

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8965:2011
ASTM D 5830-95**

Xuất bản lần 1

**CHẤT THẢI – PHÂN TÍCH DUNG MÔI TRONG CHẤT THẢI
NGUY HẠI BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*Standard test method for solvents analysis in hazardous waste
using gas chromatography*

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8965:2011 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 5830-95 đã được ASTM xem xét và phê duyệt lại năm 2006 *Standard test method for solvents analysis in hazardous waste using gas chromatography* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 5830-95 thuộc bản quyền ASTM quốc tế.

TCVN 8965:2011 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 200 *Chất thải rắn* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất thải – Phân tích dung môi trong chất thải nguy hại bằng phương pháp sắc ký khí

Standard test method for solvents analysis in hazardous waste using gas chromatography

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Phương pháp này được dùng để xác định định lượng và định tính bằng sắc ký khí các hợp chất dưới đây trong mẫu chất thải. Phương pháp thử này được thiết kế để dùng như phương pháp sàng lọc với mức báo cáo điển hình 0,1 %.

Diclodiflometan	Tetrahydrofuran
Tricloflometan	Aceton
1,1,2-Triclo-1,2,2 trifloetan	Metyl Etyl Keton
Metanol	MIBK
Etanol	Cyclohexanon
Isopropanol	Etyl Acetat
n-Propanol	Propyl Acetat
Isobutanol	Butyl Acetat
n-Butanol	Benzen
tert-Butanol	Toluen
Metylen Clorua	Etylbenzen
Cloform	Xylen
Carbon Tetraclorea	Styren
1,1-Dicloetan	Clobenzen
1,2-Dicloetan	Diclobenzen
1,2-Diclopropan	Nitrobenzen
1,1-Dicloetylen	Flobenzen
1,2-Dloetan	n-Propyl Benzen
1,1,1-Tricloetan	Isopropyl Benzen
Tetracloetylen	Isobutyl Benzen
Tricloetylen	n-Butyl benzen
Tetracloetan	2-Ethoxyetanol
	2-Butoxyetanol

TCVN 8965:2011

Cyclopentan	2-Butoxyetanol Acetat
Pentan	2-Methoxyetanol
Hexan	Bromoform
Heptan	Carbitol
Cyclohexan	Etyl Ether
Isooctan	1,4-Dioxan
Nitrometan	Diaceton Alcohol
Etanolamin	Acetonitril
Nitroetan	Pyridin
Etylen Clorua	Toluidin
Benzyl Clorua	Etylen Glycol
	Propylen Glucol

1.1.1 Danh mục các dung môi nguy hại và các thành phần khác cần phải xem xét định kỳ trong mẫu chất thải nguy hại.

1.2 Phạm vi của phương pháp này có thể mở rộng với các thành phần hữu cơ dễ bay hơi và bay hơi một phần khác.

1.2.1 Hydrocacbon hỗn hợp như dầu hỏa và dung môi sơn.

1.2.2 Chất hữu cơ có nhiệt độ sôi cao, được xác định ở đây như là hợp chất có điểm sôi cao hơn n-hexadecan.

1.2.3 Các chất hữu cơ khác mà có thể nhận dạng được bằng số liệu về thời gian lưu hoặc phân tích sắc ký khí/khối phổ (GC/MS).

1.3 Phương pháp sắc ký khí chỉ nên được sử dụng bởi những nhà phân tích có kinh nghiệm hoặc đã được tư vấn kỹ.

1.4 Tiêu chuẩn này không đề cập đến các vấn đề an toàn, nếu có, liên quan đến việc sử dụng. Trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn này là để thiết lập các thực hành đảm bảo an toàn và sức khỏe phù hợp và xác định khả năng áp dụng của giới hạn quy định trước khi sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để 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 2117 (ASTM D 1193) *Nước thuốc thử - Yêu cầu kỹ thuật*

EPA Gas chromatography/Mass spectrometry *Method 8260, Test methods for evaluating solid waste, physical/chemical methods*, SW-846m Third edition, Final update 1, July 1992 (*Phương pháp 8260 Sắc ký khí/Khối phổ, Phương pháp thử để đánh giá chất thải rắn, phương pháp lý học/hóa học*)

3 Tóm tắt phương pháp thử

Mẫu chất thải được phân tích bằng cách bơm trực tiếp hoặc bằng cacbon disunfua, M-Pyrol, hoặc chiết bằng các dung môi phù hợp khác và bơm phần chiết vào sắc ký khí. Sự phát hiện đạt được bằng các detector đặc thù được sử dụng trong các ứng dụng cần thiết, ví dụ, detector ion hóa ngọn lửa (FID), detector bẫy electron (ECD), detector dẫn nhiệt (TCD), detector ion hóa photon (PID), hoặc detector chọn khối lượng (MSD). Phương pháp thử này có thể mở rộng cho các loại detector khác không nêu ở trên.

4 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này hữu ích trong nhận biết các thành phần dung môi chính trong mẫu chất thải nguy hại. Phương pháp thử này được thiết kế để hỗ trợ đánh giá ngoài hiện trường hoặc tại địa điểm, vận hành tái chế, vận hành nhà máy hoặc chương trình kiểm soát ô nhiễm.

5 Cản trở

5.1 Chất cản trở có thể do bất kỳ một hợp chất hữu cơ nào có phản hồi trong detector. Các thành phần rửa giải liền kề có thể làm phức tạp sự nhận dạng chỉ dựa trên thời gian lưu. Nếu gặp các loại cản trở này, người phân tích phải dựa vào nguồn thông tin khác để khẳng định, như:

5.1.1 Xác nhận bằng sắc ký khí/khối phổ (GC/MS), xem EPA Method 8260, kỹ thuật bơm mẫu trực tiếp;

5.1.2 Sử dụng cột xác nhận, hoặc detector xác nhận;

5.1.3 Sử dụng chương trình nhiệt độ thay đổi hoặc so sánh chuẩn, hoặc cả hai.

5.1.4 Lai lịch mẫu, ví dụ, mọi thông tin từ ngồn phát sinh chất thải, và

5.1.5 Đặc tính vật lý, ví dụ tính dễ bắt lửa, trọng lượng riêng, hoặc tính hòa trộn với nước.

