

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6135 : 1996

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT - XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG
FENVALERAT TRONG ĐẤT - PHƯƠNG PHÁP SẮC KÍ
LỎNG HIỆU SUẤT CAO**

*Water quality - Determination of fenvalerat residue in soil - High performance
liquid chromatographic method (HPLC)*

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6135: 1996 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 190 Chất lượng đất biên soạn, Tổng cục TC-ĐL-CL đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Chất lượng đất - Xác định dư lượng fenvalerat trong đất - Phương pháp sắc kí lỏng hiệu suất cao

Water quality - Determination of fenvalerat residue in soil - High performance liquid chromatographic method (HPLC)

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích dư lượng fenvalerat 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: 0.02 ppm.

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 6135: 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

Fenvalerat trong đất được chiết Soxhlet với hỗn hợp dung môi n-hexan: axeton có tỷ lệ thành phần 2: 1 (v/v). Chuyển fenvalerat trong dịch chiết sang pha n-hexan. Làm sạch pha hữu cơ bằng cột sắc kí có chứa oxit nhôm giảm hoạt tính, natri sunfat khan. Xác định hàm lượng fenvalerat bằng sắc lí lỏng hiệu suất cao detector.

Phương pháp này dùng để phân tích dư lượng fenvalerat trong đất khi có mặt các chất pyrethoid khác.

5. Thuốc thử

- n- hexan loại tinh khiết.
- axeton loại tinh khiết.
- Diclometan loại tinh khiết
- Metanol loại tinh khiết dùng cho sắc kí.
- Natri sunfat khan loại tinh khiết phân tích.
- oxit nhôm trung tính loại tinh khiết phân tích.
- Fenvalerat chuẩn (99%).
- Nước cất hai lần.

6. Thiết bị dụng cụ

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

- Bộ chiết Soxhlet loại 150 ml;
- Bộ chưng cất Kuderna- Denhish;
- Bình cầu nút mài dung tích 100 ml, 250 ml;

- Phễu chiết dung tích 250 ml;
- Phễu lọc đường kính 4 - 8 cm;
- Máy rung siêu âm.
- Hệ thống sắc kí lỏng có vòng bơm mẫu 20 μ l, trang bị detector cực tím;
- Rây kích thước cỡ 2 mm.

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 1.0, 2.0, 6.0, 8.0. và 10.0 μ g/ml fenvalerat trong metanol. Bơm đủ 20 μ l mỗi 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 cỡ 2 mm để loại bỏ các tạp chất cơ học. Cân 25 g đất vào túi đựng mẫu và đặt ống Soxhlet. Cho 150 ml hỗn hợp dung môi n-hexan: axeton 2:1 (v/v) vào bình cầu loại 250 ml. Lắp bình cầu vào bộ chiết Soxhlet và đun hồi lưu 1 giờ. Để nguội bình cầu đến nhiệt độ phòng, tháo bình cầu ra khỏi bộ chiết Soxhlet.

8.3 Làm sạch

Chuyển dịch chiết vào mẫu chiết 250 ml, thêm một ít nước cất, lắc nhẹ. Để yên phễu chiết trên giá để cho phân lớp. Thu lớp n-hexan và làm khô bằng cách cho chảy qua phễu lọc có chứa 10 g natri sunfat khan. Rửa lớp natri sunfat khan bằng vài mililit n-hexan. Thu toàn bộ lượng dung môi vào bình Kudema Denish. Lắp bình vào sinh hàn và cho bay hơi dung môi trên bếp cách thuỷ tới còn khoảng 10 ml.

Lót một ít bông thấm nước vào đáy cột sắc kí làm bằng thuỷ tinh có đường kính trong 1.2 cm. Cho 10 g oxit nhôm loại dùng cho sắc kí có kích thước hạt 60 mesh (0.250 mm) đã được giảm

TCVN 6135: 1996

hoạt hoá 10% (xem chú thích). Gõ nhẹ cột để nèn chặt các chất nhồi. Đặt một lớp bông thấm nước lên mặt cột. Tắm ướt cột bằng 10 ml dung môi n-hexan. Chuyển dịch chiết thu được ở 8.2 vào cột, dùng 5 ml n-hexan để tráng bình và chuyển hết vào cột. Bỏ phần dung môi dư chảy qua cột. Rửa giải hấp chất bị hấp thụ trong cột bằng 60 ml hỗn hợp dung môi n-hexan: diclometan có thành phần tỷ lệ 7:3 (v/v). Hứng dung dịch chảy qua cột vào bình Kudema Denish. Lắp bình vào sinh hàn. Làm bay hơi dung môi trên bếp cách thuỷ đến khi còn khoảng 1-2 ml. Tháo bình Kudema Denish ra khỏi sinh hàn. Tiếp tục đuổi hết dung môi ngoài không khí bằng dòng khí khô.

Chú thích - oxit nhôm giảm hoạt hoá 10% được xử lý như sau: Cân 90 g oxit nhôm trung tính cho vào bình cầu loại 250 ml có nút mài, thêm 10 g nước. Đậy nút, lắc mạnh bình cầu cho đến khi oxit nhôm hết vón cục. Lắp bình cầu lên máy quay đảo, đảo 30 phút. Bảo quản oxit nhôm đã giảm hoạt hoá trong bình kín và để hai ngày sau mới sử dụng.

8.4 Phân tích

Hoà tan cặn bằng 0.5 ml metanol. Bơm đủ 20 μ l vào máy sắc kí lỏng ở điều kiện phân tích như sau:

Cột pha đảo chứa chất nhồi C- 18, kích thước 150 x 4.6 mm.

Pha động: metanol: nước 80:20 (v/v) được đuổi hết bọt khí bằng máy rung siêu âm.

Bước sóng phân tích: 228 nm.

Tốc độ dòng: 1.2 ml/phút.

9. Biểu thị kết quả

9.1 Tính toán

Dựa vào thời gian lưu (t_R) của chuẩn và mẫu để nhận biết fenvalerat và từ diện tích hoặc chiều cao pic, tính nồng độ fevalerat có trong đất theo công thức sau:

$$N = \frac{A_m}{A_c} \times \frac{C_c}{m} \times V$$

trong đó

N là nồng độ fevalerat trong đất, tính bằng μ g/g;

A_m là diện tích hoặc chiều cao pic mẫu, tính bằng milimet vuông hoặc milimet;

A_c là diện tích hoặc chiều cao pic chuẩn, tính bằng milimet vuông hoặc milimet;

C_c là nồng độ dung dịch chuẩn, tính bằng microgam trên lit;

m là khối lượng mẫu dùng để chiết, tính bằng gam;

V là thể tích dung dịch mẫu dùng để phân tích.

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 : $1.0 \mu\text{g/ml}$.

Giới hạn xác định của phương pháp: 0.02 ppm.

độ phát hiện: 90 - 95%.

Độ lệch chuẩn $s(n=5) = 15\%$ ở mức 0.1 ppm và 12% ở mức 1 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 fevalerat;
- e) các yếu tố tự chọn và những yếu tố khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.
