

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 6132 : 1996**

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT -  
XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG LINDAN TRONG ĐẤT -  
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÍ LỎNG**

*Soil quality - Determination of lindant residue in soil-  
Gas liquid chromatographic method (GLC)*

**HÀ NỘI - 1996**

## **Lời nói đầu**

TCVN 6132: 1996 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 190

Chất lượng đất biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất  
lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

## Chất lượng đất - Xác định dư lượng lindan trong đất- Phương pháp sắc kí lỏng

*Soil quality - Determination of lindant residue in soil-  
Gas liquid chromatographic method (GLC)*

### 1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích dư lượng lindan trong đất.

Phương pháp này cũng có thể áp dụng để xác định mức độ ô nhiễm đất do do sử dụng chất này để trừ sâu bảo vệ cây trồng hay rò rỉ khi vận chuyển bảo quản.

Giới hạn xác định của phương pháp: 0.005mg/kg.

### 2. Tiêu chuẩn trích dẫn

Tiêu chuẩn này sử dụng cùng với:

- TCVN 5297: 1995 Chất lượng đất - Lấy mẫu - Yêu cầu chung
- TCVN 5941: 1995 Chất lượng đất - Giới hạn tối đa cho phép dư lượng hoá chất bảo vệ thực vật trong đất.

### 3. Định nghĩa

Tiêu chuẩn này dùng các định nghĩa sau:

3.1 Dư lượng chất trừ sinh vật hại trong đất: lượng chất trừ sinh vật hại còn sót lại ở lại trong đất chưa bị phân huỷ hoặc chưa biến đổi thành các dạng khác.

3.2 Giới hạn phát hiện của máy: Khả năng phát hiện cao nhất của thiết bị phân tích đối với đối tượng phân tích. Khi thiết bị phân tích là máy sắc kí lỏng, giới hạn phát hiện là lượng hoạt chất nhỏ nhất đưa vào máy để thu được pic sắc khí có chiều cao gấp ba lần độ nhiễu đường nền ở độ nhạy tối đa có thể được khi vận hành.

## **TCVN 6132:1996**

3.3 Giới hạn xác định của phương pháp: nồng độ thấp nhất xác định được trong đối tượng cần phân tích với các điều kiện đã được lựa chọn.

3.4 Độ phát hiện (recovery): khả năng xác định được (tính theo phần trăm) lượng chất cần phân tích so với lượng chất chuẩn đưa vào đối tượng phân tích khi tiến hành nghiên cứu xây dựng phương pháp.

### **4. Nguyên tắc**

Dùng dung dịch nước - axeton để tách lindan từ mẫu đất, sau đó chiết lindan từ dung dịch trên vào hexan, tinh chế tiếp bằng axit sunfuric, sắc kí cột silicagen và định lượng bằng phương pháp sắc kí lỏng dùng detector bắt electron (GLC/ECD).

Phương pháp này dùng để phân tích dư lượng lindan trong đất khi có mặt các chất hữu cơ khác như DDT.

### **5. Thuốc thử**

- n- hexan loại tinh khiết hoá học.
- axeton loại tinh khiết.
- Diclometan loại tinh khiết hoá học.
- axit sunfuric đặc ( $d = 1.84$ ), tinh khiết hoá học;
- Natri sunfat khan loại tinh khiết hoá học;
- Các dung dịch chuẩn lindan trong hexan 0.2 và 0.02  $\mu$ g/ml được điều chế từ dung dịch chuẩn gốc 100  $\mu$ g/ml lindan trong hexan;
- Kieselgen 60, 70 - 230 mesh, art.7734 (của hãng Merck hoặc tương đương);
- Nước cất.

### **6. Thiết bị dụng cụ**

Các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị dụng cụ sau:

- Bình nón nút mài dung tích 250, 500 ml;
- Bình cất nhám quả lê dung tích 10, 50, 100 ml;
- Phễu chiết dung tích 50, 250, 1000 ml;

- Phễu lọc thuỷ tinh đường kính 4 - 8 cm;
- Bom khí ar -CH<sub>4</sub> (95:5).
- Cối chày sứ;
- Rây kích thước lỗ 0.5 mm.
- Cột sắc kí (nhồi silicagen) có khoá vận;
- Bộ cất quay dưới áp suất giảm;
- Máy sắc kí khí detector bắt electron (Packard Hà lan hoặc cùng loại);
- Ống tiêm Hamilton chia vạch tới 0.2  $\mu$  l.
- Tủ sấy;
- Máy lắc;
- Bông thuỷ tinh.

