

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10498 : 2015

ISO 15009 : 2012

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
HYDROCACBON THƠM DỄ BAY HƠI, NAPHTHALEN VÀ
HYDROCACBON HALOGEN HÓA DỄ BAY HƠI BẰNG
SẮC KÝ KHÍ – PHƯƠNG PHÁP DỪNG BẮY
VÀ SỤC KHÍ KẾT HỢP GIẢI HẤP NHIỆT**

*Soil quality – Gas chromatographic determination of the content of
volatile aromatic hydrocarbons, naphthalene and volatile halogenated
hydrocarbons – Purge-and-trap method with thermal desorption*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10498:2015 (ISO 15009:2012) hoàn toàn tương đương với ISO 15009:2012.

TCVN 10498:2015 do Tổng cục Môi trường biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất lượng đất – Xác định hàm lượng hydrocacbon thơm dễ bay hơi, naphthalen và hydrocacbon halogen hóa dễ bay hơi bằng sắc ký khí – Phương pháp dùng bẫy và sục khí kết hợp giải hấp nhiệt

Soil quality – Gas chromatographic determination of the content of volatile aromatic hydrocarbons, naphthalene and volatile halogenated hydrocarbons – Purge-and-trap method with thermal desorption

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp định lượng hydrocacbon dễ bay hơi, naphthalen và hydrocacbon halogen hóa dễ bay hơi trong đất bằng sắc ký khí.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho tất cả các loại đất.

CHÚ THÍCH: Trong trường hợp đất than bùn không bão hòa, có thể xảy ra sự hấp thụ các dung dịch chiết.

Giới hạn xác định dưới của phương pháp phụ thuộc vào thiết bị được dùng và chất lượng của metanol dùng để chiết mẫu đất.

Trong điều kiện đưa ra của tiêu chuẩn này, khoảng xác định dưới đây được tính theo chất:

- a) Giới hạn xác định điển hình khi sử dụng phương pháp sắc ký khí với detector ion hóa ngọn lửa (GC/FID):
 - Hydrocacbon thơm dễ bay hơi: 0,1 mg/kg.
- b) Giới hạn xác định điển hình khi sử dụng phương pháp sắc ký khí với sử dụng detector bẫy electron (GC/ECD):
 - Hydrocacbon halogen hóa dễ bay hơi: 0,01 mg/kg.

Giới hạn phát hiện dưới đối với một số hợp chất có thể đạt được bằng cách sử dụng sắc ký khí khối phổ (MS) kết hợp detector ion chọn lọc.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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 (nếu có).

TCVN 10498:2015

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

TCVN 7157 (ISO 4799), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bộ ngưng tụ.*

TCVN 7538-1 (ISO 10381-1), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 1: Hướng dẫn thiết kế chương trình lấy mẫu.*

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

TCVN 7538-5 (ISO 10381-5), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 5: Hướng dẫn quy trình điều tra các vùng đô thị và vùng công nghiệp liên quan đến nhiễm bẩn đất*

ISO 11465:1993/Cơ 1:1994, *Chất lượng đất - Xác định chất khô và hàm lượng nước theo khối lượng - Phương pháp khối lượng – Định chính kỹ thuật 1.*

ISO 15680, *Water quality – Gas-chromatographic determination of a number of monocyclic aromatic hydrocarbons, naphthalene and several chlorinated compounds using purge-and-trap and thermal desorption (Chất lượng nước – Xác định bằng sắc ký khí một số hydrocacbon thơm đơn vòng, naphthalen và một vài hợp chất clo hóa sử dụng bẫy và sục khí và giải hấp nhiệt).*

ISO 18512, *Soil quality – Guidance on long and short term storage of soil samples (Chất lượng đất – Hướng dẫn bảo quản mẫu đất ngắn hạn và dài hạn).*

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

3 Nguyên tắc

Mẫu thử được lấy từ mẫu đất ẩm hiện trường chưa xử lý. Để phòng ngừa hiện tượng mất các chất dễ bay hơi, lấy mẫu ngoài hiện trường càng ít xáo trộn càng tốt khi sử dụng ống lấy mẫu lõi hoặc bằng cách thêm metanol ngay tại hiện trường.

Mẫu thử được chiết bằng metanol. Sau khi ly tâm, một phần dịch chiết metanol được cho vào bình lọc có chứa đầy nước. Các hợp chất dễ bay hơi được sục bằng khí nitơ hoặc khí heli và hấp phụ lên tác nhân hấp phụ phù hợp. Giải hấp hợp chất được hấp phụ bằng nhiệt và bằng dòng khí mang đi qua hay không đi qua bẫy lạnh và đưa vào thiết bị sắc ký khí. Các hợp chất khác nhau được phân tách trên cột mao quản với pha động ít phân cực. Các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi được phát hiện bằng detector phù hợp như: detector khối phổ (MS), detector ion hóa ngọn lửa (FID), detector bẫy electron (ECD), detector quang ion hóa (FID) hoặc detector điện dẫn (ELCD). Việc nhận dạng các hợp chất trên và định lượng được thực hiện bằng cách so sánh thời gian lưu và chiều cao của pic (hoặc diện tích pic) dẫn đến nội chuẩn được thêm vào thành phần của đất được nghiên cứu. Quy trình đã mô tả không tính đến quá trình chiết không hoàn toàn do cấu trúc và thành phần của mẫu đất.

Khi sử dụng detector không đặc trưng như FID và ECD, việc xác nhận, nhận dạng các hợp chất đã phát hiện được và nồng độ của chúng cần được tiến hành bằng cách lặp lại phân tích sắc ký khí dùng

cột có độ phân cực khác. Khi sử dụng sắc ký khí ghép với khối phổ (GC/MS), việc nhận dạng và định lượng có thể thực hiện khi phân tích đơn chất.

CHÚ THÍCH 1: Tiêu chuẩn này mô tả phương pháp bẫy và sục khí off-line. Có thể sử dụng thiết bị xác định trực tiếp có bán sẵn, miễn là thu được kết quả tương đương trong việc xác định tính phù hợp của thiết bị này. Với những thiết bị như vậy, sục khí và bẫy xảy ra on-line với sắc ký khí và phát hiện. Tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất, đặc biệt là theo các điều khoản về kết hợp thiết bị được liệt kê từ 5.1.1 đến 5.1.9.

