

## 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.269 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 2/6</p>
--	--	---

- Phương pháp này được sử dụng để xác định hàm lượng Vinyl chloride và Epichlorohydrin trong nước ăn uống, nước sinh hoạt và nước giếng.
- LOD tương ứng với Vinyl chloride và epichlorohydrin là 0.5 và 0.1 µg/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 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.

### 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.269 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 3/6
---	----------------------------------	---

- Muối Natri sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ): tinh khiết phân tích.

## 2. Chất chuẩn

### a. Chuẩn gốc

- Vinyl chloride 1000 mg/L – Restek hoặc tương đương
- Epichlorohydrin – Restek hoặc tương đương
- Bảo quản và lưu trữ: Các dung dịch chuẩn được lưu trữ theo đúng nhiệt độ khuyến cáo của nhà sản xuất

### b. Dung dịch chuẩn

- Dung dịch chuẩn vinyl chloride 1 mg/L: Rút 10  $\mu\text{L}$  của chuẩn vinyl chloride 1000 mg/L vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng Methanol.
- Dung dịch chuẩn Epichlorohydrin 9950 mg/L: Rút 100  $\mu\text{L}$  của chuẩn epichlorohydrin 99.5 % vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng Methanol.
- Dung dịch chuẩn Epichlorohydrin 10 mg/L: Rút 10  $\mu\text{L}$  của chuẩn epichlorohydrin 9950 mg/L vào bình định mức 10 mL, định mức tới vạch bằng Methanol.
- Dung dịch chuẩn Epichlorohydrin 1 mg/L: Rút 1 mL của chuẩn epichlorohydrin 10 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 ( $4-8^\circ\text{C}$ ), sử dụng trong thời gian 1 năm.

- Đường chuẩn Epichlorohydrin và vinyl chloride như trong bảng sau:

Nồng độ vinyl chloride ( $\mu\text{g/L}$ )	0.75	1.5	3	6	15	30	60
Nồng độ epichlorohydrin ( $\mu\text{g/L}$ )	0.15	0.3	0.6	1.2	3	6	12
Rút từ chuẩn vinyl chloride 1 (mg/L) ( $\mu\text{L}$ )	7.5	15	30	60	150	300	600

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.269 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 4/6
---	----------------------------------	---

Rút từ chuẩn epichlorohydrin 1 (mg/L) ( $\mu$ L)	1.5	3	6	12	30	60	120
Nước cất (mL), muối $\text{Na}_2\text{SO}_4$ (g)	10 mL nước cất						
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.
  - 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 mức LOQ

### IV. Xử lý mẫu

#### 1. Phương pháp tiến hành

- Cân 7 g muối  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  vào vial headspace.
- Rút 10 mL mẫu cho vào vial headspace.
- Đóng nắp lại. Vortex 10-15 giây. 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.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.269 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 5/6
---	----------------------------------	---

- 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	Vinyl chloride	1.960	62	64	27	
2	Epichlorohydrin	9.180	57	64	62	

### 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 các đường chuẩn biểu thị mối quan hệ giữa diện tích và nồng độ chất phân tích.
- Hàm lượng VOCs 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<sup>2</sup> ≥ 0.99
- Độ thu hồi: giá trị từ XNGTSD của phương pháp.
- Độ lệch thời gian lưu không quá 0.5 % cho GC
- Độ lệch của dung dịch chuẩn kiểm tra không quá 15 %

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.269 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/06/2018 Trang: 6/6
---	----------------------------------	---

- 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