

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6133 : 1996

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT -
XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG METYL PARATHION TRONG
ĐẤT - PHƯƠNG PHÁP SẮC KÍ KHÍ - LỎNG**

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

HÀ NỘI - 1996

TCVN 6133:1996

Lời nói đầu

TCVN 6133: 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.

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích dư lượng metyl parathion trong đất.

Phương pháp này cũng có thể áp dụng để xác định mức độ ô nhiễm đất 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: 0.002 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 kí có chiều cao gấp ba lần độ nhiễu đường nền ở độ nhạy tối đa có thể được khi vận hành.

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

Metyl parathion trong đất được chiết bằng hỗn hợp dung môi cloroform- axeton theo tỉ lệ 2: 1 (v/v). Làm sạch dịch chiết bằng cột silicagen, natri sufat khan và than hoạt tính. Xác định hàm lượng metyl parathion bằng sắc kí lỏng dùng detector quang kế ngọn lửa (FPD). Phương pháp

TCVN 6133:1996

này dùng để phân tích dư lượng metyl parathion trong đất khi có mặt các chất photpho hữu cơ khác.

5. Thuốc thử

- Cloroform loại tinh khiết;
- axeton loại tinh khiết;
- Etyl axetat loại tinh khiết;
- Benzen loại tinh khiết;
- Natri sunfat khan loại tinh khiết phân tích;
- Than hoạt tính loại tinh khiết;
- Metyl parathion chuẩn (99%).

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 ml;
- Bình cầu nút mài dung tích 100ml;
- Bình quả lê dung tích 25 ml;
- Phễu lọc Buchner;
- Máy lắc;
- Máy chưng cất quay;
- Máy sắc kí khí trang bị detector FPD;
- Rây kích thước lỗ 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 0.1; 0.5; 1; 2; 3; 4 μ g/ml metyl parathion trong etyl axetat. Bơm chính xác 1 μ 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 2 mm để loại bỏ các tạp chất cơ học. Cân 50 g đất vào bình nón nút mài loại 250 ml. Thêm vào 30 g natri sunfat khan. Thêm 150 ml hỗn hợp dung môi cloroform- axeton (tỷ lệ 2:1 v/v). Đậy chặt bình nón và lắc 2 giờ trên máy lắc. Lọc dịch chiết qua phễu lọc Buchner dưới áp suất giảm của bộ giảm áp bằng vòi nước. Rửa phễu lọc hai đến ba lần bằng 60 ml hỗn hợp dung môi nói trên. Tập hợp dịch chiết, cho bay hơi dung môi ở 40°C trong máy chưng cất quay, áp suất giảm, đến còn khoảng 5 ml.

8.3 Làm sạch

Chuyển 5 g natri sunfat khan vào cột thuỷ tinh có đường kính trong 1.2 cm. Thêm 1 g than hoạt tính đã được sấy khô ở 180°C trong 2 giờ. Cho tiếp 5 g silicagen hoạt hoá loại dùng cho sắc kí có kích thước hạt 60 mesh (0.250 mm). Cho tiếp 5 g natri sunfat khan. Gõ nhẹ cột để lèn chặt các chất nhồi. Đặt một lớp bông thấm nước lên mặt cột. Tẩm ướt cột bằng 30 ml hỗn hợp dung môi benzen- etyl axetat có thành phần tỷ lệ 10:1 (v/v). Chuyển mẫu vào cột. Rửa cột 5 lần mỗi lần bằng 10 ml hỗn hợp dung môi nói trên. Hứng dung dịch chảy qua cột vào bình cầu có nút mài loại 100 ml. Lắp bình cầu vào máy chưng cất quay, cho bay hơi dung môi dưới áp suất giảm ở nhiệt độ 40°C đến còn khoảng 10 ml. Chuyển dung dịch còn lại vào bình quả lê loại 25 ml. Lắp bình quả lê vào máy chưng cất quay, tiếp tục làm bay hơi đến còn khoảng 1 ml ở điều kiện trên. Tháo bình quả lê ra khỏi máy chưng cất quay. Tiếp tục làm bay hơi ngoài không khí đến hết dung môi bằng dòng khí khô.

8.4 Phân tích

Hoà tan cặn trong bình quả lê bằng 0.5 ml etyl axetat. Bơm chính xác 1 μ l vào máy sắc kí lỏng trong những điều kiện phân tích như sau:

Cột mao quản dài 30, đường kính trong 0.32 mm, lớp pha tĩnh OV-17 dày 25 μ m.

Nhiệt độ buồng cột: Thực hiện chương trình nhiệt độ như sau: 70°C, 1 phút, sau đó tăng lên 160°C với tốc độ 7°C/phút, từ 160°C đến 220°C với tốc độ 4°C/phút. Giữ ở 220°C 10 phút.

TCVN 6133:1996

Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 220°C.

Nhiệt độ detector: 260°C.

Khí mang: - nitơ: tốc độ 1.2 ml/phút.

Khí cháy cho detector: - hidro: 95 ml/phút.

- không khí: 120 ml/phút.

Nếu máy sắc kí không có cột mao quản có thể sử dụng loại cột thủy tinh dài 2.1 m, đường kính trong 3 mm, được nhồi SE-52 được tẩm 5% (g/g) trên chất mang chromosorb W-AW-DMCS.

Nhiệt độ cột 210°C.

Nhiệt độ buồng bơm mẫu và detector: 230°C.

Tốc độ khí mang: - nitơ: 50 ml/ph.

áp suất khí cháy cho detector: - hidro: 0.65 kg/cm².

- không khí: 0.60 kg/cm².

Vì hiệu quả tách của cột mao quản lớn hơn rất nhiều so với cột nhồi và không bị cản trở bởi các tạp chất phức tạp trong môi trường, vì vậy tiêu chuẩn này không khuyến khích sử dụng cột nhồi.

9. Biểu thị kết quả

9.1 Tính toán

Dựa vào thời gian lưu (t_R) của chuẩn và mẫu để nhận biết metyl parathion và từ diện tích hoặc chiều cao pic, tính nồng độ metyl parathion 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 metyl parathion trong đất, tính bằng ppm;

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 : 0.1 ng.

Giới hạn xác định của phương pháp: 0.001 ppm.

độ phát hiện: 85 - 90%.

Độ lệch chuẩn $s(n=5) = 8.2\%$ ở mức 0.01 ppm và 6.5% ở mức 0.1 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 etyl parathion;
- e) các yếu tố tự chọn và những yếu tố khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.