CHÚ THÍCH 2: Có thể dùng các kỹ thuật bơm khác, như khoảng khí tĩnh tiếp sau giải hấp nhiệt (ISO 22155) hoặc vi chiết pha rắn (SPME), nếu chứng minh được tính áp dụng của các kỹ thuật này.

4 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử phải đạt cấp độ phân tích được chứng nhận. Có thể kiểm chứng thuốc thử cho các mục đích cụ thể và không có hợp chất cản trở.

4.1 Nước, không chứa hydrocacbon thơm dễ bay hơi và hydrocacbon halogen hóa dễ bay hơi.

Có thể dùng nước sôi thông thường ở nhiệt độ thấp nhất 80 °C và để lạnh 1 ngày. Sục bằng khí trơ, ví dụ với dòng nitơ tốc độ 10 ml/min trong 30 min, là một biện pháp để loại bỏ các hợp chất cản trở trong nước. Cần có đủ lượng nước từ cùng một mẻ để hoàn tất từng mẻ phân tích, kể cả mọi bước chuẩn bị.

4.2 Hợp chất nội chuẩn

4.2.1 Đối với xác định hydrocacbon thơm dễ bay hơi, tốt nhất lựa chọn hai hợp chất nội chuẩn không gây cản trở với các hợp chất hiện có trong dịch chiết mẫu.

Ví dụ nội chuẩn phù hợp là

- Toluen-D8 (CAS RN 2037-26-5),
- Etylbenzen-D10 (CAS RN 25837-05-2), và
- 2-bromoflorobenzen (CAS RN 1072-85-1).

4.2.2 Đối với việc xác định hydrocacbon halogen hóa dễ bay hơi, nên chọn hai hợp chất nội chuẩn không gây cản trở với hợp chất hiện có trong dịch chiết mẫu.

Ví dụ về nội chuẩn phù hợp là:

- 1,4-diclorobutan (CAS RN 110-56-5);
- α,α,α -triflorotoluen (CAS RN 98-08-8);
- 2-bromoflorobenzen (CAS RN 1072-85-1).

4.3. Hợp chất chuẩn

4.3.1 Hydrocacbon thơm dễ bay hơi

- Benzen (CAS RN 71-43-2);

TCVN 10498:2015

- Toluen (CAS RN 108-88-3);
- Etylbenzen (CAS RN 100-41-4);
- *o*-xylen (CAS RN 95-47-6);
- *m*-xylen (CAS RN 108-38-3);
- *p*-xylen (CAS RN 106-42-3);
- styren (CAS RN 100-42-5);
- naphtalen (CAS RN 91-20-3).

4.3.2 Hydrocacbon halogen hóa dễ bay hơi

- Diclorometan (CAS RN 75-09-2);
- Triclorometan (CAS RN 67-66-3);
- Tetraclorometan (CAS RN 56-23-5);
- 1,1-diclorometan (CAS RN 75-34-3);
- 1,2-diclorometan (CAS RN 107-06-2);
- 1,1,1- tricloetan (CAS RN 79-01-6);
- 1,1,2- tricloetan (CAS RN 79-00-5);
- 1,2- dicloropropan (CAS RN 78-87-5);
- 1,2,3- triclopropan (CAS RN 98-18-4);
- *cis*-1,3- diclopropan (CAS RN 10061-01-5);
- *trans*-1,3- diclopropan (CAS RN 10061-02-6);
- *cis*-1,2-dicloeten (CAS RN 156-59-2);
- *trans*-1,2-dicloeten (CAS RN 156-60-5);
- 3-cloropropen (CAS RN 107-05-1);
- tricloeten (CAS RN 79-01-6);
- tetracloeten (CAS RN 127-18-4);
- monoclorobenzen (CAS RN 108-90-7);
- 1,2-diclorobenzen (CAS RN 95-50-1).

4.4 Metanol (CAS RN 67-56-1)

Metanol được dùng không được chứa hợp chất dễ bay hơi với nồng độ của từng loại lớn hơn 100 µg/l và hydrocacbon halogen hóa dễ bay hơi không lớn hơn 10 µg/l được phân tích.

4.5 Tác nhân hấp phụ

Polyme 2,6-diphenyl-*p*-phenoxit (40 mesh đến 60 mesh) phù hợp với giải hấp nhiệt.

CHÚ THÍCH 1: 1,2,6-diphenyl-*p*-phenoxit có bán sẵn như Tenax TA¹⁾.

CHÚ THÍCH 2: Có thể sử dụng các tác nhân hấp phụ khác nếu tính phù hợp của chúng được thử nghiệm.

4.6 Nước làm mát để sục khí và sấy

Nhiệt độ của nước làm mát phụ thuộc vào kích thước của thiết bị sục khí và sấy (5.1). Nên sử dụng nước làm mát có nhiệt độ 10 °C. Nếu nhiệt độ của nước làm mát quá cao, cần dùng đến máy lạnh.

4.7 Khí mang trợ cho sắc ký khí

Heli, nitơ hoặc hỗn hợp argon-metan tinh khiết. Các khí khác cho sắc ký khí cần được dùng theo hướng dẫn của nhà sản xuất về thiết bị.

4.8 Nitơ hoặc heli làm khí trợ cho thiết bị sục khí.

4.9 Dung dịch tiêu chuẩn

4.9.1 Dung dịch gốc tiêu chuẩn đối với hợp chất thơm dễ bay hơi và hợp chất halogen hóa trong metanol, 4 g/l.

Cân khoảng 100 mg hợp chất tiêu chuẩn từng chất (4.3) với độ chính xác 0,1 mg cho vào bình kín có màng ngăn chứa 25 ml metanol. Dùng xy lanh để chuyển hợp chất tiêu chuẩn vào bình.

CHÚ THÍCH: Dung dịch gốc bền trong khoảng 6 tháng khi được bảo quản ở -18 °C.

4.9.2 Dung dịch nội chuẩn trong metanol, 4 g/l

Cân khoảng 100 mg hợp chất nội chuẩn từng chất (4.2.1 và 4.2.2) với độ chính xác 0,1 mg cho vào bình có màng ngăn kín có chứa 25 ml metanol. Chuyển hợp chất tiêu chuẩn vào bình bằng cách dùng xy lanh.

Bình chứa dung dịch này phải được đánh dấu hoặc cân để có thể nhận biết được nếu xảy ra hiện tượng mất dung môi do bay hơi. Bảo quản dung dịch này ở nơi tối và nhiệt độ 4 °C ± 2 °C. Trước khi dùng, phải sấy dung dịch này ra để ở nhiệt độ phòng.

