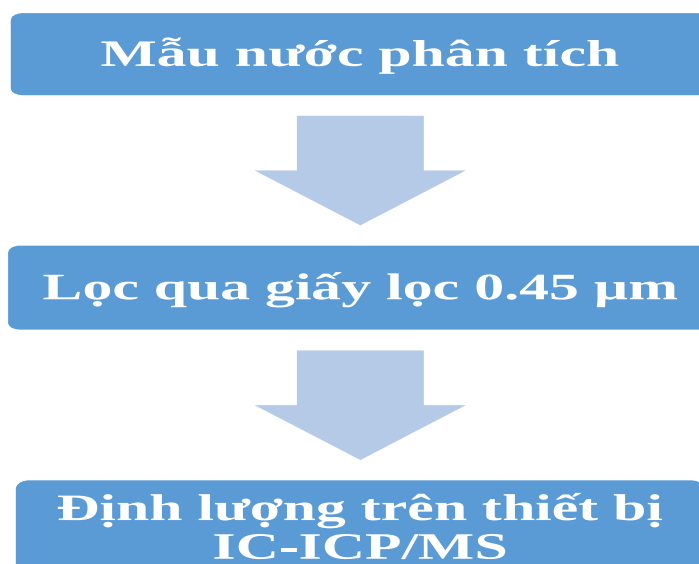
- Mẫu Blank hóa chất: thực hiện song song với mẫu phân tích.
- Mẫu QC Spike: spike trên nền mẫu blank ít nhất một trong các nồng độ sau: 10 ppb, 20 ppb hoặc thực hiện mẫu QC phòng thí nghiệm do trưởng nhóm quyết định.

VI. xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu.

Đồng nhất và bảo quản mẫu theo hướng dẫn thí nghiệm “HD.KT.022” mục 4.3

2. Phương pháp tiến hành.



CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.304 Ngày ban hành: 01 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/7
---	----------------------------------	---

V. Phân tích

1. Thông số thiết bị:

timing parameteres		Manual settings	
Sweeps/Reading	1	Plasma flow	15 L/min
Reading per Replicates	1	Nebulizer flow	0.84 L/min
Number of Replicates	1	RF-power	1200 Watts
Settling time	Normal		
Scan Mode	Peak Hopping		
Dwell Time	100 ms		
Signal Processing		HPLC condition	
Detector Mode	Dual	Column	IC Pak Anion (Waters), IonPac AS11-HC
Measurement Units	Cps	Mobile phase	NH4NO3 8.6 mM (pH 9)
Autolens	On	Flow rate	1 mL/phút
Spectral Peak processing	Average	Nhiệt độ cột	Nhiệt độ phòng
Signal Peak Processing	Maximum	Loop	200 µL
Blank Subtractions	After internal stadard	Pressure	45-50 bar
Baseline Readings	0	Run time	5 phút
Smoothing	Yes, factor 5		

analytes		Internal	Interferences	Corrections
----------	--	----------	---------------	-------------

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.304 Ngày ban hành: 01 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 6/7
---	----------------------------------	---

	isotopes	standard	background molecular ions	matrix molecular ions	
Br	79, 81				

2. Trình tự của quá trình tiêm mẫu trên thiết bị phân tích.

- Rửa hệ thống với nước DI trong khoảng 10 phút
- Tiêm mẫu trắng đường chuẩn, nước DI.
- Chạy đường chuẩn từ thấp đến cao gồm các nguyên tố cần phân tích
- Rửa lại hệ thống với nước DI
- Tiêm chuẩn kiểm tra, sử dụng 2 điểm giữa đường chuẩn
- Tiêm dung dịch rửa hệ thống, nước DI
- Tiêm mẫu trắng phương pháp
- Tiêm mẫu phân tích
- Tiêm mẫu thêm chuẩn
- Tiêm chuẩn kiểm tra sau 10 mẫu phân tích trong sequence
- Sau khi kết thúc sequence chạy máy, rửa lại hệ thống với nước DI

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Kết quả được tính theo công thức sau:

$$C_{mẫu}(\mu g/L) = C_0 \times f$$

- C_0 : nồng độ chất phân tích dựa trên đường chuẩn, $\mu g/L$
- V_{dm} : Thể tích định mức, mL
- m : khối lượng cân, g
- f : hệ số pha loãng (nếu có)

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Đường chuẩn phải có độ tuyến tính tốt (ít nhất là 05 điểm chuẩn), hệ số tương quan hồi qui tuyến tính (R^2) phải lớn hơn hoặc bằng 0.998.
- Độ lệch của các dung dịch chuẩn tiêm xen kẽ giữa các mẫu phân tích không vượt quá $\pm 10\%$ giá trị thật.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.304 Ngày ban hành: 01 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 7/7
---	--	---

- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤ 20 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá $\pm 10\%$.
- Mẫu QC spike: hiệu suất thu hồi nằm trong khoảng 80-110 %.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong biểu mẫu BM.15.04a, BM.15.06