5.2 Cản trở có thể do các xyranh mang sang. Ngay sau mỗi lần bơm mẫu, xyranh phải được tráng rửa kỹ bằng cacbon disunfua, hoặc M-pyrol. Có thể sử dụng các dung môi khác làm dung môi rửa như metanol nếu các loại mẫu cần cho việc sử dụng chúng, nhưng phải có hiểu biết về những cản trở có khả năng xảy ra và bị cuốn sang nếu dung môi rửa xyranh không được làm sạch hoàn toàn trước khi sử dụng lại. Trước mỗi lần bơm mẫu xyranh phải được tráng rửa kỹ bằng mẫu được bơm vào máy, khi hai bơm đầu tiên được xả thẳng vào bình chứa chất thải tách biệt.

5.3 Nếu sử dụng cacbon disunfua (CS₂) để chiết chất rắn hoặc bùn có chứa lượng nước đáng kể, có thể dẫn đến độ thu hồi dung môi có thể hòa trộn với nước thấp.

5.4 Một số cấp độ tinh khiết của CS₂ có thể chứa benzen ở lượng vết.

5.5 M-pyrol dường như phân hủy chậm theo thời gian. Sản phẩm phân hủy ở mức thấp gây cản trở với một số hợp chất rửa giải sau lên một số cột (khoảng năm pic nhỏ).

5.6 Có thể xảy ra cản trở do pic dung môi CS₂ nếu sử dụng TCD.

TCVN 8965:2011

5.7 Nếu sử dụng TCD, cần phải hiểu rõ nước cũng như các hợp chất oxy hóa ví dụ MEK, MIBK có thể làm mất tín hiệu phản hồi của detector.

5.8 Nếu phải sử dụng detector dẫn điện (ECD), cần phải nhận thức rằng CS₂, M-pyrol và các hợp chất halogen có nồng độ cao có thể làm quá tải và gây hỏng detector. Nên sử dụng ECD chỉ khi dự đoán mức độ phát hiện của các hợp chất halogen là rất thấp và có thể bơm mẫu trực tiếp.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Hệ thống sắc ký khí: Được trang bị cột mao quản hoặc cột nhồi sẵn có cổng bơm mẫu, hoặc cả hai, detector và hệ thống xử lý dữ liệu.

6.2 Cột sắc ký nên dùng:

6.2.1 Mao quản: microbore hoặc megabore

6.2.1.1 DB-1701, đường kính trong 30 m x 0,25 mm, độ dày film 0,25 μ m.

6.2.1.2 DB-624, đường kính trong 30 m x 0,3 mm, độ dày film 1,8 μ m.

6.2.2 Cột nhồi: làm bằng thép không gỉ hoặc thủy tinh.

6.2.2.1 1 % SP-1000, 60/80 cacbopak B, đường kính trong 8-ft 1/8-in.

6.2.2.2 10 % SP-2100, 100/120 chromosorb WHP, 2 m x 2 mm ID.

CHÚ THÍCH 1: Nên sử dụng các cột này và các cột này cũng đã cho kết quả tốt. Điều kiện vận hành đối với từng loại cột được nêu trong Điều 10. Các cột loại khác hoặc cột tương đương, hoặc cả hai có thể được dùng tùy thuộc vào việc ứng dụng.

6.3 Chai lọ thủy tinh có nút vặn hoặc tương đương: Để lấy mẫu và bảo quản dung dịch chuẩn. Cần phải sử dụng nắp vặn làm bằng polytetrafluoroetylen hoặc vật liệu trơ khác.

6.4 Micro xyranh, 1,0 μ L, 10 μ l và 100 μ L.

6.5 Cân phân tích, chính xác đến 0,0001 g.

6.6 Pipet, làm bằng thủy tinh, pipet dùng một lần hoặc micro pipet hoặc tương đương.

6.7 Đĩa lọc vi lỗ, kích thước lỗ 0,45 μ m, 1,0 μ m hoặc 5,0 μ m, tùy chọn.

6.8 Máy ly tâm, tùy chọn.

6.9 Máy trộn kiểu Vortex.

7 Thuốc thử và vật liệu

7.1 Độ tinh khiết của thuốc thử

Trong tất cả các phép thử, sử dụng hóa chất cấp thuốc thử. Nếu không có quy định riêng, thì sử dụng các hóa chất có độ tinh khiết tương đương nhưng không được làm giảm độ chính xác của phép thử.

7.2 Độ tinh khiết của nước

Nếu không có quy định riêng thì nước dùng trong phép thử này được hiểu là nước cất loại II, theo TCVN 2117 (ASTM D 1193).

7.3 Nitơ hoặc Heli (tinh khiết cao)

Dùng cho khí mang và khí hỗ trợ. Không khí và hydro (độ tinh khiết cao) làm khí nhiên liệu. Khí có thể thu được từ bộ tạo khí nếu có, qua quá trình làm tinh khiết mức thấp hơn, hoặc từ bể cung cấp khí có độ tinh khiết cao.

7.4 Cacbon disulfua, CS₂ cấp độ sắc ký

7.5 M-pyrol, C₆H₉NO có thể mua từ một số nhà cung cấp hóa chất và nguồn 1-methyl-2-pyrrolidon.

7.6 Dung dịch chuẩn thành phần đối với từng thành phần cần phân tích độ tinh khiết 99 % có thể mua từ nhiều nhà cung cấp.

