

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 11072:2015**

**ISO 13913:2014**

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT - XÁC ĐỊNH CÁC PHTALAT ĐƯỢC  
CHỌN LỌC BẰNG SẮC KÝ KHÍ MAO QUẢN DETECTOR  
KHỐI PHỒ (GC/MS)**

*Soil quality - Determination of selected phthalates using capillary gas chromatography  
with mass spectrometric detection (GC/MS)*

**HÀ NỘI - 2015**

**Lời nói đầu**

**TCVN 11072:2015** hoàn toàn tương đương với ISO 13913:2014.

**TCVN 11072:2015** do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 190 *Chất lượng đất* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này áp dụng và được xác nhận cho một số loại nền mẫu như được trình bày tại Bảng 1 (Xem Phụ lục A về kết quả xác nhận).

**Bảng 1 – Các nền mẫu có thể áp dụng và đã được tiêu chuẩn này xác nhận**

<b>Nền mẫu</b>	<b>Vật liệu được dùng để xác nhận</b>
Bùn	Bùn đô thị
Chất thải sinh học	Compost mới
Đất	Đất thêm bùn

## **Chất lượng đất - Xác định các phtalat được chọn lọc bằng sắc ký khí mao quản detector khối phổ (GC/MD)**

*Soil quality - Determination of selected phthalates using capillary gas chromatography with mass spectrometric detection (GC/MS)*

**CẢNH BÁO** – Người sử dụng tiêu chuẩn này cần phải thành thạo với các thực hành phòng thí nghiệm thông thường. Tiêu chuẩn này không đề cập tới mọi vấn đề an toàn liên quan đến người sử dụng. Trách nhiệm của người sử dụng là phải đảm bảo an toàn và có sức khỏe phù hợp theo qui định.

**QUAN TRỌNG** – Chỉ những nhân viên đã qua đào tạo thích hợp mới được phép tiến hành phép thử theo tiêu chuẩn này.

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định các phtalat được chọn lọc trong bùn, chất thải sinh học đã xử lý, và đất sau khi chiết và phân tích sắc ký khí kết hợp detector khối phổ.

Phương pháp có thể áp dụng đối với xác định các phtalat (xem Bảng 2) với hàm lượng khối lượng thấp nhất từ 0,1 mg/kg đến 0,5 mg/kg (tính theo chất khô), phụ thuộc vào từng chất.

Có thể áp dụng phương pháp này cho các phtalat khác không được quy định tại Bảng 2, trừ các hỗn hợp đồng phân, ví dụ DiNP (Di-isononylphtalat) nhưng phải được kiểm tra xác nhận trong từng trường hợp.

Bảng 2 – Phtalat có thể được xác định theo tiêu chuẩn này

TT	Tên	Công thức	Viết tắt	Khối lượng phân tử g/mol	Số CAS-RN <sup>a</sup>
1	Dimethylphthalat	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	DMP	194,2	00131-11-3
2	Diethylphthalat	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	DEP	222,2	00084-66-2
3	Dipropylphthalat	C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> O <sub>4</sub>	DPP	250,3	00131-16-8
4	Di-(2-methyl-propyl)phthalat	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	DiBP	278,4	00084-69-5
5	Dibutylphthalat	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	DBP	278,4	00084-74-2
6	Butylbenzylphthalat	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>	BBzP	312,4	00085-68-7
7	Dicyclohexylphthalat	C <sub>20</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>	DCHP	330,4	00084-61-7
8	Di-(2-ethylhexyl)phthalat	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	DEHP	390,6	00117-81-7
9	Diocetylphthalat	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	DOP	390,6	00117-84-0
10	Didecylphthalat	C <sub>28</sub> H <sub>46</sub> O <sub>4</sub>	DDcP	446,7	00084-77-5
11	Diundecylphthalat	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O <sub>4</sub>	DUP	474,4	03648-20-2

<sup>a</sup> Số đăng ký hóa chất

## 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6663-13 (ISO 5667-13), *Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 13: Hướng dẫn lấy mẫu bùn*;

TCVN 6663-15 (ISO 5667-15), *Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 15: Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu bùn và trầm tích*;

TCVN 6648 (ISO 11465), *Chất lượng đất – Xác định hàm lượng chất khô và hàm lượng nước theo khối lượng – Phương pháp khối lượng*.

TCVN 7538-2 (ISO 10381-2), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 2: Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu*;

TCVN 8884 (ISO 14507), *Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ mẫu để xác định các hợp chất nhiễm bẩn hữu cơ*,

ISO 22892, *Soil quality – Guidelines for the identification of target compounds by gas chromatography and mass spectrometry (Chất lượng đất – Hướng dẫn nhận dạng hợp chất mục tiêu bằng sắc ký khí và khối phổ)*

### 3 Nguyên tắc

Mẫu đất khô, làm khô bằng đông khô hoặc bằng natri sunphat, được chiết bằng etyl axetat trên thiết bị lắc. Một phần dịch chiết được làm sạch bằng oxit nhôm (nếu cần), tiếp theo tách bằng sắc ký khí sử dụng cột mao quản, nhận dạng và định lượng các phtalat bằng khối phổ.

### 4 Cản trở

#### 4.1 Khái quát

Do việc sử dụng phtalat làm tác nhân làm dẻo, nên phtalat rất phổ biến. Nguồn phtalat đa dạng, phải được kiểm tra và tinh giảm bởi tự chính từng phòng thử nghiệm. Do vậy, hết sức chú ý để tránh bị nhiễm phtalat từ môi trường hoặc dụng cụ thử nghiệm trong phòng thử nghiệm.

#### 4.2 Cản trở trong quá trình lấy mẫu

Để tránh các chất cản trở và nhiễm bẩn chéo, không sử dụng vật liệu plastic (ví dụ ống nhựa, ...).

#### 4.3 Nhiễm bẩn chéo

Hóa chất và thiết bị phân tích có thể có chất lượng khác nhau. Sự nhiễm bẩn chéo dường như xảy ra với không khí trong phòng thử nghiệm. Do vậy, chuyển vật liệu plastic ra khỏi phòng thử nghiệm, càng xa càng tốt. Tác nhân làm sạch thường chứa các phtalat và có thể gây nhiễm bẩn nghiêm trọng không khí phòng thử nghiệm nếu sử dụng thường xuyên. Do vậy, hạn chế sử dụng các tác nhân trong khi áp dụng quy trình này.

Sử dụng găng tay bằng plastic trong xử lý sơ bộ có thể làm tăng sự nhiễm bẩn.

#### 4.4 Cản trở trong sắc ký khí

Các phtalat có thể chảy từ màng ngăn của bộ bơm mẫu đi vào sắc ký khí; do vậy, sử dụng màng ngăn không làm nhiễm bẩn đến hệ thống.

Khớp nối, ví dụ của xyranh, hoặc thiết bị và màng ngăn của chai lấy mẫu (6.5) cũng có thể chứa các phtalat.