4.9.3 Dung dịch hiệu chuẩn

Dung dịch hiệu chuẩn chứa 0 mg/l đến 200 mg/l mỗi chuẩn (4.3) và các hợp chất nội chuẩn chọn lọc (4.2), 200 mg/l. Dung dịch hiệu chuẩn được chuẩn bị trong metanol.

Pha loãng một lượng dung dịch thu được như ở Bảng 1 theo 6.1 và 6.3 với metanol (4.4) đến 100 ml.

Có thể dùng metanol với các thể tích khác nếu tính phù hợp được chứng minh.

¹⁾ Tenax TA là một ví dụ về sản phẩm thương mại có bán sẵn. Thông tin này đưa ra chỉ tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là ấn định sử dụng sản phẩm này.

Bảng 1 – Ví dụ về chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn

Dung dịch hiệu chuẩn	Dung dịch nội chuẩn (4.9.2) ml	Dung dịch gốc tiêu chuẩn (4.9.1) ml	Nồng độ của dung dịch hiệu chuẩn mg/l	Chất lượng của dung dịch hiệu chuẩn tính bằng $\mu\text{g}/5 \mu\text{l}$ trong 100 ml (mẫu) nước
1	5	0	0	0
2	5	1	40	0,2
3	5	2	80	0,4
4	5	3	120	0,6
5	5	4	160	0,8
6	5	5	200	1,0

Tổng thể tích metanol được dùng để hiệu chuẩn phải bằng với thể tích được dùng để chiết mẫu đất (xem 7.2).

5 Thiết bị, dụng cụ

Dụng cụ thủy tinh phòng thí nghiệm thông thường, không chứa hợp chất cản trở.

Tất cả bình thủy tinh phải được sạch theo quy trình thông thường dành cho loại phân tích này.

5.1 Thiết bị sạch khí và bẫy

Thiết bị được mô tả dùng cho phương pháp sạch khí và bẫy độc lập. Như đã đề cập trong Chú thích 1 Điều 3, hệ thống tự động có bán sẵn đáp ứng được các yêu cầu của tiêu chuẩn này. Phụ lục D đưa ra một số những yêu cầu cần xem xét khi sử dụng hệ thống như vậy.

5.1.1 Bình đáy tròn có ba cổ bên, dung tích 100 ml.

5.1.2 Ống dẫn khí vào có đầu bằng thủy tinh thiêu kết.

5.1.3 Khóa bi có vòng bằng polytetrafluoroetylen (PTFE).

5.1.4 Bộ điều chỉnh dòng, lưu lượng dòng nitơ phải đạt $40 \text{ ml/min} \pm 2 \text{ ml/min}$.

5.1.5 Ống dẫn cặp gia nhiệt

5.1.6 Bình ngưng kiểu Allin hoặc Graham (xem ISO 4799)

5.1.7 Nắp vận có vòng gioăng làm bằng cao su silicon và PTFE.

5.1.8 Ống hấp phụ

Ống làm bằng thủy tinh hoặc thép không gỉ, độ dày ít nhất 240 mg tác nhân hấp phụ (4.5).

Sử dụng vật liệu trơ để giữ chất hấp phụ tại chỗ. Ví dụ với sợi thủy tinh silan hóa, ống phải phù hợp để có thể nối trực tiếp với thiết bị giải hấp nhiệt và được đánh dấu trên một mặt. Ống phải có các nắp làm bằng vật liệu trơ, ví dụ polyetylen hoặc kim loại, có nắp vận và vòng gioăng PTFE, để đóng chặt sau khi sạch khí.

Trước khi dùng, chất hấp phụ phải được hoạt hóa và tinh chế bằng cách gia nhiệt tới 250 °C và giữ ở nhiệt độ đó 3 h trong khí duy trì dòng nitơ 10 ml/min. Chất hấp phụ được làm mát trong khí nitơ và các ống phân tích. Kết quả của việc xác định mẫu trắng không vượt quá đương lượng 1 ng hợp chất được phân tích. Nếu kết quả lớn hơn, chất hấp thụ được giải hấp thêm lần nữa.

CHÚ THÍCH: Nên sử dụng ống có bán sẵn trên thị trường.

Những ống đã sử dụng không được dùng lại lần nữa, ngoại trừ phép xác định mẫu trắng đáp ứng được các yêu cầu đã đề cập ở trên.

Tiến hành cẩn trọng để tránh sự nhiễm chéo. Ống chứa chất tải nặng có thể nhiễm ống chứa chất tải nhẹ trong nền tảng thay đổi mẫu.

5.1.9 Khối gia nhiệt có cặp gia nhiệt, phù hợp để làm nóng ống 100 ml.

5.2 Ly tâm, thích hợp với ống ly tâm 200 ml có tần số quay với gia tốc từ 2000 g đến 3000 g.

5.3 Ống ly tâm, có dung tích 200 ml.

5.4 Cột mao quản

Cột mao quản nhồi silica không phân cực hoặc pha tĩnh bán phân cực cho phép tách hoàn toàn các hợp chất nói trên. Độ dày của pha tĩnh làm tăng hiệu suất của các hợp chất dễ bay hơi.

Ví dụ được nêu trong 7.4 và Phụ lục A.

5.5 Sắc ký khí, trang bị một hoặc hai detector phù hợp. Có thể sử dụng detector, như detector ion hóa ngọn lửa (FID), detector bẫy electron (ECD), detector quang ion hóa (PID) hoặc detector điện dẫn (ELCD), và khối phổ tia S. Máy khối phổ có khả năng vận hành trên toàn dải khối lượng yêu cầu và được trang bị một hệ thống đọc số liệu có khả năng định lượng ion khi sử dụng các giá trị chọn lọc *m/z*.

5.6 Thiết bị dùng cho giải hấp nhiệt

Thiết bị được dùng phải đáp ứng các yêu cầu sau:

- Lò giải hấp sơ cấp có nhiệt độ giải hấp điều chỉnh được đến 250 °C và thời gian giải hấp có thể điều chỉnh;
- Lò giải hấp thứ cấp/bẫy lạnh;
- Ống nối với sắc ký khí, điều chỉnh được nhiệt độ nóng đến 150 °C;
- Lưu lượng dòng khí mang có thể điều chỉnh lên tới 40 ml/min.

