

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.272 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 1/5
--	--	---

**XÁC ĐỊNH CHLORAL HYDRAT TRONG NƯỚC BẰNG KỸ
THUẬT KHÔNG GIAN HƠI GHÉP SẮC KÝ KHÍ KHỐI
PHỔ (HEADSPACE - GC/MS)**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
LINH THỊ MÌNH	DIỆP THỊ HỒNG TƯƠI	TRẦN THÁI VŨ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.272 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 2/5
---	----------------------------------	---

- Phương pháp này được sử dụng để xác định hàm lượng hợp chất chloral hydrat trong nền mẫu nước.
- Giới hạn phát hiện của phương pháp (LOD) là 2 µg/L.

II. Tài liệu tham khảo

- EPA METHOD 8260C : Volatile Organic Compounds by Gas chromatography/mass Spectrometry (GC/MS)
- Determination of chloral in water with headspace injection gas chromatography/mass spectrometry - PU Xue-wei;JI Zheng-yuan;XU Jia-hui;SHI Yan-feng; Deng Shan-shan;Yuxi. City Environmental Monitoring Station, 2016.

III. Nguyên tắc

- Mẫu được chuyển hóa thành chloroform trong môi trường kiềm NaOH 50% và xác định trực tiếp sử dụng kỹ thuật Headspace GC/MS.

IV. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm

- Đeo khẩu trang, găng tay khi thực hiện phân tích.
- Tuân thủ các nguyên tắc hoạt động phòng thí nghiệm.
- Sử dụng tủ hút, kính bảo hộ và găng tay khi cần thiết.
- Các dung môi hữu cơ và các chất thải phải được thu hồi vào các thùng chứa có dán nhãn và lưu giữ như các hóa chất thải độc hại.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích

1. Dụng cụ và thiết bị cơ bản

- Micropipet loại 20 µL, 200 µL.
- Vial headspace 20mL và nắp vial Headspace.
- Pipet 10 mL.

2. Thiết bị phân tích

- Headspace sampler Agilent 7694E hoặc tương đương.
- Agilent 6890GC / HP 5972MS hoặc tương đương.
- Rtx-VMS 30m x 0.25mm x 1.4 micron film hoặc tương đương.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.272 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 3/5
---	----------------------------------	---

II. Hóa chất và chất chuẩn

1. Hóa chất

- Nước DI, Methanol của Fisher hoặc tương đương.
- Muối Natri sulfat (Na_2SO_4) (Trung Quốc).
- NaOH 50% trong DI

2. Chất chuẩn

a. Chuẩn gốc

- Chloral hydrat 99.5 % – Sigma-Aldrich hoặc tương đương
- Bảo quản và lưu trữ: Các dung dịch chuẩn được lưu trữ trong tủ mát (4-8°C)

b. Dung dịch chuẩn

- Dung dịch chuẩn chloral 10000 mg/L: Cân chính xác khoảng 0.1 g của chuẩn chloral 99.9 % vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng methanol.
- Dung dịch chuẩn chloral 100 mg/L: Rút 0.1 ml của chuẩn chloral 10000 mg/L vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng methanol.
- Dung dịch chuẩn chloral 10 mg/L: Rút 1 ml của chuẩn chloral 100 mg/L vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng methanol.
- Bảo quản và lưu trữ: Các dung dịch chuẩn được lưu trữ trong tủ mát (4-8°C), sử dụng trong thời gian 1 năm.
- Đường chuẩn chloral như trong bảng sau:

Nồng độ cloral ($\mu\text{g/L}$)	5	10	20	50	100	200	400
chloral 10 (mg/L) (μL)	5	10	20	50	100	200	400
Nước cất (mL)NaOH 50%	200 μL của NaOH 50%, 10 mL nước						
Phân tích	Headspace GC/MS						

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.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.272 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 4/5
---	----------------------------------	---

- Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
- Mẫu QC: Mẫu spike trên nền mẫu blank với nồng độ kiểm soát LOQ

IV. Xử lý mẫu

1. Phương pháp tiến hành

- Cân 7 g muối Na_2SO_4 vào vial headspace.
- Rút 10 mL mẫu cho vào vial headspace. Thêm 200 uL của NaOH 50%.
- Đóng nắp lại. Vortex 10-15 giây. Đun cách thủy trong vòng 10 phút.
- Tiến hành phân tích trên headspace GC/MS.

2. Phân tích

a. Điều kiện Headspace

Oven temp: 75°C	Loop Eq. time: 0.1 min.
Loop temp.: 120°C	Injection time: 0.5 min.
Transferline temp: 200°C	GC cycle time: 25 min.
Sample Equilibration time: 10 min.	Vial pressure: 10psi.
Pressuriz. Time: 0.5 min.	Shaking: 2 High
Loop fill time: 0.5 min.	

b. Điều kiện GC/MS

- Cột : Rtx 30m x 0.25 mm 1.4 micron film
- Tốc độ dòng: 1 mL/phút.
- Nhiệt độ Inlet: 240 °C; detector: 240 °C; chế độ tiêm chia dòng: 8:1.
- Chương trình nhiệt:
 - 40 °C giữ 6 phút
 - Tăng 20°C/phút đến 100 °C
 - Tăng 25°C/phút đến 150 °C
- Solvent delay: 0 min
- Kiểu phân tích: SIM
- Chế độ ion hóa: EI (electron ionization)

STT	Hợp chất	T-R (phút)	Ion định lượng	Ion định tính		
1	Chloral	5.657	83	85	47	87

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.272 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 5/5
---	----------------------------------	---

3. Trình tự của quá trình tiêu mẫu trên thiết bị phân tích.

Dung môi trắng → Các chuẩn có nồng độ từ thấp tới cao → Dung môi trắng → Mẫu cần kiểm nghiệm → Mẫu thêm chuẩn → Chuẩn kiểm tra.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

- Xây dựng đường chuẩn biểu thị mối quan hệ giữa tỉ lệ diện tích của chuẩn và nồng độ chuẩn.
- Hàm lượng chất phân tích trong mẫu được tính toán theo công thức:

$$C = (C_0 \times f)$$

- C: nồng độ chất phân tích trong mẫu, mg/kg
- C₀: nồng độ chất phân tích xác định trên máy, mg/L
- f: hệ số pha loãng

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Đồ thị tuyến tính ít nhất 5 điểm chuẩn với $R^2 \geq 0.99$
- Độ lệch thời gian lưu không quá 0.5 % cho GC
- Độ lệch của dung dịch chuẩn kiểm tra không quá 15 %
- Biểu đồ kiểm soát xu hướng diễn biến kết quả phân tích (Control chart)
- Tỷ số ion: Cường độ tương đối của ion định tính so với ion định lượng phải nằm trong khoảng cho phép:

Cường độ tương đối (so với ion định lượng)	Sai số cho phép của GC-EI-MS
> 50 %	± 10 %
20 – 50 %	± 15 %
10 – 20 %	± 20 %
< 10 %	± 50 %

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu BM.15.04a, BM.15.06