### 5 Thuốc thử

#### 5.1 Khái quát

Tất cả các thuốc thử phải đạt cấp độ phân tích được công nhận.

Chỉ sử dụng thuốc thử có nồng độ các phtalat ở mức thấp có thể bỏ qua và kiểm định bằng phép xác định mẫu trắng, nếu cần, áp dụng các bước làm sạch bổ sung.

## TCVN 11072:2015

**5.2 Nitơ, N<sub>2</sub>**, độ tinh khiết cao, ít nhất 99,9 % theo thể tích cho quá trình làm khô, và nếu cần, để làm giàu bằng bay hơi.

**5.3 Heli, He**, độ tinh khiết cao, ít nhất 99,999 % theo thể tích.

**5.4 Etyl axetat, C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>**, không chứa phtalat, độ tinh khiết cao.

**5.5 Metanol, CH<sub>3</sub>OH**.

**5.6 Isooctan, C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>** (2,2,4-trimethylpentan).

**5.7 Bông thạch anh**, nung ở 400 °C trong ít nhất 4 h.

**5.8 Oxit nhôm, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**, trung tính, cỡ hạt từ 50 µm đến 200 µm, nung ở 400 °C trong ít nhất 4 h.

Bảo quản oxit nhôm đã xử lý nhiệt trong bình có nút hoặc bình hút ẩm. Sử dụng trong vòng 5 ngày sau khi xử lý nhiệt.

**CHÚ THÍCH** Có thể dùng vật liệu khác, như Florisil®<sup>1)</sup> hoặc silica, nếu đặc tính của chúng và khả năng tách tương tự như oxit nhôm và các đặc tính của chúng được kiểm tra theo 8.6.

### 5.9 Chuẩn nội

Ví dụ:

- di-n-butylphtalat đã đeteri hóa, "DBP-vòng-D4";
- D4-C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>O<sub>4</sub> đeteri hóa;
- Di-(2-ethylhexyl)phtalat đeteri hóa "D4-vòng-DEHP";
- D4-C<sub>24</sub>H<sub>38</sub>O<sub>4</sub> đeteri hóa, di-n-octylphtalat "D4-vòng-DOP";
- D4-C<sub>24</sub>H<sub>38</sub>O<sub>4</sub>;
- Có thể dùng chuẩn đánh dấu <sup>13</sup>C, nếu có.

### 5.10 Chất tham chiếu

Bảng 2 đưa ra danh mục các phtalat với nồng độ khối lượng đã xác định để chuẩn bị dung dịch tham chiếu cho quy trình sắc ký khí.

### 5.11 Dung dịch của chất riêng lẻ

Trong một bình định mức 10 mL (6.13), chuyển ví dụ 10 mg từng chất tham chiếu (5.10) vào etyl axetat (5.4) và cho etyl axetat (5.4) (nồng độ 1 g/L) đến vạch mức.

<sup>1)</sup> Thông tin này chỉ tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là xác nhận của tiêu chuẩn về sản phẩm này. Các sản phẩm tương đương có thể được dùng nếu chúng cho các kết quả như nhau.

Bảo quản dung dịch trong chai thủy tinh ở  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ , tránh ánh sáng và kiểm tra nồng độ ít nhất ba tháng một lần.

### **5.12 Dung dịch gốc**

Trong một bình định mức 10 mL (6.13), pha loãng từ 100  $\mu\text{L}$  đến 500  $\mu\text{L}$  dung dịch từng chất chuẩn riêng lẻ (5.11) và cho etyl axetat (5.4) (nồng độ 10 mg/L đến 50 mg/L) đến vạch mức.

Bảo quản dung dịch này trong chai thủy tinh ở  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ , tránh ánh sáng và kiểm tra nồng độ ít nhất ba tháng một lần.

### **5.13 Dung dịch chuẩn để hiệu chuẩn nhiều điểm (xem Phụ lục B)**

Chuẩn bị dung dịch bằng cách pha loãng đủ dung dịch gốc (5.12) và chuẩn nội (5.9) với etyl axetat (5.4).

Bảo quản dung dịch này trong chai thủy tinh ở  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ , tránh ánh sáng và kiểm tra nồng độ ít nhất ba tháng một lần.

### **5.14 Dung dịch chuẩn nội (xem Phụ lục B).**

#### **5.14.1 Dung dịch chuẩn nội D4-phtalat**

Cân ví dụ 0,1 g phtalat chuẩn nội (D4) (5.9) cho vào một bình định mức 10 mL (6.13) đã cho khoảng 5 mL etyl axetat (5.4) và cho thêm etyl axetat (5.4) đến vạch mức. Bảo quản dung dịch trong chai thủy tinh ở  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

#### **5.14.2 Dung dịch hỗn hợp chuẩn nội I**

Kết hợp dung dịch phtalat chuẩn nội riêng lẻ (5.9) ví dụ bằng cách pha loãng theo tỉ lệ 1:100 như sau:

Chuyển bằng xyranh 0,1 mL từng dung dịch (6.15) vào bình định mức 10 mL (6.13) đã chứa khoảng 5 mL etyl axetat (5.4). Cho thêm etyl axetat đến vạch mức. Nồng độ cuối cùng của di-n-octylphtalat (D4), di-n-butylphtalat (D4), và di-(2-ethylhexylphtalat) bằng 100 mg/L trong etyl axetat (5.4).

#### **5.14.3 Dung dịch hỗn hợp chuẩn nội II**

Lấy từ dung dịch pha loãng 1:100 (5.14.2), ví dụ 250  $\mu\text{L}$ , chuyển vào bình định mức 250 mL (6.13), làm đầy đến 250 mL bằng etyl axetat (5.4).

Nồng độ cuối cùng của di-n-octylphtalat (D4), di-n-butylphtalat (D4), và di-(2-ethylhexylphtalat) bằng 0,1 mg/L trong etyl axetat (5.4).

#### **5.14.4 Dung dịch hỗn hợp chuẩn nội III**

Pha loãng dung dịch chuẩn nội I (5.14.2) theo tỉ lệ 1:10. Dùng pipet lấy 1 mL dung dịch (5.14.2) cho vào bình định mức 10 mL (6.13) đã có khoảng 5 mL etyl axetat (5.4). Cho thêm etyl axetat đến vạch mức.



## **TCVN 11072:2015**

Nồng độ cuối cùng của di-n-octylphtalat (D4), di-n-butylphtalat (D4), và di-(2-ethylhexylphtalat) bằng 10 mg/L trong etyl axetat.

**5.15 Natri sunphat,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , nung ở 400 °C trong ít nhất 4 h.**

## **6 Thiết bị, dụng cụ**

### **6.1 Khái quát**

Thiết bị hoặc các phần của thiết bị tiếp xúc với mẫu hoặc dịch chiết mẫu phải không chứa phtalat. Điều này có thể đạt được bằng cách làm sạch kỹ tất cả các thiết bị, dụng cụ thủy tinh và kiểm tra bằng phép xác định mẫu trắng.