CHÚ THÍCH: Thiết bị giải hấp nhiệt có bán sẵn trên thị trường.

5.7 Bộ tích hợp điện tử hoặc bộ ghi tự động

5.8 Xy lanh, dung tích 5 µl có thể đọc được đến 0,1 µl và dung tích 50 µl, có thể đọc được đến 1 µl.

5.9 Máy lắc theo chiều ngang

TCVN 10498:2015

Máy lắc có chuyển động chiều ngang (200 đến 300 chuyển động trên phút).

6 Lấy mẫu, bảo quản và xử lý sơ bộ mẫu

6.1 Yêu cầu chung

Lấy mẫu được tiến hành theo TCVN 7538-1 (ISO 10381-1) và TCVN 7538-5 (ISO 10381-5), sử dụng thiết bị theo TCVN 7538-2 (ISO 10381-2), sau khi cộng tác với phòng thí nghiệm phân tích.

Mẫu phải được phân tích càng sớm càng tốt ngay khi nhận ở phòng thí nghiệm. Nếu cần bảo quản mẫu phải được bảo quản trong điều kiện mát theo ISO 18512. Mẫu không được xử lý trước. Cần tránh để mẫu tiếp xúc với không khí, ngay cả trong quá trình lấy mẫu.

Có thể dùng một số kỹ thuật để lấy mẫu xác định các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi. Nên sử dụng một trong các quy trình được mô tả ở 6.2 và 6.3.

Xác định hàm lượng chất khô của mẫu đất ẩm theo TCVN 6649 (ISO 11465). Trong trường hợp sử dụng phương pháp lấy mẫu theo 6.2, một mẫu riêng rẽ được đưa đến phòng thí nghiệm để xác định chất khô.

6.2 Lấy mẫu khi sử dụng lọ đã nạp đầy metanol

Sử dụng một thiết bị phù hợp để chuyển thể tích đất đã xác định vào lọ đã được cân trước và đã được nạp đầy một thể tích metanol xác định (4.4). Cần làm sạch miệng bình trước khi đậy kín để ngăn ngừa sự rò rỉ.

Mẫu đất cần phải được lấy từ vật liệu đất không bị xáo trộn khi sử dụng dụng cụ cát mẫu phù hợp đã biết dung tích, ví dụ xyranh nhựa dùng một lần 20 ml cát đầu nhọn. Phải lấy mẫu đất ngay sau khi tiếp xúc với bề mặt đất mới của dụng cụ khoan lõi, ví dụ dụng cụ lấy mẫu có cửa sổ mở hoặc dụng cụ lấy mẫu thành hàm, hố. Cần tránh đến mức có thể việc lấy mẫu đất có các vật liệu giống như rễ cây hoặc đá.

Đảm bảo rằng mẫu được bao phủ hoàn toàn bởi metanol (4.4). Sau đó đậy nắp có màng bọc bằng PTFE. Cần chuẩn bị ít nhất một mẫu trắng ở từng địa điểm ngoài hiện trường bằng cách mở lọ chuẩn bị trong những khoảng thời gian như khi nạp mẫu đất. Thêm metanol (4.4) và đậy nút của lọ.

Lọ lấy mẫu phải được bảo quản ở nơi tối và mát (trước và sau khi lấy mẫu) trong suốt quá trình vận chuyển. Chi tiết, xem 18512.

6.3 Lấy mẫu khi sử dụng phương pháp ống lấy mẫu lõi

Phương pháp này đề cập đến việc lấy mẫu không xáo trộn, sẽ làm giảm đi hoặc loại trừ được sự mất các chất thông thường (ví dụ do bay hơi, khuếch tán, hấp phụ lên nhựa). Phương pháp này yêu cầu ống lấy mẫu lõi bằng thép không gỉ có thể tích tối thiểu 200 ml được lấy đầy mẫu tại chỗ, thu hồi và phủ kín bằng vật liệu không thấm, ví dụ thép không gỉ, mảnh/lá nhôm. Ống phải được lấy đầy toàn bộ mẫu.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này không phù hợp với đất có nhiều đá.

Bảo quản trong điều kiện mát ở nhiệt độ từ 2 °C đến 8 °C và không quá 4 ngày, xem ISO 18512.

Trong quá trình lấy mẫu phụ ở phòng thí nghiệm, chú ý để hợp chất dễ bay hơi không bị mất. Bắt đầu càng sớm càng tốt đối với mẫu đã làm mát. Sử dụng toàn bộ lượng mẫu trong ống lấy mẫu lõi hoặc lấy mẫu phụ với dụng cụ phù hợp, ví dụ ống lấy mẫu lõi cạnh, và đẩy trực tiếp vào lọ (xem 7.2).

7 Quy trình

7.1 Đo mẫu trắng

Đối với từng loạt mẫu, xác định trắng phải tiến hành với 50 ml nước (4.1) và 5 µl đến 50 µl metanol (4.4), như là mẫu. Đảm bảo rằng không có nhiễm bẩn xảy ra từ không khí của phòng thí nghiệm.

7.2 Chiết

Sử dụng quy trình lấy mẫu 6.2, quá trình chiết được tiến hành ngoài hiện trường; nếu dùng quy trình lấy mẫu 6.3, quá trình chiết được tiến hành trong phòng thí nghiệm.

Thêm một lượng mẫu thử xác định (25 g đến 50 g), đã được lấy như mô tả trong quá trình lấy mẫu (Điều 6) bằng dụng cụ phù hợp, vào một lọ đã cân trước (50 ml đến 100 ml) (xem 6.2) đã đổ đầy một lượng xác định metanol (25 ml đến 50 ml) và đậy nút vịn có màng bọc bằng PTFE của lọ. Cân và đặt lọ lên máy lắc ngang (5.9) và lắc trong 30 min.

Lấy ống ra khỏi máy lắc và để yên trong 10 min đến 15 min để cho các vật liệu rắn lắng xuống. Nếu vật liệu rắn không lắng, ly tâm trong 10 min ở tần số quay có gia tốc 2000 g.

7.3 Sục khí và bẫy

Đổ 50 ml nước (4.1) vào bình. Bơm 5 l đến 50 l dịch chiết metanol thu được từ 7.2 và 5 l dung dịch hiệu chuẩn (4.9.3) vào bình sục khí. Đun nóng mẫu đến 95 °C trong khoảng 15 min, rồi để khoảng 30 min bằng dòng nitơ ở lưu lượng 40 ml/min.