8 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

8.1 Dung dịch chuẩn gốc

Dung dịch chuẩn gốc được chuẩn bị từ chất chuẩn tinh khiết. Nên chuẩn bị dung dịch chuẩn sao cho mỗi thành phần từ 5 % đến 10 % khối lượng. Dung dịch chuẩn gốc phải được chuẩn bị bằng cách cân trực tiếp mỗi thành phần. Đối với các hợp chất dễ bay hơi, như eter và freon, nên chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc trong ngày dùng hoặc khi cần. Nếu cần dung môi pha loãng khi chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc thì sử dụng cùng dung môi đã dùng để chiết mẫu hoặc pha loãng trong Điều 7.

CHÚ THÍCH 2: Do tính không tương thích của một số hợp chất chuẩn, một số hợp chất không hỗn hợp được với nhau, và cũng do số lượng hợp chất tìm kiếm điển hình trên sắc phổ đơn lẻ, nên chuẩn bị 3 hoặc 4 dung dịch chuẩn có từ 10 đến 15 hợp chất. Một dãy sắc phổ chuẩn và bảng thời gian lưu cần phải có sẵn để tham khảo.

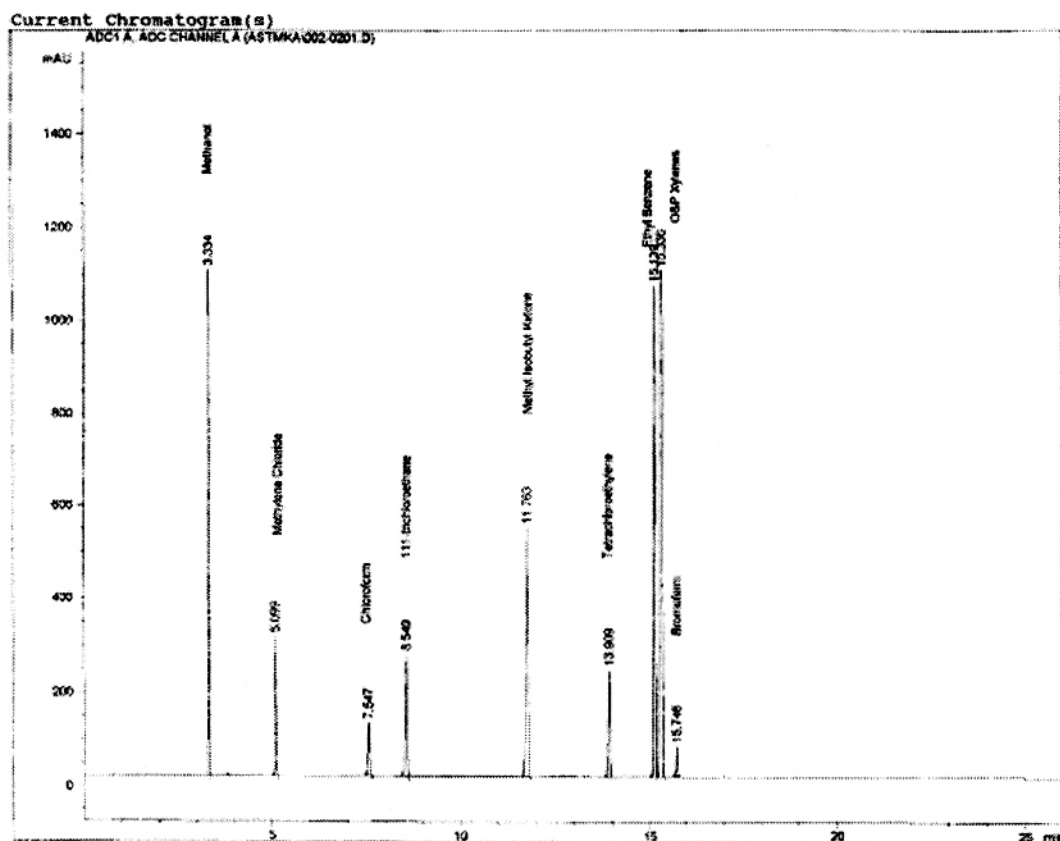
8.2 Dung dịch chuẩn thứ làm việc

Các dung dịch này được chuẩn bị từ dung dịch chuẩn gốc sử dụng dung môi phù hợp. Dung dịch chuẩn thứ cần phải chứa khoảng tuyến tính của hệ thống GC.

CHÚ THÍCH 3: Tín hiệu phản hồi tuyến tính và dải đo phải được thiết lập với tất cả detector và hệ thống sắc ký được dùng để định lượng. Tất cả việc hiệu chuẩn và phân tích mẫu phải được thực hiện trong khoảng tuyến tính đã được thiết lập.

8.3 Dung dịch chuẩn kiểm tra hiệu chuẩn

Cần chuẩn bị dung dịch chuẩn kiểm tra hiệu chuẩn. Hỗn hợp chuẩn cần cung cấp phép kiểm tra toàn bộ hệ thống GC/detector tốt. Hợp chất cần bao gồm loại hợp chất chính, ví dụ cồn, chất thơm, dẫy béo, keton và halogen. Một sắc phổ điển hình của dung dịch chuẩn kiểm tra hiệu chuẩn dùng detector ion hóa ngọn lửa (FID) được trình bày trong Hình 1.



Hình 1 – Chuẩn QC hàng ngày FID/DB-1701

9 Lấy, lưu giữ và xử lý mẫu

9.1 Lấy mẫu cần tiến hành theo các điều khoản lấy mẫu phù hợp.

9.2 Mẫu phải được lấy vào bình chứa bằng thủy tinh, có nắp kín khí. Nếu cần phân tích các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi, cần giữ khoảng không trong bình chứa ở mức tối thiểu.