**6.2 Bình cổ rộng đáy phẳng** có nút thủy tinh, nên dùng thủy tinh màu nâu, dung tích 500 mL và 1000 mL.

**6.3 Tủ sấy**, có khả năng duy trì tại nhiệt độ  $(105 \pm 5)$  °C.

**6.4 Lò nung**, có thể điều chỉnh, tới nhiệt độ  $(400 \pm 10)$  °C, với dung tích ví dụ tối thiểu là 60 L.

**6.5 Lọ mẫu**, thủy tinh, có nút trơ, ví dụ vách ngăn được ốp bằng polytetrafluoetylen (PTFE) để bảo quản dịch chiết, và bình lấy mẫu, thủy tinh, có vách ngăn trơ, 2 mL để chứa dịch chiết dùng cho vận hành bộ lấy mẫu tự động.

**6.6 Thiết bị chân không để làm sạch**, hộp chân không, hộp chiết.

**6.7 Khóa làm bằng thép không gỉ**, khóa làm bằng thép không gỉ hoặc khóa polytetrafluoetylen (PTFE) có bộ nối Luer để tách biệt bộ nối chân không.

**6.8 Cacxit thủy tinh**, có hình nón Luer.

**6.9 Polytetrafluoetylen nấu chảy (PTFE)**, dùng cho cacxit, 6 mL.

**6.10 Lá nhôm**, được nung ở 400 °C.

**6.11 Bình chứa bằng thép không gỉ**, để bảo quản thiết bị thủy tinh nhỏ hơn.

**6.12 Ống đong**, dung tích 50 mL và 100 mL.

**6.13 Bình định mức**, dung tích 10 mL, 25 mL và 250 mL.

**6.14 Pipet Pasteur**, ví dụ 2 mL.

**6.15 Syranh**, 2  $\mu\text{L}$ , 5  $\mu\text{L}$ , 10  $\mu\text{L}$ , 50  $\mu\text{L}$ , 100  $\mu\text{L}$  và 500  $\mu\text{L}$ , sai số cho phép tối đa  $\pm 2\%$ .

**6.16 Sắc ký khí, có cột mao quản, kiểm soát nhiệt độ, detector khối phổ.**

**6.17 Khí vận hành,** dùng cho sắc ký khí/khối phổ có độ tinh khiết cao và phù hợp với yêu cầu kỹ thuật của nhà sản xuất.

**6.18 Cột silica nung chảy,** với pha tĩnh không phân cực (xem ví dụ ở Phụ lục C).

Kiểm tra chất lượng của cột, ví dụ bằng cách bơm dung dịch chuẩn (5.13), và đảm bảo rằng quá trình tách là phù hợp.

**6.19 Ống thủy tinh,** vạch mức 5 mL hoặc 10 mL.

**6.20 Thiết bị nitơ,** để làm khô cacxit thủy tinh (6.8).

**6.21 Cốc mô,** dung tích 50 mL và 100 mL.

**6.22 Bình nón,** dung tích 250 mL.

**6.23 Thiết bị lắc,** chuyển động theo chiều ngang.

**6.24 Thiết bị làm đông khô.**

**6.25 Thìa kim loại**

**6.26 Cối bằng đá mã não**

**6.27 Kẹp bằng kim loại, để ngắt.**

**6.28 Cân,** ví dụ phạm vi cân từ 0,001 g đến 100 g.

**6.29 Pipet,** dung tích 20 mL, 25 mL và 50 mL.

## **7 Lấy mẫu và bảo quản mẫu**

Thu thập, lưu giữ và xử lý mẫu theo TCVN 6663-13 (ISO 5667-13), TCVN 6663-15 (ISO 5667-15) và TCVN 7538-2 (ISO 10381-2).

Sử dụng chai lấy mẫu đã được xử lý trước (6.2) để lấy mẫu và đảm bảo rằng nút cũng được xử lý trước.

Nói chung, tiến hành lấy mẫu sử dụng bình chứa bằng thép không gỉ hoặc bình thủy tinh. Để tránh nhiễm bẩn, hạn chế sử dụng các vật liệu plastic (ống và những dụng cụ khác).

Sấy khô mẫu sau khi thu thập càng sớm càng tốt. Nếu vẫn phải bảo quản, bảo quản mẫu ở nơi tối, 4 °C. Mẫu đã sấy khô có thể bền trong khoảng thời gian dài hơn.

Xác định hàm lượng chất khô theo TCVN 6648 (ISO 11465).

## **8 Quy trình**

### **8.1 Chuẩn bị thiết bị thủy tinh**

Làm sạch tất cả thiết bị, dụng cụ thủy tinh, ngoại trừ xyranh, được sử dụng trong phân tích trong máy rửa bằng nước và sau đó sấy khô trong tủ (6.3) ở 105 °C.

Nung nóng thiết bị thủy tinh đã được rửa trước trong lò nung (6.4) trong ít nhất 4 h ở 400 °C.

Tiếp theo để thiết bị nguội đến nhiệt độ phòng trong khoảng 12 h.

CHÚ THÍCH Bình thủy tinh dùng cho mục đích định mức có thể bị thay đổi đặc tính của chúng do quá trình nung.

Đậy nắp thiết bị thủy tinh đã nguội (bình lớn nhất) bằng nắp phù hợp hoặc bằng tấm nhôm (6.10). Bảo quản bình thủy tinh nhỏ hơn trong bình chứa làm bằng thép không gỉ (6.11) đã được loại nhiễm bẩn (nung nóng) và đậy kín phù hợp.

Để tránh bị mất mẫu do hấp phụ lên thành bình, tráng thành bình bằng isoocetan (5.6) bằng cách dùng pipet Pasteur (6.14). Đổ bỏ dung môi.

Để dung môi còn lại bay hơi trong tủ hút.

Tiến hành khử hoạt tính này của bề mặt sau khi sấy và làm nguội hoặc ngay trước khi sử dụng.

### **8.2 Làm khô mẫu**

#### **8.2.1 Khái quát**

Xử lý sơ bộ mẫu theo TCVN 8884 (ISO 14507), nếu không có quy định khác.

Tùy thuộc vào hàm lượng nước và nền mẫu, làm khô mẫu bằng natri sunphat (5.15) hoặc bằng đồng khô (xem Phụ lục D).

Có thể làm khô các mẫu (đất, chất thải) có hàm lượng chất khô > 80 % bằng natri sunphat (xem 8.2.3).

Bùn có hàm lượng nước lớn phải được làm khô bằng đồng khô (xem 8.2.2).

