

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.260 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 1/5
--	--	---

**XÁC ĐỊNH CHLOROFORM TRONG THỦY HẢI SẢN BẰNG  
KỸ THUẬT KHÔNG GIAN HƠI GHÉP SẮC KÝ KHÍ  
KHỐI PHỐ  
( HEADSPACE - GC/MS)**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
LINH THỊ MINH	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**

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</p>	<p>Mã số: HD.TN.260 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 2/5</p>
--	--	---

- Phương pháp này được sử dụng để xác định hàm lượng hợp chất dễ bay hơi (VOCs) chloroform trong nền mẫu thủy hải sản.
- Giới hạn phát hiện của phương pháp là 0.1 mg/L.

## II. Tài liệu tham khảo

- EPA METHOD 8260C : Volatile Organic Compounds by Gas chromatography/mass Spectrometry (GC/MS)
- EPA Method 5021A: Volatile organic compounds in various sample matrices using equilibrium headspace analysis.

## III. Nguyên tắc

- Mẫu được 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  $\mu$ L, 200  $\mu$ L.
- 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.

## II. Hóa chất và chất chuẩn

### 1. Hóa chất

Nước DI.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.260 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 3/5
---	----------------------------------	---

Muối Natri sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) (Trung Quốc).

## 2. Chất chuẩn

### a. Chuẩn gốc

- Chloroform 99.9 % – J.Backer 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 chloroform 1000 mg/L: Rút 10 µL của chuẩn chloroform 99.9 % vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng acetone.
- Dung dịch chuẩn chloroform 100 mg/L: Rút 1 mL của chuẩn chloroform 1000 mg/L vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng acetone.
- Dung dịch chuẩn chloroform 10 mg/L: Rút 100 µL của chuẩn chloroform 1000 mg/L vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng acetone.
- 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 cloroform như trong bảng sau:

Nồng độ vinyl chloride (µg/L)	10	30	60	120	240	600	1000
Rút từ chuẩn cloroform 100 (mg/L) (µL)				12	24	60	100
Rút từ chuẩn cloroform 10 (mg/L) (µL)	10	30	60				
Nước cất (mL), muối $\text{Na}_2\text{SO}_4$ (g)	10 mL nước cất và 7 g muối $\text{Na}_2\text{SO}_4$						
Phân tích	Đậy nắp Headspace, vortex 30 giây, phân tích bằng thiết bị 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.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.260 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 4/5
---	----------------------------------	---

- Mẫu Blank hóa chất.
- 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 0.1 mg/kg

#### IV. Xử lý mẫu

##### 1. Phương pháp tiến hành

- Cân 7 g muối  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  vào vial headspace.
- Cân 2 g mẫu cho vào vial headspace, thêm 10 mL DI.
- 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)

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.260 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 5/5
---	----------------------------------	---

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

**c. 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 và nồng độ chất phân tích.

Hàm lượng trong mẫu được tính toán theo công thức:

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

- C: nồng độ chất phân tích trong mẫu, mg/kg
- C<sub>0</sub>: 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 thu hồi: giá trị từ XNGTSD của phương pháp.
- Độ lệch thời gian lưu không quá 0.5 % cho GC
- 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