9.3 Dụng cụ chuyển mẫu: Dụng cụ được yêu cầu để chuyển phần mẫu chất thải từ bình chứa mẫu đến bình chứa phòng thí nghiệm. Có thể chuyển mẫu lỏng dùng pipet sử dụng một lần. Sử dụng xẻng dùng trong phòng thí nghiệm để chuyển chất rắn và chất bán rắn.

9.4 Mẫu phải được xử lý duy trì thực hành phòng thí nghiệm an toàn. Mọi mẫu có thành phần nguy hại đặc biệt phải được dán nhãn phù hợp.

9.5 Vật liệu mẫu không sử dụng, dung dịch pha loãng phòng thí nghiệm và chất thải từ mẫu có thể phải được quy định. Hướng dẫn trong xử lý và thải bỏ chất thải phòng thí nghiệm cần phải được các chuyên gia tư vấn hoặc trong các quy định hoặc cả hai.

10 Cách tiến hành

10.1 Chuẩn bị mẫu

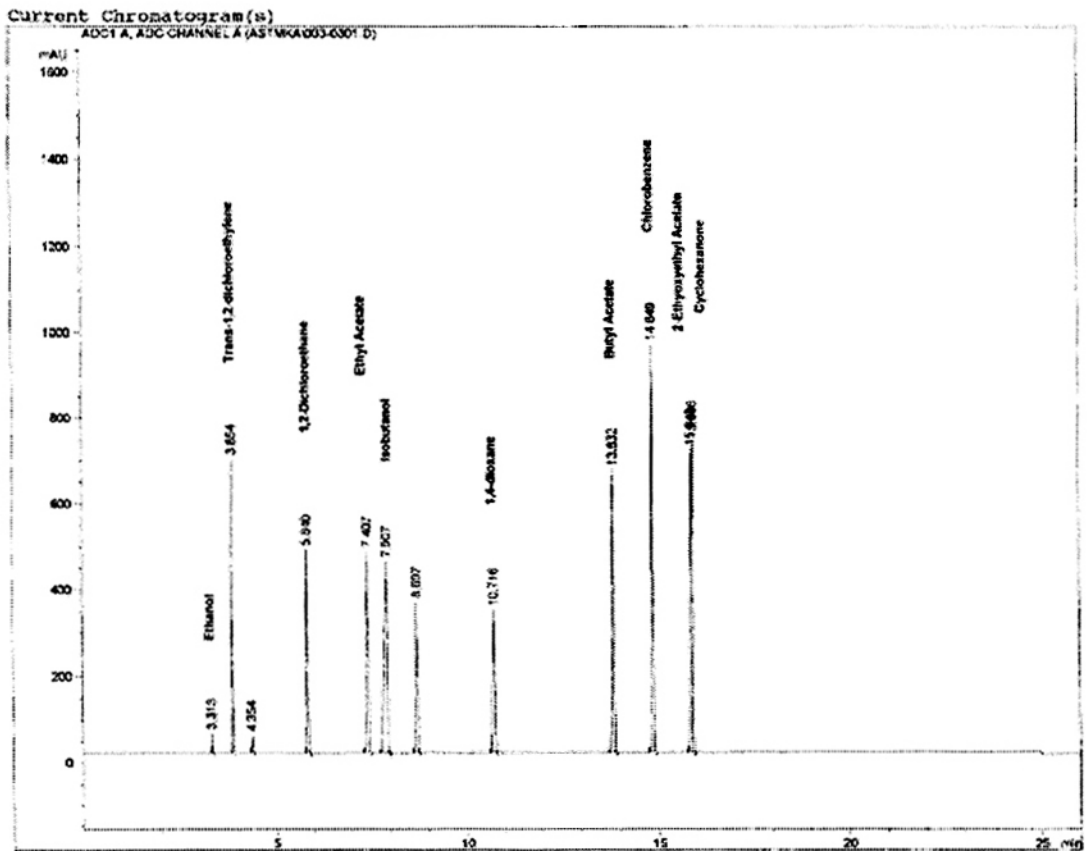
10.1.1 Thành phần chất lỏng phân tích có độ nhớt tương đối thấp sử dụng bơm trực tiếp vào GC, hoặc như đã nhận hoặc sau khi pha loãng bằng CS₂, M-pyrol, hoặc các dung môi phù hợp khác.

10.1.2 Phân tích mẫu chất rắn hoặc mẫu bán rắn như sau:

10.1.2.1 Đối với chuẩn bị cacbon disunfua hoặc M-pyrol, cân 3 g mẫu chất thải cho vào lọ thủy tinh 15 mL. Thêm 3 g cacbon disunfua hoặc M-pyrol vào bình và trộn đều bằng máy khuấy Vortex. Sau khi để chất rắn lắng xuống, bơm CS₂ hoặc M-pyrol vào GC.

10.1.2.2 Có thể sử dụng lượng mẫu và lượng dung môi chiết khác nếu cần. Lượng mẫu và lượng dung môi thực tế phải được ghi lại trong sổ chuẩn bị mẫu phù hợp. Đối với phân tích mẫu chất thải chính xác, lượng mẫu phải đủ lớn để đảm bảo mẫu đại diện. Nếu sử dụng lượng mẫu hoặc thể tích dung môi chiết khác, hoặc cả hai, thì phải lưu ý về hệ số pha loãng trong tính toán được nêu trong Điều 11.

10.1.3 Xuất hiện nhiều pha hoặc nhiều lớp là điển hình của mẫu chất thải nguy hại. Tùy thuộc vào yêu cầu xử lý hoặc yêu cầu tiến hành, có thể cần phân tích từng pha hoặc lớp riêng rẽ.