#### **8.2.2 Đồng khô**

Làm đông lạnh một phần mẫu đã đồng nhất hoặc phần mẫu đại diện ở - 18 °C. Sau đó, làm đông khô ở khoảng 5 kPa cho đến khi khối lượng không đổi.

Làm đồng nhất mẫu đã đông khô bằng chày và cối mã não (6.26).

#### **8.2.3 Làm khô bằng natri sunphat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)**

Tùy thuộc vào hàm lượng phtalat dự kiến trong mẫu, cân khoảng 1 g đến 10 g mẫu ướt cho vào cốc (6.21) và cho natri sunphat (5.15) vào mẫu ướt cho đến khi hỗn hợp chảy nước. Nghiền hỗn hợp bằng chày và cối mã não (6.26). Khi đạt được hỗn hợp chảy tự do, độ ẩm được giới hạn. Đồng thời, xác định hàm lượng chất khô của mẫu (xem Điều 7).

### 8.3 Chiết

Chuyển khoảng từ 1 g đến 10 g, chú ý đến hàm lượng chất khô và nồng độ phtalat dự kiến, hỗn hợp mẫu và natri sunphat (đã được chuẩn bị theo 8.2.3) hoặc mẫu đã đông khô (được chuẩn bị theo 8.2.2) cho vào bình nón (6.22) và cho ví dụ 20 mL etyl axetat (5.4) với chuẩn nội (5.9) vào mẫu. Nếu dự đoán lượng các phtalat cao, dung môi chiết có thể gấp đôi hoặc gấp nhiều lần (xem Bảng 3). Vì nồng độ phtalat trong mẫu trắng là chưa biết, cần tránh pha loãng dịch chiết mẫu. Đậy nắp bình nón (6.22) bằng nắp và cố định nắp bằng kẹp kim loại (6.27).

Chiết mẫu trong ít nhất 30 min đặt trên thiết bị lắc (6.23). Đảm bảo rằng mẫu và dung môi được trộn đều. Sau khi chiết, dùng pipet (6.14) lấy khoảng 1 mL và chuyển dịch chiết vào lọ GC (6.5), hoặc phải lấy khoảng 3 mL nếu cần làm sạch (xem 8.4). Đặt lá nhôm đã sấy (6.10) vào giữa lọ và nắp để tránh nhiễm bẩn các phtalat từ màng ngăn. Dịch chiết có thể được phân tích trực tiếp bằng GC-MS.

Nếu cần làm sạch, ví dụ do cản trở của các chất cần phân tích trong sắc ký GS-MS, xem 8.4.

**Bảng 3 – Ví dụ mẫu lấy và tỉ lệ chất khô/thể tích dung môi**

Nền mẫu	Mẫu lấy g	Tỉ lệ chất khô:dung môi	Ghi chú
Bùn (cống)	Từ 1 đến 10	<1:80	Lượng DEHP cao được dự đoán
Trầm tích/chất rắn lơ lửng	Từ 2 đến 10	<2:20	DEHP được dự đoán
Compost	Từ 2 đến 10	<2:20	Nồng độ DEHP từ thấp đến cao
Đất	Từ 2 đến 10	<2:20	Nồng độ DEHP từ thấp đến cao

Cần chú ý để lượng dung môi đủ cho việc thu thập dịch chiết (ít nhất 3 mL).

Nên dùng phương pháp chiết (bằng máy lắc) đã mô tả do ít có khả năng bị nhiễm bẩn. Sử dụng quá trình chiết Soxhlet hoặc chiết dung môi tăng tốc (ASE), có thể thu được lượng các phtalat đáng kể, nhưng rủi ro nhiễm bẩn cao hơn. Hơn nữa, tương quan quá trình chiết (dung môi và mẫu lấy) cần phải được điều chỉnh phù hợp với phương pháp chiết. Về tiêu chí thử mẫu trắng, xem 8.6.

### 8.4 Làm sạch

Quá trình làm sạch chỉ cần thiết nếu dự đoán có cản trở trong sắc ký GC-MS, bắt nguồn từ các nền mẫu; nếu không, cần tránh những rủi ro bị nhiễm bẩn thêm. Sau khi chiết, lấy khoảng 3 mL dịch chiết bằng pipet (6.14) và làm sạch dịch chiết bằng nhôm oxit (5.8).

Làm sạch dịch chiết như sau:

- Đặt 1 g nhôm oxit hoạt hóa (5.8) vào cacrit (6.8) vào giữa hai PTFE nung chảy (6.9).
- Làm sạch nhôm oxit (5.8) bằng etyl axetat (5.4) với thể tích bằng thể tích một cacrit.
- Làm khô bằng nitơ (5.2) trong 1 min.

## **TCVN 11072:2015**

- Cố định cacrit đã làm sạch bằng khóa thép không gỉ (6.7) và đặt nó vào thiết bị chân không (6.6).
- Để dịch chiết đi qua cacrit và thu lấy dịch này vào ống thủy tinh (6.19).
- Chuyển dịch chiết vào lọ GC (6.5). Gắn lá nhôm đã nung (6.10) vào giữa lọ và nắp để tránh bị nhiễm bẩn bởi các phtalat từ màng ngăn.

### **8.5 Sắc ký khí**

Tối ưu hóa thiết bị GC (6.16) theo sổ tay hướng dẫn của nhà sản xuất.

Sử dụng cột mao quản (xem Phụ lục C và 6.18) để tách.

Để làm sạch hệ thống đi vào không có các phtalat, bơm etyl axetat (5.4) ít nhất năm lần từ các lọ GC khác nhau (xem Điều 4) trước khi đo dịch chiết mẫu hoặc dung dịch hiệu chuẩn.

### **8.6 Giám sát mẫu trắng**

Kiểm tra điều kiện phù hợp của thiết bị và thuốc thử bằng phép đo mẫu trắng tại những khoảng thời gian đều đặn.

Đối với phép đo mẫu trắng, xử lý natri sunphat (5.15) theo đúng cách như đối với mẫu (xem 8.2 và 8.3). Cân lượng natri sunphat gần bằng lượng cần để làm khô mẫu. DEP, DiBP, DBP, và DEHP là những phtalat phổ biến nhất. Giới hạn mẫu trắng của từng phtalat phải không thấp hơn 50 % của giới hạn thấp nhất được báo cáo.

Với từng loạt mẫu, xác định hai mẫu trắng. Sự sai khác của hai mẫu trắng phải không lớn hơn 30 %; nếu không đạt được, cần phải lặp lại phép xác định. Kết quả của giám sát mẫu trắng được dùng để hiệu chỉnh mẫu trắng, như được mô tả tại Điều 10.

### **8.7 Nhận dạng từng hợp chất**

Mỗi hợp chất được nhận dạng bằng cách so sánh thời gian lưu của pic tương ứng trong sắc ký đồ mẫu với pic của chất của dung dịch chuẩn tham chiếu đo được trong cùng điều kiện.

Tham khảo ISO 22892 về nhận dạng chất phân tích.