Chuyển ống hấp phụ ra khỏi nơi làm mát và đậy nắp (xem 5.1.8).

CHÚ THÍCH 1: Có thể dùng thiết bị tự động trong đó các bước khác nhau của quy trình phân tích được kết hợp với nhau.

CHÚ THÍCH 2: Đối với diclorometan, có thể xảy ra vỡ ống hấp phụ (5.1.8). Trong trường hợp này, thời gian sục khí rút ngắn xuống 15 min. Tổng thể tích sục khí không quá 600 ml.

CHÚ THÍCH 3: Có thể dùng tỉ số dung môi/nước có giá trị khác nếu chứng minh được tính phù hợp.

7.4 Phân tích sắc ký khí

7.4.1 Điều kiện sắc ký khí

Ví dụ điều kiện sắc ký khí cho phân tích này:

TCVN 10498:2015

Pha tĩnh: phân cực thấp, ví dụ DB 5, DB 624, DB 1701 chất bay hơi Restek²⁾

Độ dày film:	2 µm đến 5 µm
Chiều dài cột:	50 m đến 60 m
Đường kính trong:	0,25 mm đến 0,32 mm
Nhiệt độ lò:	80 °C trong 2,5 min 10 °C/min tới 280 °C 280 °C trong 10 min
Nhiệt độ Detector:	300 °C (FID)
Khí mang:	heli
Lưu lượng khí:	20 cm/s đến 30 cm/s

Khi dùng một cột có đường kính trong 0,53 mm hoặc lớn hơn, có thể không cần bẫy làm mát để cấp ở 7.3. Dùng độ dày film mỏng hơn có ảnh hưởng lên nhiệt độ bắt đầu của lò. Nhiệt độ thấp hơn sẽ là cần thiết.

Việc tách các pha phải tốt hơn 90 % ($R = 2$). Trong các điều kiện đã mô tả, cấp tới hạn đối với việc phân tách là etylbenzen và etylbenzen – D10 trong trường hợp sử dụng detector không đặc thù như FID.

Dùng detector bẫy electron (ECD) hoặc detector điện dẫn (ELCD, toàn bộ detector) để tìm hydrocarbon halogen hóa. Khả năng phát hiện của các loại ECD với các loại được tìm kiếm có thể nhạy hơn so với MS đối với hợp chất tri- hoặc tetra- halogen hóa. Detector ion hóa bằng lửa có thể dùng làm detector cho hydrocarbon (aliphatic, thơm và một số halogen hóa), dùng detector quang-ion hóa (PID) để tìm hợp chất thơm.

Khi sử dụng detector không đặc thù như FIDs và ECDs, xác nhận độ nhận dạng của hợp chất đã phát hiện và nồng độ của chúng phải đạt được bằng cách lặp lại phân tích sắc ký khí sử dụng một cột có độ phân cực khác.

Phân tích GC/MS: máy khối phổ có thể được dùng để xác nhận và phát hiện tất cả các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi. Hợp chất được phân định dựa trên thời gian lưu của chúng và phổ khối lượng. Đối với tiêu chí nhận dạng và phát hiện khối lượng chọn lọc GC/MS, cần tham khảo ISO 15680 và ISO 22892.

7.4.2 Hiệu chuẩn

Phân tích toàn bộ các dãy dung dịch hiệu chuẩn (4.9.3) như sau:

Chuyển 50 ml nước (4.1) vào bình sục khí. Bơm, ví dụ 5 µl từng dung dịch hiệu chuẩn vào đáy của bình sục khí. Sục khí trong 30 min bằng khí nitơ với lưu lượng 40 ml/min, sau đó mẫu được gia nhiệt

²⁾ DB 5, DB 624, DB 1701 chất bay hơi Restek là một ví dụ về sản phẩm thương mại có sẵn. Thông tin này đưa ra chỉ tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là ấn định sử dụng sản phẩm này của tiêu chuẩn.

tới 95 °C trong 15 min. Chuẩn bị đường chuẩn đối với từng hợp chất bằng cách đo độ hấp thụ của hợp chất theo 7.4.3.

Dải tuyến tính của từng đường chuẩn được xác định như sau:

Tính, bằng cách dùng hồi quy tuyến tính của chiều cao pic trên nồng độ, đường thẳng đối với khoảng nồng độ của dãy hoàn tất dung dịch hiệu chuẩn. Xác định độ lệch giữa giá trị đo được với đường thẳng. Khi độ lệch nhỏ hơn 5 %, độ tuyến tính được giả thiết đối với khoảng hoàn tất. Khi độ lệch lớn hơn 5 %, khoảng phải được giảm xuống bằng cách bỏ bớt giá trị đo được của nồng độ cao nhất và đường thẳng được tính lại lần nữa bằng hồi quy tuyến tính và kiểm tra.

Đối với dung dịch chuẩn làm việc, chọn dung dịch hiệu chuẩn với nồng độ gần nhất với điểm giữa của khoảng tuyến tính. Nếu khoảng nồng độ của mẫu thấp hơn so với khoảng tuyến tính tìm thấy, có thể chọn dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ thấp hơn, tương ứng với giữa khoảng nồng độ mẫu

Ghi lại sắc đồ khí của dung dịch chuẩn làm việc sau khi giải hấp hợp chất hấp phụ (7.4.3). Xác định, dựa trên sắc đồ này, thời gian lưu tương đối của tất cả hydrocarbon thơm bay hơi và halogen hóa tương ứng với các nội chuẩn.

Thời gian lưu tương đối $t_{rel,x}$ của hợp chất x tương ứng với nội chuẩn lựa chọn y được xác định như sau:

$$t_{rel,x} = \frac{[t_x]}{[t_{ISy}]} \quad (1)$$

Trong đó:

t_x là thời gian lưu tuyệt đối của hợp chất x

t_{ISy} là thời gian lưu tuyệt đối của nội chuẩn y .

Xác định tín hiệu phản hồi tương đối của tất cả hydrocarbon thơm bay hơi tương ứng với nội chuẩn ethylbenzen-D10 hoặc nội chuẩn khác (xem 4.2.1) và đối với tất cả hydrocarbon halogen hóa bay hơi tương ứng với nội chuẩn 1,4-diclorobutan hoặc hợp chất khác (xem 4.2.2).