Hình 2 - Chuẩn dung môi # 1 FID/DB-1701

TCVN 8965:2011

10.2 Điều kiện vận hành GC

10.2.1 Đối với mao quản DB-1701 có FID

Lưu lượng khí qua cột	1–1.5 mL/min
Lưu lượng khí hỗ trợ	30–60 mL/min
Tốc độ chia dòng	60 cm ³ /min
Nhiệt độ buồng bơm mẫu	250 °C
Nhiệt độ detector	250 °C
Lưu lượng khí (FID)	Khoảng 300 mL/min
Lưu lượng khí hydro (FID)	Khoảng 30 mL/min
Nhiệt độ lò ban đầu	35 °C
Thời gian ban đầu	6 min
Tốc độ mức 1	6 °C/min
Giá trị cuối cùng mức 1	180 °C
Tốc độ mức 2	10 °C/min
Giá trị cuối cùng mức 2	230 °C
Thời gian phân tích	40 min
Ngưỡng	4 đơn vị
Độ rộng pic	0,04 min

CHÚ THÍCH 4: Sắc phổ điển hình được trình bày trong Hình 2-5.

10.2.2 Đối với mao quản DB-624 có FID

Lưu lượng khí qua cột	3,5 mL/min
Lưu lượng khí hỗ trợ	29 mL/min
Lưu lượng khí (FID)	Khoảng 300 mL/min
Lưu lượng khí hydro (FID)	Khoảng 30 mL/min
Nhiệt độ buồng bơm mẫu	275 °C
Nhiệt độ detector	275 °C
Nhiệt độ lò ban đầu	35 °C
Thời gian ban đầu	5 min
Tốc độ mức 1	5 °C/min
Giá trị cuối cùng mức 1	150 °C
Thời gian giữ mức 1	4 min
Tốc độ mức 2	20 °C/min
Giá trị cuối cùng mức 2	225 °C
Thời gian phân tích	45 min

10.2.3 Đối với cột nhồi sẵn SP-1000 có FID

Lưu lượng khí qua cột	40 mL/min
Áp suất không khí (FID)	300 kPa
Áp suất khí hydro (FID)	130 kPa
Nhiệt độ buồng bơm mẫu	250 °C
Nhiệt độ detector	250 °C
Nhiệt độ lò ban đầu	90 °C
Thời gian ban đầu	6 min
Tốc độ mức 1	3 °C/min
Giá trị cuối cùng mức 1	120 °C
Tốc độ mức 2	5 °C/min
Giá trị cuối cùng mức 2	180 °C
Tốc độ mức 3	10 °C/min
Giá trị cuối cùng mức 3	230 °C
Thời gian phân tích	46 min

10.2.4 Đối với cột nhồi sẵn SP-2100 có FID

Lưu lượng khí mang	30 mL/min
Nhiệt độ buồng bơm mẫu	250 °C
Nhiệt độ detector	300 °C
Lưu lượng khí (FID)	Khoảng 300 mL/min
Lưu lượng khí hydro (FID)	Khoảng 30 mL/min
Nhiệt độ lò ban đầu	45 °C
Thời gian giữ ban đầu	3 min
Tốc độ mức 1	15 °C/min
Giá trị cuối cùng mức 1	90 °C
Tốc độ mức 2	10 °C/min
Giá trị cuối cùng mức 2	195 °C
Thời gian phân tích	16,5 min

10.3 Xác định khoảng tuyến tính

Độ tuyến tính và khoảng tuyến tính cho từng hợp chất phải được thiết lập trên bất kỳ hệ thống GC nào được dùng để định lượng. Việc này phải được thực hiện thường xuyên hoặc sau khi bảo dưỡng chính hoặc thay đổi cấu hình hệ thống, ví dụ thay thế detector. Việc thực hiện định lượng cuối cùng cho từng hợp chất phải được tiến hành trong khoảng tuyến tính các hợp chất đó.

10.4 Hiệu chuẩn

10.4.1 Hiệu chuẩn một điểm đầu của tất cả các hợp chất phải được thực hiện hàng tháng. Bơm 0,5 µL đến 2,0 µL dung dịch chuẩn làm việc đã chuẩn bị trong 8.2. Lập bảng diện tích pic với nồng độ và thể hiện hệ số đáp ứng (RF) cho từng thành phần. Việc tính toán này được trình bày trong 11.1. Để dễ dàng cho việc tính toán, nên thể hiện hệ số đáp ứng theo diện tích trên 1 % khối lượng.