Bảng 4 – Ví dụ về các phần khối lượng điển hình của chất phân tích chuẩn

Số	Chất phân tích	Chữ viết tắt	Các ion giám sát cụ thể		
			Ion mục tiêu M1 %	Ion định tính M2 %	Ion định tính M3 %
1	Dimethylphtalat	DMP	163 (100)	194 (7,8)	135 (4,5)
2	Diethylphtalat	DEP	149 (100)	177 (23)	222 (1,6)
3	Dipropylphtalat	DPP	149 (100)	209 (5,9)	191 (6,9)
4	Di (2-methyl-propyl)phtalat	DiBP	149 (100)	223 (7,4)	205 (1,9)
5	Dibutylphtalat	DBP	149 (100)	223 (5,6)	278 (1,0)
6	Butylbenzylphtalat	BBzP	149 (100)	206 (22)	312 (1,0)
7	Dicyclohexylphtalat	DCHP	149 (100)	167 (32)	249 (5,5)
8	Di (2-ethylhexyl)phtalat	DEHP	149 (100)	167 (34)	279 (8,8)
9	Diocetylphthalat	DOP	149 (100)	279 (6,6)	207 (4,4)
10	Didexylphtalat	DDcP	149 (100)	307 (6,4)	—
11	Diundexylphtalat	DUP	149 (100)	321 (5,4)	—
12	Dibutylphtalat- vòng-D4	D4-DBP	153 (100)	227 (5,7)	—
13	Di(2-ethylhexyl)phtalat-vòng-D4	D4-DEHP	153 (100)	171 (31)	283 (14)
14	Diocetylphthalat-vòng-D4	D4-DOP	153 (100)	283 (17)	—

CHÚ THÍCH 1: Tỷ lệ khối lượng có thể khác nhau, tùy theo điều chỉnh thiết bị được dùng

CHÚ THÍCH 2: Tùy theo nồng độ của phtalat, ion định tính không luôn luôn được nhìn thấy (lượng nhỏ).

CHÚ THÍCH 3: M<sub>1</sub> được dùng để định lượng; M<sub>2</sub> and M<sub>3</sub> được dùng để nhận dạng.

## 9 Hiệu chuẩn

### 9.1 Khái quát

Thiết lập hàm hiệu chuẩn và đồ thị hiệu chuẩn cho từng hợp chất sử dụng, tùy theo điều kiện thực tiễn, dùng dung dịch chuẩn một thành phần hoặc nhiều thành phần và phải đảm bảo thu được tương quan tuyến tính của tín hiệu đo với nồng độ. Khoảng làm việc tuyến tính phải được xác định bằng ít nhất năm điểm từ năm nồng độ khác nhau.

Hàm hiệu chuẩn được xác định đối với một thành phần đơn lẻ chỉ đúng đối với khoảng nồng độ tương ứng và phụ thuộc vào điều kiện vận hành của sắc ký khí. Cần kiểm tra thường xuyên hàm hiệu chuẩn. Đối với mục đích thông thường, hiệu chuẩn hai điểm là đủ (xem 9.3).

Quy trình được đưa ra để thiết lập hàm hiệu chuẩn, và khoảng làm việc phải được điều chỉnh về điều kiện làm việc (chuẩn bị dung dịch chuẩn theo 5.13).

## TCVN 11072:2015

### 9.2 Hiệu chuẩn với chuẩn nội

Sử dụng hiệu chuẩn chuẩn nội, phép xác định độc lập với sai số có thể sinh ra trong quá trình bơm mẫu. Ngoài sai số này, có thể tránh được sai số do sự mất mẫu trong các bước khác nhau của xử lý sơ bộ mẫu. Ngoài ra, phép xác định nồng độ không phụ thuộc vào hiệu ứng nền trong mẫu, nếu độ thu hồi các chất đã phân tích và chuẩn nội là bằng nhau.

Nồng độ khối lượng của chuẩn nội,  $\rho_{i, is}$  phải như nhau với phép đo hiệu chuẩn và phép đo mẫu.

Dùng giá trị tỉ lệ  $y_{i, std}/y_{i, is}$  (diện tích pic, chiều cao pic, hoặc đơn vị tích hợp) đối với từng chất  $i$  trên trục tung và nồng độ khối lượng hợp lý có liên quan  $\rho_{i, std}/\rho_{i, is}$  trên trục hoành.

Thiết lập hàm hồi quy tuyến tính sử dụng cặp giá trị  $y_{i, std}/y_{i, is}$  và  $\rho_{i, std}/\rho_{i, is}$  của loạt phép đo theo Công thức (1):

$$\frac{y_{i, std}}{y_{i, is}} = a_i \frac{\rho_{i, std}}{\rho_{i, is}} + b_i \quad (1)$$

Trong đó

$y_{i, std}$  là giá trị đo được, ví dụ, biểu thị theo giá trị diện tích, đối với chất  $i$  trong hiệu chuẩn phụ thuộc vào  $\rho_{i, std}$ , đơn vị của nó phụ thuộc vào loại đánh giá được thực hiện.

$y_{i, is}$  là giá trị đo được của chuẩn nội  $i$  trong hiệu chuẩn, tùy theo  $\rho_{i, std}$ , đơn vị phụ thuộc vào đánh giá, ví dụ, giá trị diện tích, đối với toàn bộ quy trình;

$\rho_{i, std}$  là nồng độ khối lượng của chất  $i$  trong dung dịch hiệu chuẩn đối với toàn bộ quy trình, tính bằng nanogram trên mililit (ng/mL);

$\rho_{i, is}$  là nồng độ khối lượng của chuẩn nội, tính bằng nanogram trên mililit (ng/mL);

$a_i$  là độ dốc của đường hiệu chuẩn so với  $y_{i, std}/y_{i, is}$  như hàm của tỉ số nồng độ khối lượng  $\rho_{i, std}/\rho_{i, is}$ ;

$b_i$  là giao cắt của các trục với đường hiệu chuẩn trên trục tọa độ.

### 9.3 Kiểm định hiệu chuẩn

Bơm ít nhất hai dung dịch chuẩn hiệu chuẩn có nồng độ  $(20 \pm 10) \%$  và  $(80 \pm 10) \%$  khoảng tuyến tính đã thiết lập và tính đường thẳng từ các phép đo này. Nếu đường thẳng nằm trong khoảng giới hạn tin cậy 95 % của đường hiệu chuẩn ban đầu, đường hiệu chuẩn ban đầu được giả thiết là đúng. Nếu không nằm trong khoảng này, thiết lập đường hiệu chuẩn mới theo 9.2.

