**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG BROMIDE VÀ BROMATE TRONG NƯỚCBẰNG 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 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. **TỔNG QUAN**
2. **Phạm vi áp dụng.**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng Bromide (Br-) và Bromate (BrO3-) trong nước uống bằng phương pháp sắc ký ion ghép cặp khối phổ cảm ứng plasma IC-ICP/MS

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **STT** | **Nguyên tố** | **LOD, µg/L** | **LOQ, µg/L** |
| 1 | BrO3- | 5 | 15 |
| 2 | Br- | 5 | 15 |

1. **Tài liệu tham khảo.**

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

1. **Nguyên tắc.**

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

1. **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.

1. **PHÂN TÍCH**
2. **Thiết bị và dụng cụ phân tích.**
3. 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 axít 2%, sau đó rửa lại nhiều lần bằng nước cất khử ion và để khô tự nhiên.*

1. Thiết bị phân tích

* Hệ thống ICP-MS ELAN DRC-e, PerkinElmer,Canada
* Phần mềm điểu 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

1. **Hoá chất và chất chuẩn.**
2. 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%.

1. 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.



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

1. **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 nềm mẫu blank ít nhật 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

1. Phương pháp tiến hành.

**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** | **isotopes** | **Internal  standard** | **Interferences** | | **Corrections** |
| **background molecular ions** | **matrix molecular ions** |
| Br | **79, 81** |  |  |  |  |

1. 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

1. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

### Kết quả được tính theo công thức sau:

### *C0: nồng độ chất phân tích dựa trên đường chuẩn, µg/L*

### *Vdm: Thể tích định mức, mL*

### *m: khối lượng cân, g*

### *f: hệ sồ pha loãng (nếu có)*

1. **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 (R2) 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 ±10 % giá trị thật.

# 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 ±10 %.

* Mẫu QC spike: hiệu suất thu hồi nằm trong khoảng 80-110 %.

1. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

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