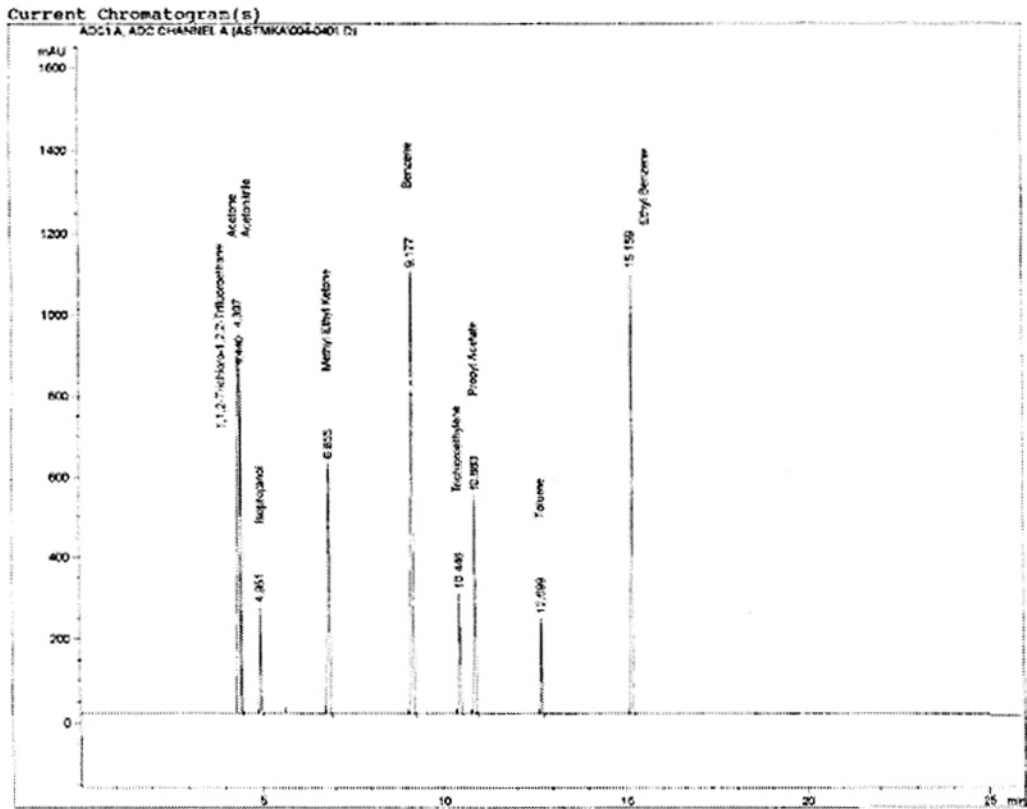
10.4.2 Hệ số đáp ứng phải được kiểm định hàng ngày hoặc cứ sau 20 mẫu, dùng tần suất nào lớn hơn, bằng cách bơm 0,5 µL đến 2,0 µL dung dịch chuẩn kiểm tra hiệu chuẩn. Phải tiến hành hiệu chuẩn cho từng cột được dùng để định lượng. Nếu thay đổi tín hiệu đáp ứng dự đoán 20 % so với chuẩn đầu, cần phải tiến hành hiệu chỉnh, ví dụ, vách ngăn, vạch, hoặc bảo dưỡng cột, hoặc kết hợp. Nếu không loại bỏ được sự thay đổi khi sử dụng kỹ thuật hiệu chỉnh, phải tiến hành hiệu chuẩn mới ngay từ đầu.

10.5 Phân tích sắc ký khí

10.5.1 Mẫu chất lỏng được đưa vào máy sắc ký khí bằng cách bơm trực tiếp 0,5 µL đến 2,0 µL mẫu. Việc này được tiến hành ngay hoặc sau khi pha loãng hoặc chiết bằng dung môi thích hợp.

10.5.2 Mẫu chất rắn và bán rắn cần phải chuẩn bị theo 10.1.2, sau đó bơm 0,5 µL đến 2,0 µL dịch chiết mẫu.

CHÚ THÍCH 5: Vì các loại hợp chất khác nhau có mặt điển hình trong mẫu chất thải nguy hại hoặc được tìm kiếm điển hình trên sắc phổ đơn lẻ, các chất cản trở do cùng rửa giải có thể làm phức tạp sự nhận biết chỉ dựa trên thời gian lưu. Người phân tích cần sử dụng công cụ được nêu trong 5.1 và những hiểu biết khác để nhận biết chính xác hợp chất.



Hình 3 - Chuẩn dung môi # 2 FID/DB-1701

11 Tính toán

11.1 Nồng độ hợp chất được xác định bằng công thức sau:

$$C_{\text{samp}} = (A_{\text{samp}}/RF) \times D \quad (1)$$

Trong đó

C_{samp} là nồng độ của hợp chất trong mẫu (%);

A_{samp} là diện tích pic của hợp chất trong mẫu,

RF là hệ số đáp ứng,

D là hệ số pha loãng

$$RF = A_{\text{std}}/C_{\text{std}} \quad (2)$$

Trong đó

A_{std} là diện tích pic của hợp chất trong dung dịch chuẩn, và

C_{std} là nồng độ hợp chất trong dung dịch chuẩn (wt %).

TCVN 8965:2011

Việc tính toán này coi như thể tích bơm mẫu có thể tái lập. Hệ số pha loãng phải được áp dụng nếu mẫu hoặc lượng dung môi bổ sung được dùng để chiết mẫu. Ví dụ, nếu sử dụng CS₂, nếu 6 g CS₂ thay cho thông thường 3 g được dùng để chiết, thì hệ số pha loãng là hai phải được áp dụng cho C_{samp} vì hợp chất trong 3 g mẫu ban đầu bây giờ được pha loãng thành 6 g CS₂. Điều này cũng đúng nếu mọi bước pha loãng được thực hiện trước khi bơm mẫu trực tiếp.

CHÚ THÍCH 6: Nếu chất rắn hoặc bán rắn tan trong CS₂ hoặc M-pyrol, sử dụng hệ số pha loãng bổ sung để tính toán. Hệ số này chủ yếu được dùng cho dầu và bùn thải.

11.2 Kết quả tính được cần phải được báo cáo đến một chữ số có nghĩa với giá trị sai số 1 % hoặc nhỏ hơn, và hai chữ số có nghĩa với giá trị lớn hơn 1 %.