## 10 Tính toán

Tính nồng độ khối lượng  $\rho_{i, tm}$  của chất sử dụng Công thức (2):

$$\rho_{i, tm} = \frac{\rho_{i, std, bi} \cdot V \cdot F_1}{E \cdot d_i \cdot F_2} \quad (2)$$

Tính  $\rho_{i,sl,bl}$  sử dụng Công thức (3):

$$\frac{\left(\frac{y_{i,std}}{y_{i,is}} - b_i\right)}{a_i} \cdot \rho_{i,is} - \frac{\left(\frac{y_{i,std,bl}}{y_{i,is}} - b_i\right)}{a_i} \cdot \rho_{i,is} = \rho_{i,sl,bl} \quad (3)$$

Xây dựng giá trị trung bình của mẫu trắng sử dụng Công thức (4):

$$y_{i,sl,bl} = \frac{y_{i,std,bl1} + y_{i,std,bl2}}{n} \quad (4)$$

Đơn giản hóa công thức (2) và (3) được cho trong Công thức (5):

$$\rho_{i,sm} = \frac{\left(\frac{y_{i,std} - y_{i,sl,bl}}{y_{i,is}} - b_i\right)}{a_i} \cdot \rho_{i,is} \cdot V \cdot F_1 \quad (5)$$

$$E \cdot d_s \cdot F_2$$

Trong đó

$y_{i,std}$  xem Công thức (1);

$y_{i,sl,bl1}$  là giá trị đo được của mẫu trắng thứ nhất, ví dụ biểu thị theo giá trị diện tích, đối với chất  $i$  trong hiệu chuẩn phụ thuộc vào  $\rho_{i,std}$ , đơn vị của nó tùy theo loại đánh giá được thực hiện (xem 8.6);

$y_{i,sl,bl2}$  là giá trị đo được của mẫu trắng thứ hai, ví dụ biểu thị theo giá trị diện tích, đối với chất  $i$  trong hiệu chuẩn phụ thuộc vào  $\rho_{i,std}$ , đơn vị của nó phụ thuộc vào loại đánh giá được thực hiện (xem 8.6);

$y_{i,is}$  xem công thức (1);

$n$  là số lượng phép đo đối với phép xác định mẫu trắng, xem 8.6;

$\rho_{i,is}$  xem Công thức (1);

$a_i$  xem Công thức (1);

$b_i$  xem Công thức (1);

$y_{i,sl,bl}$  là giá trị đo được, ví dụ biểu thị theo giá trị diện tích, đối với chất  $i$  trong mẫu trắng theo 8.6 phụ thuộc vào  $\rho_{i,std}$ ;

$\rho_{i,sl,bl}$  là nồng độ khối lượng của chất  $i$ , hiệu chỉnh với lượng mẫu trắng đối với toàn bộ quy trình, tính bằng nanogram trên mililit (ng/mL);

$\rho_{i,sm}$  là nồng độ khối lượng của chất  $i$  trong mẫu dựa trên chất khô, tính bằng microgam trên kilogram ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

$V$  là thể tích dung môi chiết (phần lớn bằng 20 mL), tính bằng mililit (mL);

$d_s$  là hàm lượng chất khô của mẫu, tính bằng phần trăm (%);



## **TCVN 11072:2015**

$E$  là khối lượng của mẫu, tính bằng gam (g);

$F_1$  là hệ số chuyển đổi cho phần trăm (phần lớn bằng 100) (%);

$F_2$  là hệ số chuyển đổi cho đơn vị;  $F_2 = 1:\mu\text{g}/\text{kg}$ ;  $F_2 = 1000:\text{mg}/\text{kg}$ .

Sử dụng DBP-vòng-D4 làm chuẩn nội cho các phtalat DMP đến BBzP, sử dụng DEHP-vòng-D4 làm chuẩn nội cho các phtalat DEHP, DCHP, và DOP-vòng-D4 làm chuẩn nội cho các phtalat DOP đến DUP.

### **11 Biểu thị kết quả**

Biểu thị kết quả của phép xác định tính bằng miligam trên kilogam chất khô, với hai chữ số có nghĩa.

VÍ DỤ

Diethyl-phtalat	0,65 mg/kg chất khô
Diethyl-phtalat	1,5 mg/kg chất khô
Dimethyl-phtalat	12 mg/kg chất khô

### **12 Độ chụm**

Số liệu về đặc tính tính năng của phương pháp đã được đánh giá (xem Phụ lục A).

### **13 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Đặc điểm nhận dạng đầy đủ mẫu đất;
- Biểu thị kết quả theo Điều 11;
- Mọi chi tiết không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tùy chọn, cũng như các yếu tố khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.

## Phụ lục A

(Tham khảo)

### Số liệu độ lặp lại và độ tái lập

#### A.1 Vật liệu được dùng trong nghiên cứu so sánh liên phòng thử nghiệm

So sánh liên phòng của các phtalat lựa chọn bằng sắc ký khí mao quản với detector khối phổ (GC-MS) trong bùn, chất thải sinh học đã xử lý, và đất được tiến hành bởi chín phòng thử nghiệm ở châu Âu trên ba vật liệu.

Bảng A.1 liệt kê vật liệu được thử nghiệm.

**Bảng A.1 – Vật liệu thử trong phép so sánh liên phòng thử nghiệm đối với xác định các phtalat được chọn lọc bằng sắc ký khí mao quản với detector khối phổ (GC-MS) trong bùn, chất thải sinh học và đất**

Cỡ hạt	Mẫu	Vật liệu thử nghiệm
Bùn (<0,5 mm)	Bùn	Hỗn hợp bùn nhà máy xử lý nước thải đô thị từ North Rhine Westphalia, Đức
Hạt mịn (<2,0 mm)	Compost 1	Compost mới từ Vienna, Austria.
	Đất 3	Bùn cải tạo từ đất ở Barcelona, Tây Ban Nha

#### A.2 Kết quả so sánh liên phòng

Đánh giá thống kê đã được tiến hành theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2). Giá trị trung bình, độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ ), và độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ ) thu được (Bảng A.2).

**Bảng A.2 – Kết quả của nghiên cứu so sánh liên phòng đối với phép xác định các phtalat được chọn lọc bằng sắc ký khí mao quản với detector khối phổ (GC-MS) trong bùn, chất thải sinh học đã xử lý và đất**

Nền mẫu	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>n<sub>0</sub></i>	$\bar{x}$ mg/kg	<i>s<sub>R</sub></i> mg/kg	<i>C<sub>V,R</sub></i> %	<i>s<sub>r</sub></i> mg/kg	<i>C<sub>V,r</sub></i> %	<i>BD</i>
<b>DBP</b>									
Bùn1	7	16	2	0,085	0,038	44	0,009	10,7	10
Compost 1	6	16	1	0,046	0,034	73	0,004	8,5	9
Đất 3	5	11	1	0,016	0,015	95	0,003	20,8	14
<b>DEHP</b>									
Bùn 1	9	36	0	23,1	9,32	40	2,16	9,3	0
Compost 1	7	22	0	0,56	0,23	42	0,08	14,4	0
Đất 3	8	28	1	0,53	0,21	39	0,05	9,4	0
<i>l</i>	số phòng thử nghiệm								
<i>n</i>	số kết quả phân tích								
<i>n<sub>0</sub></i>	số phòng thử nghiệm bị loại								
$\bar{x}$	tổng trung bình của kết quả phân tích (không có giá trị bất thường)								
<i>s<sub>R</sub></i>	là độ lệch chuẩn tái lập								
<i>C<sub>V,R</sub></i>	hệ số biến thiên của độ tái lập								
<i>s<sub>r</sub></i>	độ lệch chuẩn lặp lại								
<i>C<sub>V,r</sub></i>	hệ số biến thiên của độ lặp lại								
<i>BD</i>	số các phép đo thấp hơn giới hạn phát hiện								
CHÚ THÍCH: Kinh nghiệm của phòng thử nghiệm với một số phtalat bị hạn chế và do vậy chỉ cho kết quả đối với DEHP và DBP.									

