

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6136 : 1996

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

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

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6136: 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 lượng dư diazinon trong đất- phương pháp sắc kí khí lỏng

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

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định lượng dư diazinon trong đất.

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

Giới hạn xác định của phương pháp : 0.001 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 vật còn sót lại ở 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 3 lần độ nhiễu đường nền ở độ nhạy tối đa có thể được khi vận hành.

TCVN 6136:1996

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

Diazinon trong đất được chiết bằng hỗn hợp dung môi cloroform - axeton theo tỉ lệ 2:1 (v.v). Làm sạch dịch chiết bằng silicagen, natri sunfat khan và than hoạt tính. Xác định hàm lượng diazinon bằng sắc ký khí lỏng dùng detector quang kế ngọn lửa (FPD).

Phương pháp này dùng để xác định dư lượng diazinon trong đất khi có mặt các chất photpho hữu cơ khác.

5. Thuốc thử

- Cloroform loại tinh khiết;
- Etyl axetat 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 phân tích;
- Diazinon 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 100 ml;
- Bình quả lê dung tích 25 ml;
- Phễu lọc Buchner;
- Máy lắc;

- Máy chưng cất quay;
- Máy trắc kí khí trang bị detetoc FPD.
- Rây kích thước lỗ 2 mm.

7. Lấy mẫu

Mộ đất được lấy theo TCVN 5297 : 1995.

Nên xác định thêm thành phần cơ lí, 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 0.05; 0.1; 1.0; 2.0; 3.0; 4.0; μ g/ml diazinon trong etylen axetat. Bơm chính xác 1 μ l mỗi dung dịch trên vào máy trắc kí ở điều kiện phân tích như ở điều (8.4) của tiêu chuẩn này để xây dựng đường chuẩn và xác định độ giới hạn 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 có nút mài loại 250 ml. Thêm 30 g natri sunfat khan. Thêm 150 ml hỗn hợp dung môi cloroform - axeton tỉ lệ 2:1 (v.v). Đậy chặt bình nón lắc trên máy lắc 2 giờ. Lọc dịch chiết qua phễu lọc Buchner dưới áp suất giảm với bộ giảm áp bằng vòi nước. Rửa phễu lọc 2 đến 3 lần bằng 60 ml hỗn hợp dung môi nói trên. Tập hợp dịch chiết, làm bay hơi dung môi ở nhiệt độ 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. Đặt một lớp bông thấm nước lên mặt cột. Tẩm ướt cột bằng 30 ml hỗn hợp dung môi benzen - ety laxetat có thành phần tỉ 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 vào bình quả lê loại 25 ml. Lắp bình quả lê vào máy chưng cất quay, tiếp tục cho bay hơi đến còn khoảng 1 ml ở điều kiện trên.

TCVN 6136:1996

Tháo bình quả lê ra khỏi máy chưng cất quay. Tiếp tục làm bay hơi ngoài không khí đến hết dung môi bằng dòng không 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 ở một trong những điều kiện phân tích như sau:

a. Cột mao quản dài 30m, 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 220°C, 10 phút.

Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 220°C

Nhiệt độ detectoc: 260°C

Khí mang nitơ, tốc độ: 1.2 ml/phút

Khí cháy cho detectoc: - hidro: 95 ml/phút

- không khí: 120 ml/phút

b. Nếu máy sắc kí không có cột mao quản có thể dùng cột thuỷ tinh dài 2.1m, đường kính trong 3 mm chất 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 detectoc: 230°C

Tốc độ khí mang nitơ, : 50 ml/phút

áp suất khí cháy cho detectoc: - 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 nên 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 diazinon và từ diện tích hoặc chiều cao pic, tính toán nồng độ diazinon có trong đất theo công thức như sau:

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

Trong đó:

N là nồng độ diazinon trong đất, tính bằng (ppm);

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

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

C_0 là nồng độ dung dịch chuẩn, tính bằng micro gam trên milimet;

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

V là thể tích dung dịch mẫu dùng để phân tích, tính bằng mililit.

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: 0.05 ng.

Giới hạn xác định của phương pháp: 0.001 ppm.

Độ phát hiện: 90 - 95%.

Độ lệch chuẩn $s(n=5) = 7.8\%$ ở mức 0.01 ppm và 6.4% ở mức 0.1 ppm.

10. Báo cáo kết quả

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 diazinon;
- e. Các yếu tố tự chọn và những yếu tố khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.