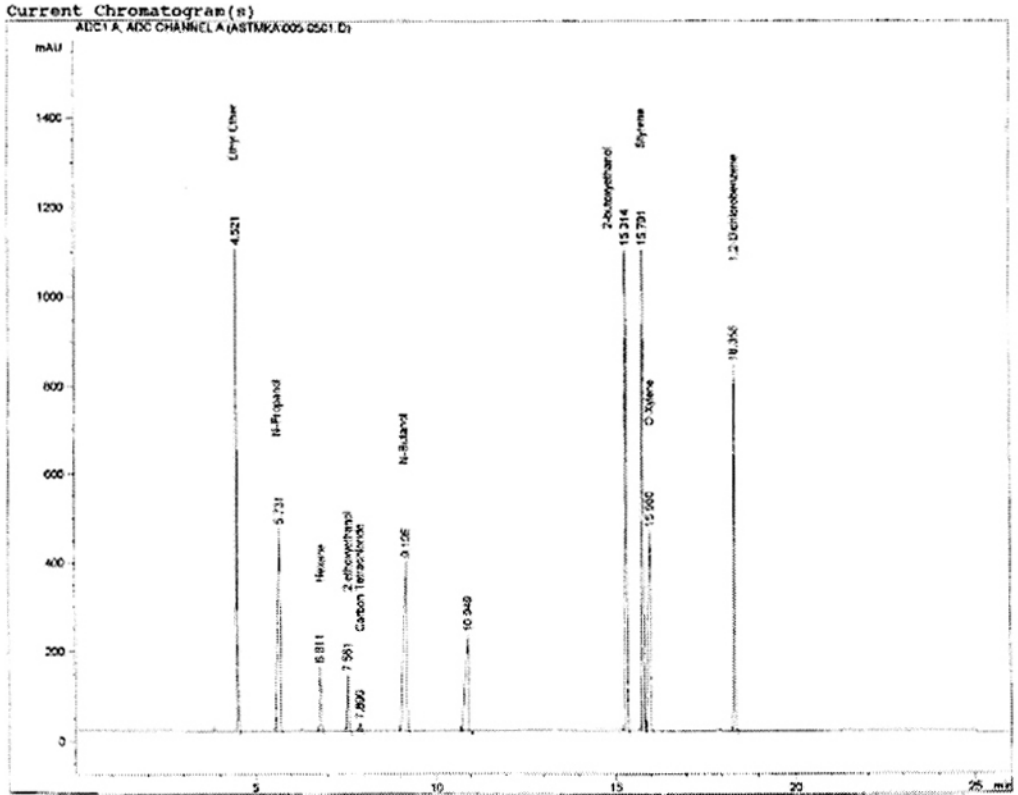
12 Kiểm soát chất lượng

12.1 Từng phòng thí nghiệm sử dụng phương pháp thử này sẽ thực hiện một chương trình kiểm soát chất lượng chính thức. Yêu cầu tối thiểu của chương trình này phải bao gồm những chứng cứ ban đầu về năng lực phòng thí nghiệm và phân tích đang tiến hành của phương pháp thử trắng, mẫu lặp và mẫu thêm chuẩn để đánh giá và lập thành tài liệu các số liệu chất lượng.

12.2 Trước khi phân tích bất kỳ mẫu nào, người phân tích phải chứng minh được thông qua phương pháp phân tích mẫu trắng, các chất cản trở đến hệ thống phân tích, bình thủy tinh và thuốc thử đã được kiểm soát. Tại từng thời điểm chuẩn bị một dãy mẫu hoặc có thay đổi trong thuốc thử, phương pháp mẫu trắng phải được tiến hành như là một biện pháp an toàn phòng ngừa nhiễm bẩn cấp tính phòng thí nghiệm. Phương pháp mẫu trắng phải được tiến hành qua tất cả các giai đoạn của quá trình chuẩn bị mẫu và đo.

12.3 Phòng thí nghiệm phải phân tích một mẫu lặp và mẫu thêm chuẩn hoặc mẫu thêm chuẩn và mẫu lặp thêm chuẩn. Việc này cho phép phòng thí nghiệm có thể đánh giá được độ chụm và độ chệch.

12.4 Định kỳ hàng tháng, mỗi phòng thí nghiệm phải chứng minh được khả năng để nhận dạng từng hợp chất tại mức báo cáo. Đối với một tín hiệu được xem xét, pic giá trị phải có tỉ số tín hiệu trên mức ồn độ lớn hơn 10.