## 7. Lấy mẫu

Mẫu đất được lấy theo TCVN 5297 : 1995.

Nên xác định thêm thành phần cơ lý, hoá học của đất để có cơ sở nhận định bổ sung về tình trạng diễn biến, khả năng lưu giữ và lan truyền chất ô nhiễm.

## 8. Cách tiến hành

### 8.1 Xây dựng đường chuẩn

Pha dãy dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ 0.01; 0.02; 0.05; 0.1; 0.2; 0.3;  $\mu$  g/ml lindan trong hexan. Bơm chính xác 1  $\mu$  l mỗi loại dung dịch trên vào hệ thống sắc kí lỏng ở điều kiện phân tích như điều 8.4 của tiêu chuẩn này để xây dựng đường chuẩn và xác định giới hạn phát hiện của máy.

### 8.2 Chiết tách

Rây mẫu đất qua rây có kích thước lỗ 05 mm để loại bỏ các tạp chất cơ học. Cân 30-40 g đất vào bình nón nút mài loại 500 ml (đồng thời cân một mẫu đất khác vào cốc, sấy ở 105°C trong một giờ để xác định độ ẩm của mẫu). Thêm vào 50 ml nước cất đã lắc với hexan, đập nút, lắc, đợi 30 phút cho đất ngấm nước rồi thêm 150 ml axeton và lắc 1 giờ

## TCVN 6132:1996

trên máy lắ. để 1 giờ cho lắ trong rồi gạn sang ống đong loại 250 ml (lắ tối đạ). Thêm 100 ml axeton vào mẫu đắ và lắ tiếp 1 giờ để chiết lần thứ hai. Để lắ trong và gạn lớp axeton vào ống đong trước đắ, đo thể tích tổng cộng. Từ thể tích này và thể tích tổng cộng nước - axeton đã lắ (50 ml + 150 ml + 100 ml = 300 ml) biết đượ lượng nước -axeton còn lại trong đắ để hiệu chỉnh khi tính toán. Sau đó chuyển phần chiết đượ từ ống đong sang phễu chiết loại 1000 ml đã có sẵn 100 ml hexan và 200 ml nước đã lắ sẵn với hexan. Tráng kỹ ống đong bằng một lần nước, hai lần axeton (mỗi lần 5 ml), đổ tất cả vào phễu chiết. Lắ trên máy lắ từ 10 đến 15 phút cho các chất hữu cơ chuyển vào lớp hexan. Đợi 20 -30 phút cho phân lớp hoàn toàn, tách lớp nước axeton ở dưới vào một phễu chiết khác, thêm 50 ml hexan, lắ 5 phút rồi để yên cho phân lớp, tách bỏ lớp nước -axeton, nhập phần hexan này cùng với lượng hexan rửa lại phễu (5 ml) vào phần hexan ở phễu chiết đầ. Thêm 200 ml nước đã lắ với hexan vào phễu và lắ 10 - 15 phút, để yên 20-30 phút cho phân lớp hoàn toàn, tách bỏ lớp nước, lắ lại như vậy một hai lần nữa để loại hết axeton và các chất phân cực khác. Làm khan phần hexan còn lại trong phễu bằng  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  khan và cất loại hexan trong máy cất quay dưới áp suất giảm ở 40-50°C đến còn 2-3 ml.

### 8.3 Làm sạch

Chuyển 2-3 ml dung dịch vừa cất loại hexan ở trên cùng lượng hexan tráng bình (0.5-1 ml) vào phễu chiết nút mài cỡ 50 ml và lắ với axit sunfuric 98% (2-3 ml) cho đến khi mất màu hoàn toàn. Sau khi khử màu, rửa phần hexan 3-4 lần bằng nước cho đến hết axit. Lớp hexan này cùng với lớp hexan tráng rửa phễu chiết đượ làm khan bằng  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  khan và đượ tinh chế tiếp trên cột silicagen.