**A.3 – Kết quả độ lặp lại và độ tái lập thu được từ nghiên cứu so sánh liên phòng  
được tiến hành tại Đức trên DEHP**

Nền mẫu	<i>l</i>	<i>n</i>	$\bar{X}$ mg/kg	$C_{V,r}$ %	$C_{V,R}$ %
Trám tích	7	27	4,44	6,2	13,7
Bùn cống	8	30	39,23	6,2	34,5
Bùn cống (Không có phòng thử nghiệm 1 <sup>a</sup> )	7	26	43,70	5,8	14,3
Compost	7	26	1,938	20,6	25,1
<i>l</i> số phòng thử nghiệm <i>n</i> số kết quả phân tích $\bar{X}$ Tổng trung bình của kết quả phân tích (không có giá trị bất thường) $C_{V,R}$ hệ số biến thiên của độ tái lập $C_{V,r}$ hệ số biến thiên của độ lặp lại					
<sup>a</sup> Phòng thử nghiệm này đã tạo ra giá trị rất thấp nằm dưới kết quả của các phòng thử nghiệm khác, nhưng không được chương trình thừa nhận do giá trị bất thường					

**Phụ lục B**

(Tham khảo)

**Ví dụ dung dịch chuẩn đối với hiệu chuẩn nhiều điểm**

Chuẩn bị dung dịch bằng cách pha loãng đủ dung dịch gốc (5.12) và dung dịch chuẩn nội III (5.14.4) vào bình định mức 10 mL và làm đầy đến vạch mức bằng etyl axeton (5.4).

Hiệu chuẩn năm điểm là đủ (xem 9.1). Mức nồng độ phù hợp đối với hiệu chuẩn phụ thuộc vào nồng độ các phtalat dự đoán trong mẫu. Mức được đề cập tại Bảng B.1 có thể là ví dụ.

**Bảng B.1 – Mức nồng độ khuyến nghị đối với hiệu chuẩn**

Mức	Lượng dung dịch gốc <sup>a</sup> µL	Lượng dung dịch chuẩn nội III <sup>b</sup> µL
L 1	2,5	100
L 2	5	100
L 3	10	100
L 4	20	100
L 5	40	100
L 6	50	100
L 7	100	100
L 8	150	100
L 9	300	100
L 10	450	100
<sup>a</sup> Xem 5.12.		
<sup>b</sup> Xem 5.14.4.		

Bảng B.2 – Nồng độ kết quả từ L 1 đến L 10

Tất cả nồng độ tính bằng picogram trên microlit (pg/ $\mu$ L)

Phtalat	L 1	L 2	L 3	L 4	L 5	L 6	L 7	L 8	L 9	L 10
DMP	2,5	5,0	10	20	40	50	100	150	300	450
DEP	2,5	5,0	10	20	40	50	100	150	300	450
DPP	2,5	5,0	10	20	40	50	100	150	300	450
DIBP	2,5	5,0	10	20	40	50	100	150	300	450
DBP	2,5	5,0	10	20	40	50	100	150	300	450
BBzP	5,0	10,0	20	40	80	100	200	300	600	900
DCHP	2,5	5,0	10	20	40	50	100	150	300	450
DEHP	2,5	5,0	10	20	40	50	100	150	300	450
DOP	5,0	10,0	20	40	80	100	200	300	600	900
DDcP	12,5	25,0	50	100	200	250	500	750	1 500	2 250
DUP	12,5	25,0	50	100	200	250	500	750	1 500	2 250
D4 DBP	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
D4-DEHP	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
D4-DOP	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

**Phụ lục C**

(Tham khảo)

**Ví dụ về điều kiện sắc ký khí**

**C.1 Ví dụ đối với cột mao quản**

**VÍ DỤ 1**

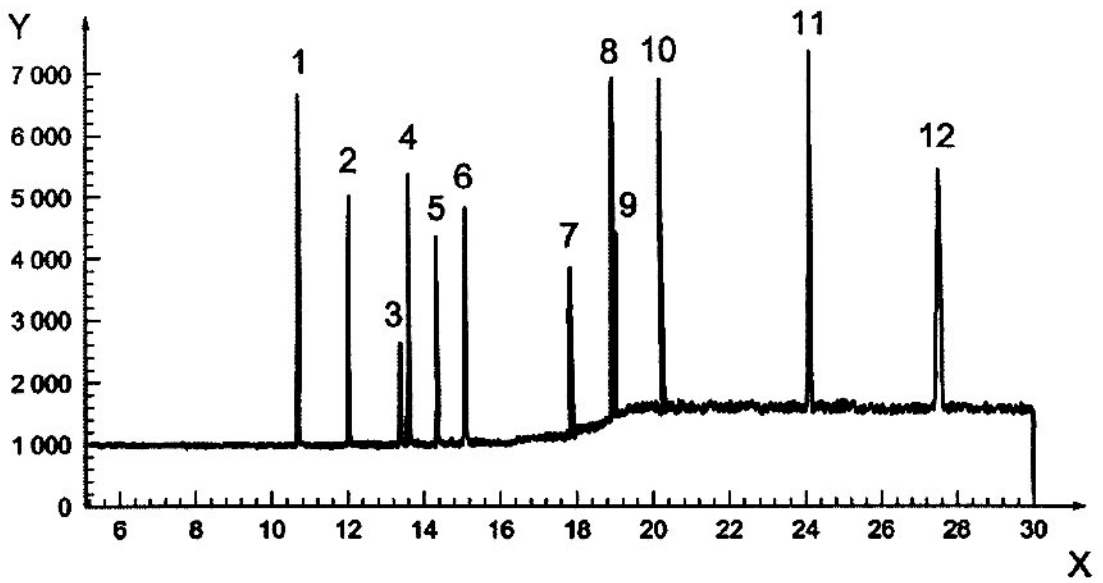
- Pha: 5 % phenyl methyl siloxan
- Chiều dài: 30 m, đường kính trong : 0,25 mm, độ dày màng: 0,25  $\mu\text{m}$

**VÍ DỤ 2**

- Pha: 34 % /64 %/2 % phenyl/methyl/vinyl-silicon
- Chiều dài: 30 m, đường kính trong : 0,32 mm, độ dày màng: 0,25  $\mu\text{m}$ .