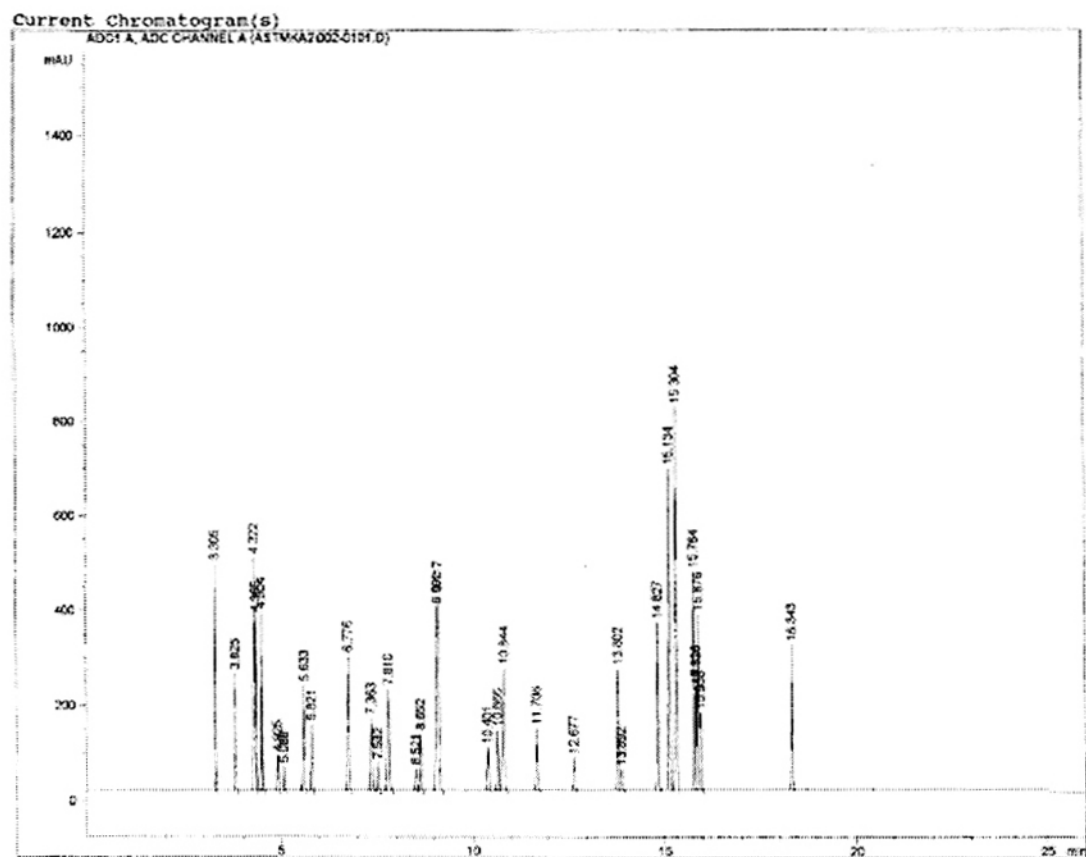
Hình 4 - Chuẩn dung môi # 3 FID/DB-1701

13 Độ chụm và độ chệch

13.1 Trừ trường hợp ngoại lệ đối với sơn thương mại, hỗn hợp sau được tổng hợp bằng trọng lượng. Cacbon disulfua là dung môi chủ yếu được dùng để chiết và pha loãng trong Bảng 1-4.

CHÚ THÍCH 7: Theo % là giá trị lý thuyết của hợp chất trong hỗn hợp được chuẩn bị bằng kỹ thuật thử vòng. Avg là giá trị trung bình được báo cáo từ tất cả các phòng thí nghiệm. % RSD là phần trăm độ lệch chuẩn tương đối giữa các phòng thí nghiệm dựa trên giá trị báo cáo. Avg. Rec. là độ thu hồi trung bình dựa trên giá trị báo cáo và giá trị lý thuyết. Số liệu độ thu hồi trung bình không được báo cáo đối với dung môi trong sơn thương mại bởi vì giá trị lý thuyết chỉ được đưa ra theo khoảng.

CHÚ THÍCH 8: Tất cả số liệu độ chụm và độ chệch được dựa trên phân tích vòng của phép thử liên phòng thí nghiệm.



Hình 5 - Chuẩn dung môi kết hợp FID/DB-1701

Bảng 1 – Dung môi trong dầu motor, phần trăm được phát hiện

Số phòng thí nghiệm	Hợp chất				
	XYL	MeCl ₂	PERC	TCA	TCE
1	1,1	3,7	3,2	62,5	2,7
2	1,7	3,9	...	69,5	...
3	0,5	2,0	1,4	39,4	...
4	2,1	4,2	2,7	76,5	2,4
5	1,2	3,0	2,7	59,7	...
6	1,3	4,0	3,0	71,1	2,5
7	1,4	3,9	3,2	67,7	2,4
8	1,7	5,1	4,1	59	3,2
9	...	4	3,3	65,9	2,9
10	1,1	4,2	5,2	37,1	2,7
11	1,8	3,5	...	50,6	...
12	1,4	4,1	3,3	59	2,3
13	1,2	3,6	2,7
<i>Theo %</i>	1,5	3,7	3,0	61,9	2,2
<i>Avg.</i>	1,4	3,8	3,2	59,8	2,6
<i>% RSD</i>	29,7	8,9	29,3	20,3	11,6
<i>Avg. Rec</i>	92	103	105	97	117

Bảng 2 – Dung môi trong sơn thương mại, phần trăm được phát hiện

Số phòng thí nghiệm	Hợp chất			
	EB	MEK	TOL	XYL
1	...	3,2	13,6	25,4
2	5,8	...	11,2	15,8
3	...	4,4	9,3	27
4	5,3	4,1	15,1	...
5	...	2,2	7,5	15,5
6	3,6	...	8,7	17,8
7	2,7	2,7	6,5	14
8	5,5	4,1	12	27,4
9	6,2	4,9	16	...
10	...	4,5	18,2	...
11	3,7	3,7	10,4	22,8
12	4,7	3,2	11,4	22,8
13	2,9	...	7,3	23,1
<i>Theo %</i>	...	3–4	10–11	23–30
<i>Avg.</i>	4,5	3,7	11,3	21
<i>% RSD</i>	28,8	23,2	31,8	25

Bảng 3 – VOC trong metanol, phần trăm được phát hiện

Số phòng thí nghiệm	Hợp chất				
	ChIBz	EB	TCA	TCE	TOL
1	...	0,36	0,35	0,39	0,4
2	0,13	0,39	0,35	0,42	0,44
3	0,3	0,3
4	0,08	0,26	0,24	0,27	0,3
5	0,2	0,23	0,23
6	0,13	0,4
7	...	0,23
8	0,1	0,3	0,28	0,32	0,35
9	0,09	0,33	0,26	0,31	0,37
<i>Theo %</i>	0,1	0,32	0,29	0,35	0,37
<i>Avg.</i>	0,11	0,32	0,28	0,32	0,34
<i>% RSD</i>	19,8	18,2	21,4	18,7	20,5
<i>Avg. Rec</i>	102	100	97	92	92

Bảng 4 – Dung môi trong dầu, phần trăm được phát hiện

Số phòng thí nghiệm	Hợp chất				
	CCl ₄	PERC	TCA	TCE	TOL
1	5,5	5,3	7,1	4,7	2,1
2	3,4	6,0	4,7	4,0	3,4
3	...	5,0	...	4,6	2,1
4	4,2	3,8	...	3,2	1,5
5	4,1	4,1	5,8	3,5	1,6
6	4,7	4,5	6,2	4,1	1,7
7	5,8	5,3	8,5	6,0	2,3
8	6,1	7,0	4,6	6,0	2,7
9	...	3,9	5,0	3,2	1,6
10	4,4	5,0	6,2	3,1	1,7
11	4,5	5,3	7,3	4,6	2,0
<i>Theo %</i>	5,1	5,1	7,2	4,6	1,9
<i>Avg.</i>	4,7	5,0	6,2	4,3	2,1
<i>% RSD</i>	18,7	18,9	21,1	24,1	27,2
<i>Avg. Rec</i>	93	98	86	93	106