Cân 5.1 g kieselgel 60, hoạt hoá trong tủ sấy 15 giờ ở 200°C. Cho từ từ hexan vào cốc chứa kieselgel vừa lắ trong tủ sấy ra còn nóng, trộn đều đổ nhanh vào cột. Dùng ống nhỏ giọt hút thêm hexan để tráng rửa, chuyển hết kieselgen bám trên thành cột xuống dưới tạo thành lớp kieselgen có bề mặt phẳng. Tháo bớt lớp dung môi cho chảy xuống bình hứng chỉ để lại lớp hexan khoảng 1 cm trên bề mặt kieselgen. Dùng ống nhỏ giọt sạch đầ chất đã đượ xử lý ở phần trên cùng hexan tráng rửa bình đựng cho vào cột. Lắp phễu chiết chứa dung môi vào đầ cột và điều chỉnh các khoá vặn sao cho tốc độ dung môi chảy từ phễu chiết xuống cột sắc kí và từ cột sắc kí xuống bình hứng từng phân đoạn bằng nhau, khoảng 60 giọt/phút.

Thu lắ 3 phân đoạn sau:

Phân đoạn 1 là 40 ml hexan chứa DDT

Phân đoạn 2 là 60 ml hexan chứa polyclobiphennyli

Phân đoạn 3 là 40 hỗn hợp diclometan: hexan= 1:4 theo thể tích, chứa lindan.

Lấy phân đoạn 3 chứa lindan đem cất quay dưới áp suất giảm ở 40-50°C để loại dung môi đến vừa khô.

Dùng ống nhỏ giọt hút một ít hexan để hoà tan chất còn lại và tráng rửa bình cất. Chuyển các phần hoà tan, rửa, tráng vào bình định mức 1 ml, thêm hexan đến vạch mức.

#### 8.4 Phân tích

Bơm chính xác 1  $\mu$ l dung dịch thu được trên đây vào máy sắc kí lỏng ở điều kiện phân tích như sau:

Máy sắc kí khí

Cột sắc kí: OV- 101, dài 25 m, đường kính 0.25 mm.

Nhiệt độ detector : 300°C, nhiệt độ injector 250°C; nhiệt độ cột: 70°C, 15 phút, 5°C/phút, 200°C/10 phút (chạy theo chương trình nhiệt độ).

Khí mang Ar + CH<sub>4</sub> (5%), áp suất cột 1,2 . 10<sup>5</sup> Pa (1.2 kg/cm<sup>2</sup>).

Thời gian lưu và khoảng tuyến tính của detector đối với.

Chất	Thời gian lưu (phút)	Khoảng tuyến tính (ng)
Lindan	26 - 179	0.01 - 0.3

### 9. Biểu thị kết quả

#### 9.1 Tính toán

Hàm lượng lindan (X), tính bằng miligam trên kilogam, tính theo công thức:

$$X = \frac{AVH_2V_2}{H_1V_1P}$$

trong đó

A là nồng độ chất chuẩn, tính bằng miligam trên microlit;

V là thể tích chất chuẩn bơm vào máy, tính bằng microlit;

H<sub>2</sub> là chiều cao của pic mẫu, tính bằng milimet (hoặc số đếm);

## **TCVN 6132:1996**

$V_2$  là thể tích cuối cùng của mẫu, tính bằng microlit;

$H_1$  là chiều cao của pic chuẩn, tính bằng milimet (hoặc số đếm);

$V_1$  là thể tích mẫu bơm vào máy, tính bằng microlit;

P là lượng cân mẫu đất, tính bằng kilogam.

### 9.2 Độ chính xác

Độ chính xác của phương pháp như sau :

Giới hạn phát hiện của máy ở điều kiện phân tích đã nêu : 0.004 ng.

Giới hạn xác định của phương pháp: 0.005 mg/kg.

Độ phát hiện: 65 - 85%.

Độ lệch chuẩn  $s(n = 4) = 18.7\%$  ở mức 0.01 ppm.

## **10. Báo cáo kết quả**

Bản báo cáo kết quả phải bao gồm các thông tin sau:

- a) tham khảo tiêu chuẩn này;
- b) đặc điểm nhận dạng xuất xứ của mẫu đất;
- c) tính chất riêng của mẫu đất (ví dụ sự có mặt của sét, sỏi cát hay cỏ, rác vụn...)
- d) kết quả xác định lindan;
- e) các yếu tố tự chọn và những yếu tố khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.

-----