**C.2 Ví dụ về điều kiện sắc ký khí**

GC:	Sắc ký khí với bộ nạp mẫu tự động và detector khối phổ
Cột:	Xem ở trên
Khí mang	Heli 5.0; áp suất: 4,5 bar
Bộ bơm:	Nén không chia dòng; chia dòng: 20 mL/min; thời gian không chia dòng: 1,5 min
	Màng ngăn: chất lượng không bị rò rỉ
Nhiệt độ bơm	250 °C
Nhiệt độ detector	290 °C
Thể tích bơm:	1 $\mu\text{L}$ (tự động)
Chương trình nhiệt độ	70 °C, 3 min đẳng nhiệt 13 °C/min đến 280 °C 20 min đẳng nhiệt
Nhiệt độ nguồn:	230 °C
Chế độ ion hóa:	EI
Nồng độ dung dịch chuẩn:	Từ 25 pg/ $\mu\text{L}$ đến 190 pg/ $\mu\text{L}$



### CHÚ DẪN

X Thời gian tính bằng min

Y Mật độ tương đối

- 1 dimethylphthalat
- 2 diethylphthalat
- 3 diallylphthalat
- 4 dipropylphthalat
- 5 di-(2-methylpropyl)phthalat
- 6 dibutylphthalat
- 7 butylbenzylphthalat
- 8 dicyclohexylphthalat
- 9 di-(2-ethylhexyl)phthalat
- 10 dioctylphthalat
- 11 didexylphthalat
- 12 diundecylphthalat

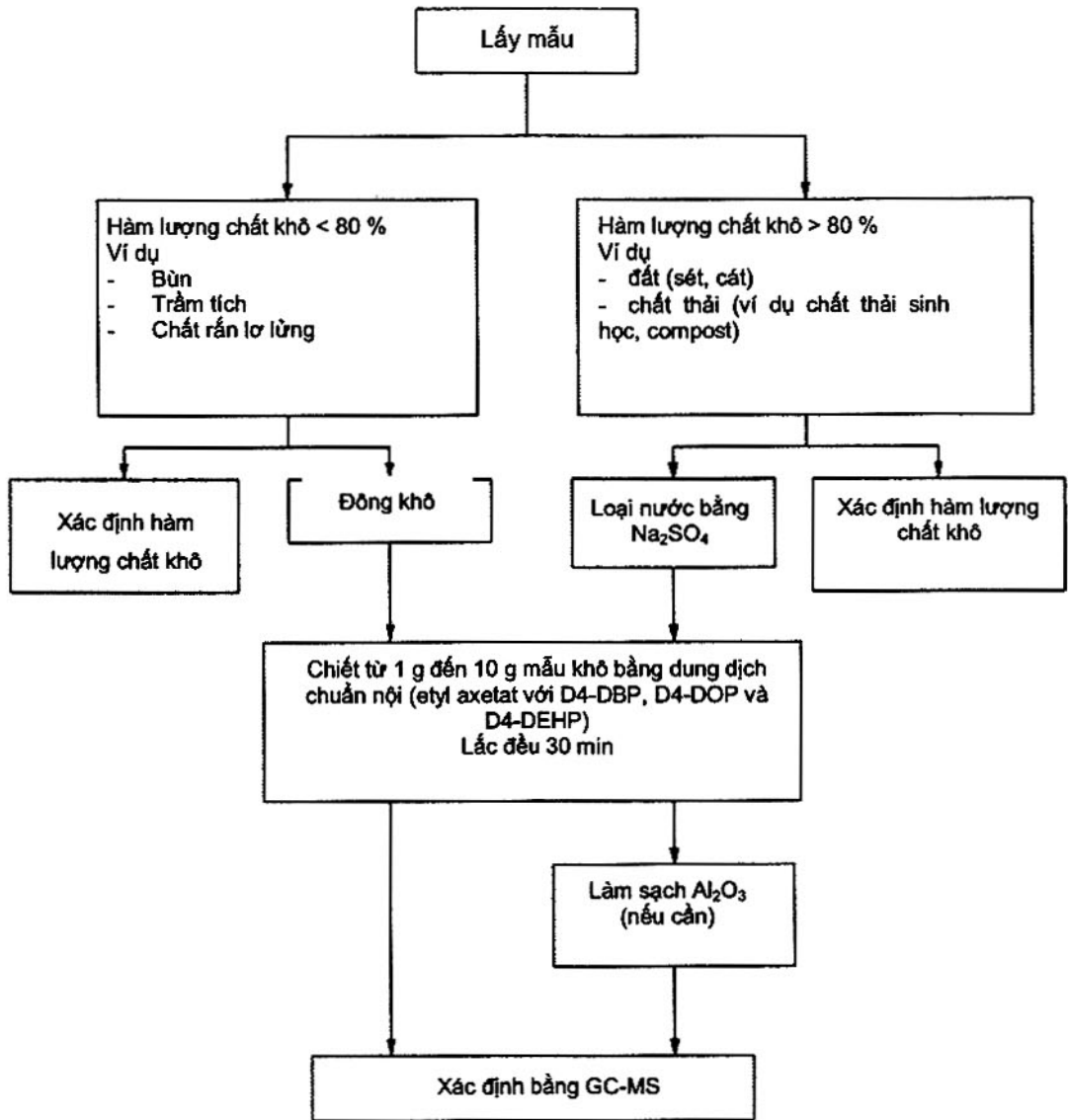
Hình C.1 – Ví dụ sắc đồ thu được với detector GC-MS



**Phụ lục D**

(Tham khảo)

**Sơ đồ của xác định phtalat**



**Hình D.1 – Sơ đồ xác định các phtalat trong bùn, chất thải sinh học và đất**

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] EN 15934, Sludge, treated biowaste, soil and waste — Calculation of dry matter fraction after determination of dry residue or water content
  - [2] EN 16179, Sludge, treated biowaste and soil — Guidance for sample pretreatment
  - [3] ISO 383, Laboratory glassware — Interchangeable conical ground joints
  - [4] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.
  - [5] TCVN 6661-1 (ISO 8466-1), Chất lượng nước – Hiệu chuẩn và đánh giá các phương pháp phân tích và ước lượng các đặc trưng thống kê – Phần 1: Đánh giá thống kê các hàm chuẩn tuyến tính.
  - [6] K. Furtmann Phthalates in surface water — A method for routine trace level analysis; Fresenius'. J. Anal. Chem. 1994, 348 pp. 291–296.
-