Tín hiệu phản hồi tương đối $R_{rel,x,y}$ của hợp chất x tương ứng với nội chuẩn y được xác định như sau:

$$R_{rel,x,y} = \frac{R_x}{R_{ISy}} \cdot \frac{C_{ISy}}{C_x} \quad (2)$$

Trong đó:

R_x là tín hiệu phản hồi tương đối của hợp chất x ;

R_{ISy} là tín hiệu phản hồi tương đối của nội chuẩn y ;

C_{ISy} là nồng độ của nội chuẩn y ;

TCVN 10498:2015

C_x là nồng độ của hợp chất x .

7.4.3 Đo

Giải hấp hợp chất hấp phụ (xem 7.2) từ cột hấp phụ ở nhiệt độ 240 °C trong 10 min, bẫy các hợp chất này trong bẫy làm mát và bơm hợp chất vào cột sắc ký khí theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Xác định pic của nội chuẩn bằng cách dùng thời gian lưu tuyệt đối. Xác định đối với tất cả pic phù hợp khác trong sắc đồ khí, thời gian lưu tương đối tương ứng với nội chuẩn. Giải thiết rằng một hợp chất được chứng minh có trong mẫu khi thời gian lưu tương đối không lệch quá 0,5 % so với thời gian lưu tương đối quan sát được ở 7.4.2. Trong trường hợp sử dụng detector không đặc thù, xác nhận hợp chất này bằng cách lặp lại phân tích sắc ký khí sử dụng cột có độ phân giải khác.

Hợp chất dễ bay hơi phải được định lượng tương ứng với cùng nội chuẩn đã chọn sử dụng cho hiệu chuẩn, ví dụ hydrocarbon thơm bay hơi tương ứng với etylbenzen-D10 và hydrocarbon halogen hóa bay hơi tương ứng với 1,4-diclorobutan.

8 Tính toán

Hydrocarbon thơm bay hơi và hydrocarbon halogen hóa bay hơi được định lượng bằng cách sử dụng nội chuẩn được thêm vào dịch chiết. Có thể sai số khi trên vị trí của nội chuẩn trong sắc đồ của dịch chiết có mặt hợp chất cản trở, nhất là khi dùng detector không đặc thù như FID hoặc ECD. Trong trường hợp này, sử dụng quy trình trong Phụ lục B để xác định mọi chất cản trở xuất hiện.

Tính hàm lượng hydrocarbon thơm bay hơi và hydrocarbon thơm halogen hóa trong mẫu đất bằng Công thức (3):

$$w_i = \frac{R_{e,i}}{R_{e,IS}} \times \frac{m_{e,IS}}{R_{rel,i,IS}} \times \frac{100}{m \times w_d} \times \frac{V_{te} + \frac{m \times (100 - w_d)}{100}}{V_{pe}} \quad (3)$$

Trong đó:

w_i là hàm lượng của từng hợp chất bay hơi i trong mẫu, tính bằng miligam trên kilogram khối lượng khô (mg/kg);

$R_{e,i}$ là tín hiệu phản hồi của hợp chất i trong dịch chiết mẫu;

$R_{e,IS}$ là tín hiệu phản hồi của nội chuẩn được dùng để tính toán trong dịch chiết mẫu;

$m_{e,IS}$ là khối lượng của nội chuẩn đã chọn trong dịch chiết, tính bằng nanogam, ng;

$R_{rel,i,IS}$ là tín hiệu phản hồi tương đối của hợp chất i tương ứng với nội chuẩn đã dùng để tính toán trong chuẩn làm việc;

m là khối lượng của mẫu thử đã dùng, tính bằng gam, g;

w_d là khối lượng khô của mẫu, tính theo phần trăm, %;

V_{1c} là thể tích metanol đã thêm vào mẫu đất, tính bằng mililit, ml;

V_{pc} là thể tích của dịch chiết metanol đã được sục khí, tính bằng microlit, μ l.

Đối với một hoặc nhiều hợp chất hydrocacbon thơm dễ bay hơi hoặc hydrocacbon halogen hóa, trong trường hợp hàm lượng tìm thấy lớn hơn giới hạn dưới của khoảng tuyến tính đối với hợp chất đó, thì dịch chiết mẫu phải được pha loãng bằng metanol (4.4) và phân tích lại.

9 Biểu thị kết quả

Báo cáo kết quả theo miligam của hợp chất trên kilogam của đất khô tới hai chữ số có nghĩa.

10 Độ chụm

Đặc tính của phương pháp được thiết lập trong một nghiên cứu về xác nhận giá trị sử dụng. Kết quả được trình bày trong Phụ lục C.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nhận dạng đầy đủ mẫu;
- c) Thời gian bảo quản mẫu;
- d) Biểu thị kết quả theo Điều 9;
- e) Mọi chi tiết không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tùy chọn, cũng như bất kỳ một yếu tố nào có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Thời gian lưu tương đối tương ứng với etylbenzen-D10 của hydrocarbon thơm dễ bay hơi và hydrocarbon halogen hóa dễ bay hơi trên các cột sau: CP-Sil 5 CB và CP-Sil 13 CB

Chương trình nhiệt độ được dùng: 5 min ở 40 °C, 10 °C/min đến 100 °C, 2 min ở 100 °C, 15 °C/min tới 250 °C, 5 min ở 250 °C.

Hợp chất	Thời gian lưu tương đối	
	Cột CP-Sil 5 CB	Cột CP-Sil 13 CB
Dichloromethan	0,212	0,254
<i>trans</i> -1,2-Dichloroethen	0,253	0,247
<i>cis</i> -1,2-Dichloroethen	0,312	0,342
Trichloromethan	0,331	0,360
1,2-Dichloroethan	0,385	0,404
1,1,1-Trichloroethan	0,404	0,434
Benzen	0,441	0,454
Tetrachloromethan	0,453	0,454
1,2-Dichloropropan	0,512	0,539
Trichloroethen	0,536	0,565
<i>cis</i> -1,3-Dichloropropan	0,625	0,692
<i>trans</i> -1,3-Dichloropropan	0,684	0,728
1,1,2-Trichloroethan	0,699	0,740
Toluen D-8	0,720	0,780
Toluen	0,731	0,802
Tetrachloroethen	0,868	0,849
1,3-Dichlorobutan	0,882	0,961
Monochlorobenzen	0,956	1,000
Ethylbenzen D-10	1,000	1,000
Ethylbenzen	1,014	1,018
<i>m/p</i> -Xylen	1,042	1,034
Styren	1,091	1,113
<i>o</i> -Xylen	1,106	1,121
1,2,3-Trichloropropan	1,124	1,188
Cumen	1,129	1,242
1,3-Dichlorobenzen	1,380	1,396
1,4-Dichlorobenzen	1,391	1,412
1,2-Dichlorobenzen	1,437	1,461
Naphthalen	1,697	1,744

Phụ lục B

(Quy định)

Kiểm tra nội chuẩn

Nếu sử dụng một detector không đặc thù, phải kiểm tra sự xuất hiện của các hợp chất cản trở.

