

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.235 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 30/03/2018 Trang: 1/8
---	----------------------------------	---

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHENOL TRONG NHỰA, CAO SU  
VÀ DỤNG CỤ KIM LOẠI TIẾP XÚC TRỰC TIẾP VỚI THỰC  
PHẨM BẰNG HỆ THÔNG SẮC KÝ KHÍ GHÉP KHỐI PHỔ  
(GC/MS)**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
TỪ HIẾU HẬU	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**

Phương pháp này được áp dụng để xác định hàm lượng Phenol trong nền mẫu nhựa, cao su và dụng cụ kim loại tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm. Giới hạn phát hiện của phương pháp là 0.2 mg/kg.

### **II. TÀI LIỆU THAM KHẢO**

QCVN 12-1, 12-2, 12-3:2011/BYT: Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về an toàn vệ sinh đối với bao bì, nhựa, cao su và dụng cụ kim loại tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm.

EPA Method 8270D (SW-846): Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC-MS).

### **III. NGUYÊN TẮC**

Mẫu được ngâm thôi nhiễm với nước ở nhiệt độ thích hợp. Sau đó chất phân tích được chiết với dung môi Dichlorometan (DCM) và phân tích trên GCMS.

### **IV. THÔNG TIN AN TOÀN PHÒNG THÍ NGHIỆM**

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 như Dichlorometan (DCM), acetone 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**

Cân phân tích, độ chính xác 0.1mg,

Máy ly tâm 50ml và 15mL

Bình định mức 10 mL

Micropipet các loại 20  $\mu$ L, 200  $\mu$ L, 1000  $\mu$ L, 5000  $\mu$ L

Ống ly tâm 50 mL, 15 mL.

Màng lọc 0.45µm, vial và xy lạnh.

Phễu lọc bằng thủy tinh.

Bếp đun cách thủy.

Bình cầu 100mL.

Pipet 5mL.

## 2. Thiết bị phân tích

Hệ thống sắc ký khí ghép khối một tứ cực GCMS 5973 hoặc tương đương.

## II. HÓA CHẤT VÀ CHẤT CHUẨN

### 1. Hóa chất

Nước cất một lần và nước cất khử ion.

Dung môi Acetone, Dichlorometan hãng J.Backer hoặc tương đương..

Muối magie sulfat khan, acid sunfuaric của Trung Quốc

### 2. Chất chuẩn

Phenol của Merck hoặc tương đương.

Dung dịch chuẩn Phenol 1000 mg/kg: cân chính xác khoảng 10 mg chuẩn rắn vào bình định mức 10 mL, hoà tan và định mức đến vạch bằng Acetone.

Lưu ý đến độ tinh khiết của chất chuẩn. Khi đó nồng độ chất chuẩn trong dung dịch được tính được theo công thức sau:

$$C(mg/L) = \frac{m(mg) \times 1000}{V(ml)} \times P$$

Trong đó: C là nồng độ chất chuẩn có trong dung dịch (µg/mL).

m là khối lượng cân của chất chuẩn (mg).

V là thể tích định mức (mL).

P: Độ tinh khiết của chất chuẩn (%).

Dung dịch chuẩn trung gian Phenol 100 mg/kg: Rút 1mL dung dịch chuẩn gốc cho vào bình định mức 10mL, định mức đến vạch bằng acetone.

Dung dịch chuẩn trung gian Phenol 10 mg/L: Rút 0.1mL dung dịch chuẩn gốc cho vào bình định mức 10mL, định mức đến vạch bằng acetone.

Pha các dung dịch dãy chuẩn có nồng độ theo bảng sau:

Nồng độ dãy chuẩn (mg/L)	0.1	0.2	0.5	1	2	5
Thể tích dung dịch chuẩn trung gian 100 mg/L(mL)	0.01	0.02	0.05	0.1	0.2	0.5
Thể tích định mức 10mL Acetone	10					

Bảo quản và lưu trữ:

Dung dịch chuẩn gốc lưu ở 2-8°C, sử dụng trong thời gian 1 năm dựa theo EPA 8270D.

Dung dịch chuẩn hỗn hợp làm việc và đường chuẩn sau khi chuẩn bị được lưu trữ trong các ống thủy tinh, dán nhãn, bảo quản ở nhiệt độ mát (8°C), sử dụng trong thời gian 6 tháng,

### 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.

Mẫu QC: Mẫu spike trên nền mẫu blank với nồng độ kiểm soát 0.5 mg/kg

#### 1. Mẫu blank hóa chất

Phân tích ít nhất một mẫu blank hóa chất trong mỗi lần thực hiện phân tích. Đánh giá kết quả dựa vào giới hạn  $0 \pm 0.02$  mg/kg

Nếu mẫu blank hóa chất ngoài giới hạn kiểm soát, kiểm tra xem dụng cụ, hoá chất, chất chuẩn có bị nhiễm bẩn không. Nếu bị nhiễm bẩn, làm sạch dụng cụ bằng acetone hoặc metanol. Kiểm tra chất lượng nguồn nước của phòng thí nghiệm. Sử dụng hóa chất và chất chuẩn mới nếu thấy cần thiết.

## **2. Mẫu thêm chuẩn (QC)**

Tiến hành xử lý mẫu blank theo quy trình.

Nồng độ chuẩn thêm vào ở mức 0.5 mg/kg, khoảng 10 mẫu thông thường thì thực hiện kèm theo 1 mẫu QC.

Tính toán độ thu hồi theo phương trình

$$R(\%) = \frac{C_s - C}{S} \times 100$$

Trong đó:

R = Độ thu hồi

C<sub>s</sub> = Nồng độ mẫu thêm chuẩn

C = Nồng độ của mẫu nền

S = Nồng độ của chất phân tích thêm vào mẫu

## **IV. XỬ LÝ MẪU**

Rửa sạch mẫu với nước cất.

Cắt dụng cụ nhựa thành miếng nhỏ (10 cm<sup>2</sup>), sau đó cắt nhỏ tiếp (1cm<sup>2</sup>) cho vào cốc thủy tinh. Cho vào cốc 20mL nước cất. Đun cách thủy nhiệt độ 60 °C trong 30 phút.

Đối với dụng cụ kim loại: ngâm theo tỉ lệ 2mL nước cất ứng với 1cm<sup>2</sup> diện tích bề mặt chảo, sau đó đun ở nhiệt độ 95 °C trong 30 phút.

Dùng pipet rút 5mL mẫu sau khi được ngâm thôi cho vào ống thủy tinh 15mL. Thêm vào 0.05mL acid sunfuaric đậm đặc.

Spike 0.05mL nội chuẩn 10 mg/L.

Mẫu QC: Spike 0.025mL chuẩn phenol 100 mg/L.

Chiết với 10 ml DCM (10mLx3), chuyển dịch chiết DCM thu được vào bình cầu 100mL. Cô quay đến khô, định mức lại 5mL Acetone.

Phân tích trên GCMS.

## V. PHÂN TÍCH

### 1. Thông tin thiết bị

#### Điều kiện phân tích GC/MS

Cột DB-5MS (30 m x 0.25mm x 0.25µm)

- Khí mang: Heli
- Chương trình nhiệt: 60 °C (2 phút), tăng 12 °C/phút đến 120 °C (3phút), tăng 12°C/phút đến 220 °C (1 phút).
- Chế độ tiêm: không chia dòng.
- Tốc độ dòng: 2.3 ml/phút ở chế độ đẳng áp P=22.6 PSI tại 90 °C.
- Nhiệt độ buồng tiêm: 220 °C.
- Nhiệt độ transferline: 220 °C.

#### Điều kiện MS

- Nguồn ion hóa: EI , nhiệt độ 220 °C
- Dòng phát xạ: 34.6 µA
- Chế độ: SIM

St t	Hợp chất	Ion định lượng	Ion định tính		
1	Phenol	94	66	65	95

### 3. Trình tự của quá trình tiêm 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 diện tích của chuẩn và nồng độ của 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 dịch ngâm chiết, mg/L.

C<sub>0</sub>: nồng độ chất phân tích trong dịch chiết tính trên đường chuẩn, mg/L

f: hệ số pha loãng (nếu có)

## D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

Đồ thị tuyến tính ít nhất 5 điểm chuẩn với  $R^2 \geq 0.99$

Độ thu hồi: giá trị từ XNGTSD của phương pháp.

Tỷ số ion: Cường độ tương đối của ion định tính phải nằm trong khoảng cho phép.

Cường độ tương đối (so với ion định lượng)	Sai số cho phép
>50%	±20%
20-50%	±25%
10%-20%	±30%
<10%	±50%

Biểu đồ kiểm soát xu hướng diễn biến kết quả phân tích (Control chart): Giá trị hiệu suất thu hồi được ghi nhận vào control chart sau mỗi lô mẫu phân tích thực tế ở mức spike 0.5 mg/kg.

#### **E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

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