Do vậy, hai nội chuẩn được thêm vào dịch chiết để xác định liệu hợp chất cản trở có trong mẫu hay không. Việc có hay không có hợp chất cản trở có thể được xác định từ tín hiệu đo được của nội chuẩn. Khi không có hợp chất cản trở trong dịch chiết, tỉ số giữa tín hiệu phản hồi của nội chuẩn bằng với tín hiệu trong dung dịch chuẩn. Chia các tỉ số này được gọi là tỉ số tín hiệu phản hồi tương đối, RRR. Khi không có hợp chất cản trở nào có trong dịch chiết, giá trị RRR theo nguyên tắc bằng 1,00. Trong tiêu chuẩn này, giả thiết rằng không có hợp chất cản trở có trong dịch chiết khi $RRR = 1,00 \pm 0,05$.

Khi giá trị RRR sai lệch với $1,00 \pm 0,05$, hợp chất cản trở có trong dịch chiết ảnh hưởng đến tín hiệu phản hồi của một trong những nội chuẩn. Trong trường hợp đó, hydrocacbon được định lượng bằng cách sử dụng nội chuẩn không xáo trộn. Trong thực tế, việc này có thể thực hiện bằng cách định lượng tất cả dịch chiết tương ứng với cùng nội chuẩn và bằng cách tính giá trị RRR đối với tất cả dịch chiết. Chỉ trong trường hợp này, khi $RRR > 1,05$ thì tín hiệu phản hồi của nội chuẩn đã chọn bị ảnh hưởng do hợp chất cản trở. Khi đó, việc định lượng tương ứng với chuẩn khác có thể được tiến hành bằng cách nhân hàm lượng đã tính được với giá trị RRR đối với dịch chiết quan tâm.

Việc kiểm tra không có hợp chất cản trở chỉ xem xét đến khả năng cản trở có thể xảy ra trên vị trí của nội chuẩn trong sắc đồ. Không có hợp chất cản trở trên vị trí của hydrocacbon thơm dễ bay hơi và hydrocacbon halogen hóa dễ bay hơi được xác định bằng xác nhận sự có mặt của hợp chất được phát hiện (7.4.3). Giả thiết rằng không có hợp chất cản trở tại vị trí của hydrocacbon trong sắc đồ khi kết quả xác nhận trong cùng hàm lượng được tìm thấy. Khi việc xác nhận cho hàm lượng thấp hơn, giả thiết rằng hàm lượng tìm thấy sớm hơn bị ảnh hưởng bởi một hợp chất cản trở, và trong trường hợp đó, hàm lượng thấp hơn được báo cáo như là giá trị đúng nhất có thể.

Phụ lục C

(Tham khảo)

Xác nhận giá trị sử dụng

Phụ lục này đưa ra kết quả của xác nhận giá trị sử dụng được tiến hành ở Hà Lan.

Bảng C.1 – Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm tiến hành ở Hà Lan

Hợp chất	Giới hạn phát hiện		Mức mg/kg dm	Độ lặp lại	
	FID mg/kg dm	ECD mg/kg dm		C_V^a FID %	C_V^a ECD %
Benzen	0,02	–	1	5,0	–
Toluen	0,06	–	130	2,3	–
Ethylbenzen	0,03	–	50	3,5	–
<i>o</i> -Xylen	0,04	–	25	2,5	–
<i>m</i> -Xylene/ <i>p</i> -xylen	0,07	–	25	3,1	–
Styren	0,05	–	100	3,0	–
Naphthalen	0,09	–	50	9,4	–
Dichloromethan	0,2	0,2	20	5,0	2,7
Trichloromethan	0,1	0,02	10	5,3	–
1,1-Dichloroethan	0,1	–	50	3,5	1,6
1,2-Dichloroethan	0,3	1,1	4	4,2	4,7
1,1,1-Trichloroethan	0,5	0,02	50	2,2	–
1,1,2-Trichloroethan	0,4	0,02	50	4,5	–
1,2-Dichloropropan	0,5	0,1	50	1,4	3,7
1,2,3-Trichloropropan	0,4	0,03	50	9,3	9,7
<i>cis</i> -1,3-Dichloropropen	0,3	0,01	50	4,8	–
<i>trans</i> -1,3-Dichloropropen	0,5	0,04	50	2,6	–
<i>cis</i> -1,2-Dichloroethen	0,4	0,5	50	4,2	2,4
<i>trans</i> -1,2-Dichloroethen	0,4	1,1	50	2,8	2,5
3-Chloropropen	0,2	–	1	18,5	–
Trichloroethen	0,2	0,01	60	3,5	–
Monochlorobenzen	0,5	–	10	3,7	–
1,2-Dichlorobenzen	0,3	0,7	10	3,6	8,0

a C_V là hệ số biến thiên.

Bảng C.2 – Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm tiến hành ở Hà Lan

Hợp chất	Mẫu 1				Mẫu 2			
	Số lượng phòng thí nghiệm	Trung bình mg/kg dm	$C_{V,r}$ ^a %	$C_{V,R}$ ^b %	Số lượng phòng thí nghiệm	Trung bình mg/kg dm	$C_{V,r}$ ^a %	$C_{V,R}$ ^b %
Benzen	18	1,10	15	50	14	0,33	20	28
Toluen	15	9,77	17	33	16	0,20	20	39
Ethylbenzen	15	9,15	24	46	16	0,18	18	34
<i>o</i> -Xylen	15	16,0	7,7	75	15	0,38	20	26
<i>m</i> -Xylen và	16	26,9	9,0	89	15	0,63	22	40
Styren	7	0,06	12	54	–	–	–	–
Naphthalen	13	3,87	19	73	11	0,09	64	79

a $C_{V,r}$ là hệ số biến thiên lặp lại.
b $C_{V,R}$ là hệ số biến thiên tái lập.

Bảng C.3 – Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm tiến hành ở Hà Lan

Hợp chất	Mẫu 3				Mẫu 4			
	Số lượng phòng thí nghiệm	Trung bình mg/kg dm	$C_{V,r}$ ^a %	$C_{V,R}$ ^b %	Số lượng phòng thí nghiệm	Trung bình mg/kg dm	$C_{V,r}$ ^a %	$C_{V,R}$ ^b %
Dichloromethan	17	5,92	22	88	14	0,16	30	87
Trichloromethan	15	5,56	16	40	–	–	–	–
1,1-Dichloroethan	15	3,18	9,5	45	11	0,06	34	55
1,2-Dichloroethan	17	1,81	20	46	10	0,03	44	63
1,1,1-Trichloroethan	16	0,17	17	39	–	–	–	–
1,1,2-Trichloroethan	14	1,03	15	37	–	–	–	–
<i>cis</i> -1,2-Dichloroethen	13	3,66	8,2	29	9	0,07	16	55
<i>trans</i> -1,2-Dichloroethan	13	3,10	10	31	8	0,05	6,3	63
Trichloroethen	17	0,21	15	73	–	–	–	–
Monochlorobenzen	12	0,13	8,0	35	–	–	–	–

a $C_{V,r}$ là hệ số biến thiên lặp lại.
b $C_{V,R}$ là hệ số biến thiên tái lập.

Bảng C.4 – Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm tiến hành ở Hà Lan

Hợp chất	Mẫu 5			
	Số lượng phòng thí nghiệm	Trung bình mg/kg đm	$C_{V,r}$ ^a %	$C_{V,R}$ ^b %
Benzen	13	0,20	9,7	25
Toluen	14	2,00	3,8	31
Ethylbenzen	13	1,69	6,0	23
<i>o</i> -xylen	15	3,61	7,3	46
<i>m</i> -xylene and <i>p</i> -xylen	15	6,25	8,9	53
Styren	-	-	-	-
Naphthalen	10	0,803	14	66
Dichloromethan	13	12,3	9,5	56
Trichloromethan	15	0,77	9,2	30
1,1-dichloroethan	15	4,48	10	32
1,2-dichloroethan	14	2,38	8,2	18
1,1,1-trichloroethan	14	0,26	17	29
1,1,2-trichloroethan	13	1,32	7,5	55
<i>cis</i> -1,2-dichloroethen	13	5,13	7,5	39
<i>trans</i> -1,2-dichloroethen	12	4,71	9,2	46
Trichloroethen	16	0,30	12	64
Monochlorobenzen	9	0,19	11	57
a $C_{V,r}$ là hệ số biến thiên lặp lại. b $C_{V,R}$ là hệ số biến thiên tái lập.				

Phụ lục D

(Tham khảo)

Thông tin về thiết bị sục khí và bẫy

Xem ISO 15680 để có thêm thông tin.

D.1 Thiết bị bẫy

Thiết bị sục khí và bẫy có bán sẵn ngoài thị trường hoặc có thể tự xây dựng. Thiết bị này bao gồm thiết bị GC bẫy on-line, tự động hoàn toàn có bộ lấy mẫu tự động và thiết bị giải hấp nhiệt kết hợp trong thiết bị, cũng như thiết bị off-line vận hành bằng tay. Tất cả các thiết bị này có thể dùng nếu đáp ứng được các yêu cầu và chứng minh được cho kết quả đáng tin cậy.

Thiết bị sục khí và bẫy thể bao gồm:

- a) Bộ lấy mẫu tự động (tự chọn);
- b) Bình sục khí, bộ kiểm soát nhiệt độ và che chắn nhiệt, bộ cung cấp khí, bộ kiểm soát lưu lượng và đồng hồ;
- c) Bình ngưng, bộ cung cấp chất làm mát và hệ thống sục khí khô;
- d) Bẫy chất hấp phụ;
- e) Thiết bị giải hấp nhiệt, bộ điều chỉnh nhiệt độ, đồng hồ;
- f) Bẫy làm mát, bộ cung cấp chất làm mát, nguồn nhiệt, kiểm soát nhiệt độ;
- g) GC/MS hoặc GC với detector phù hợp, phụ trợ của GC, hệ thống ghi số liệu.

D.2 Bẫy hấp phụ

Thiết bị sục khí và bẫy sử dụng bẫy trung gian trên cột hấp phụ nhồi sẵn thường được tự làm hoặc có thể có một số cải biến. Vì cột mẫu, hấp phụ được làm bằng thủy tinh hoặc thép không gỉ với đường kính trong từ 2 mm đến 5 mm, phù hợp với sử dụng thiết bị giải hấp nhiệt. Bẫy hấp phụ được nhồi sẵn chất hấp phụ phù hợp (nói chung chất hấp phụ polyme, cacbon hoặc silica được dùng). Kích thước điển hình của gói có đường kính 2 mm đến 5 mm và chiều dài từ 10 mm đến 50 mm, tương ứng với ít nhất 90 mg chất hấp phụ. Chất hấp phụ được giữ tại vị trí bằng vật liệu trơ như nút bông sợi thủy tinh hoặc màn thủy tinh. Mô tả này là một ví dụ và các bẫy hấp phụ khác có thể được dùng, nếu tính năng của chúng đáp ứng được các yêu cầu của tiêu chuẩn này.

D.3. Yêu cầu đặc biệt đối với việc sử dụng thiết bị sục khí và bẫy độc lập

Trong thiết bị sục khí và bẫy và sục độc lập, bẫy hấp phụ không được xác định bởi thiết bị đang dùng. Phần lớn các phần khác được đề cập ở trên (a đến f) là sử dụng độc lập. Đánh dấu bẫy lên một mặt để

TCVN 10498:2015

có thể giải hấp ở chế độ xả sau. Trong trường hợp sử dụng bẫy và sục độc lập, đối với bẫy hấp phụ, nắp làm bằng vật liệu trơ, ví dụ polytetrafluoetylen (PTFE) hoặc bằng kim loại có vòng xoáy và bộ rửa bằng PTFE phải được dùng sao cho sau khi sục khí, chúng có thể được đóng kín không bị rò rỉ để bảo quản hoặc chuyển sang thiết bị để giải hấp nhiệt.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 22155, *Soil quality - Gas chromatographic determination of volatile aromatic and halogenated hydrocarbons and selected ethers - Static headspace method.*
-