

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8964:2011
ASTM D 5369 – 93**

Xuất bản lần 1

**CHẤT THẢI – PHƯƠNG PHÁP THỰC HÀNH
CHIẾT MẪU DÙNG CHO CÁC PHÉP PHÂN TÍCH HÓA HỌC
SỬ DỤNG BỘ CHIẾT SOXHLET**

*Standard practice for extraction of solid waste samples for chemical analysis
using Soxhlet extraction*

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8964:2011 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 5369–93 đã được ASTM xem xét và phê duyệt lại năm 2008 *Standard practice for extraction of solid waste sample for chemical analysis using Soxhlet extraction* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 5369–93 thuộc bản quyền ASTM quốc tế.

TCVN 8964:2011 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 – Phương pháp thực hành chiết mẫu dùng cho các phép phân tích hóa học sử dụng bộ chiết Soxhlet

Standard practice for extraction of solid waste samples for chemical analysis using Soxhlet extraction

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này mô tả quy trình chiết các hợp chất hữu cơ không bay hơi và bay hơi một phần từ các chất rắn như đất, cặn lắng, bùn, và các chất thải dạng hạt, sử dụng bộ chiết Soxhlet.

1.1.1 Mẫu này phải phù hợp để pha trộn với tác nhân làm khô mẫu, natri sunfat hoặc magie sunfat, để làm khô tất cả các bề mặt của mẫu.

1.2 Có thể áp dụng tiêu chuẩn này kết hợp với ASTM D 5368 để xác định tổng hàm lượng có thể chiết được bằng dung môi (TSEC) của đất, cặn lắng, bùn, hoặc các chất thải dạng hạt và phụ thuộc vào dung môi đã chọn để chiết.

1.3 Phương pháp này bị hạn chế đối với các dung môi có điểm sôi thấp hơn điểm sôi của nước tại áp suất khí quyển.

1.4 Phần chiết bằng dung môi thu được theo phương pháp này có thể phân tích được tổng hoặc riêng lẻ các hợp chất hữu cơ không bay hơi và bay hơi một phần, nhưng có thể cần áp dụng các quy trình làm sạch mẫu trước khi tiến hành phân tích hợp chất cụ thể.

1.4.1 Phương pháp này cung cấp các phần chiết mẫu phù hợp để phân tích bằng các kỹ thuật khác nhau như sắc ký khí ion hóa ngọn lửa (GC/FID) hoặc sắc ký khí khối phổ (GC/MS).

1.5 Phương pháp này được khuyến cáo chỉ áp dụng cho các mẫu chất rắn có thể lọt qua rây 10 mesh (kích thước lỗ sàng xấp xỉ 2 mm), hoặc chiều dày nhỏ hơn 2 mm.

1.6 Tiêu chuẩn này không đề cập đến các quy tắc an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm lập ra các quy định thích hợp về an toàn và sức khỏe, đồng thời phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng. Xem Điều 9 đối với các phòng ngừa cụ thể.

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 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).

ASTM D 75, *Practice for sampling aggregates (Thực hành đối với các tập hợp lấy mẫu)*

ASTM D 420, *Guide to site characterization for engineering design and construction purposes (Hướng dẫn đặc điểm vị trí cho thiết kế kỹ thuật và các mục đích xây dựng)*

ASTM D 2234/ D 2234M, *Practice for collection of a gross sample of coal (Thực hành cho việc thu thập mẫu gộp của than)*

ASTM D 2910, *Method for removal of organic matter from water by activated carbon absorption (Phương pháp loại bỏ chất hữu cơ từ nước bằng hấp thụ cacbon hoạt tính)*

ASTM D 3086, *Test method for organochlorine pesticides in water (Phương pháp thử đối với thuốc trừ sâu clo hữu cơ trong nước)*

ASTM D 3694, *Practice for preparation of sample containers and for preservation of organic constituents (Thực hành chuẩn bị các vật chứa mẫu và bảo quản các thành phần hữu cơ)*

ASTM D 3975, *Practice for development and use (preparation) of samples for collaborative testing of methods for analysis of sediments (Thực hành xây dựng và sử dụng (chuẩn bị) các mẫu để thử nghiệm hợp tác các phương pháp phân tích cặn lắng)*

ASTM D 3976, *Practice for preparation of sediment samples for chemical analysis (Thực hành chuẩn bị các mẫu cặn lắng dùng cho các phép phân tích hóa học)*

ASTM D 4281, *Test method for oil and grease (fluorocarbon extractable substances) by gravimetric determination (Phương pháp thử cho dầu và mỡ (các chất chiết fluorocarbon) bằng cách xác định trọng lượng)*

ASTM D 5368, *Test method for gravimetric determination of total solvent extractable content (TSEC) of solid waste samples (Phương pháp thử xác định trọng lượng tổng hàm lượng có thể chiết được bằng dung môi chiết (TSEC) của các mẫu chất thải rắn)*

ASTM E 122, *Practice for calculating sample size to estimate, with specified precision, the average for a characteristic of a lot or process (Thực hành tính kích cỡ mẫu để ước tính, với độ chính xác quy định, giá trị trung bình đối với một đặc tính của một lô hoặc quá trình)*

EPA SW 846, *Method 3540 Soxhlet extraction, Test methods for evaluating solid waste, Physical/Chemical Methods SW 846, Third edition (Phương pháp 3540 Bộ chiết Soxhlet, Phương pháp thử để đánh giá chất thải rắn)*

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1

GC

Sắc ký khí

3.2

GC/MS

Sắc ký khí khối phổ

3.3

TSEC

Tổng hàm lượng có thể chiết được bằng dung môi. Tổng hàm lượng theo khối lượng (w/w) của các vật liệu hữu cơ chiết được từ đất hoặc chất thải rắn bằng dung môi đã chọn.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Mẫu được trộn với natri sunfat hoặc magie sunfat, rồi đặt trong ống bao mẫu, và được chiết bằng cách sử dụng dung môi thích hợp trong bộ chiết Soxhlet trong khoảng thời gian từ 15 h đến 20 h. Để biết thêm thông tin, xem ASTM D 4281. Thời gian cần thiết có thể dài hơn hoặc ngắn hơn khoảng thời gian quy định, với điều kiện là thời gian chiết đã chọn được chứng minh là thích hợp đối với các hợp chất và nền mẫu quan tâm.

4.2 Phần chiết bằng dung môi có thể được tiếp tục xử lý bằng cách sử dụng các kỹ thuật làm sạch mẫu và có thể được phân tích áp dụng các phương pháp dụng cụ cho các hợp chất hữu cơ cụ thể không bay hơi hoặc bay hơi một phần. Phương pháp này không bao gồm các phương pháp làm sạch phần chiết mẫu.

5 Ý nghĩa và ứng dụng

5.1 Phương pháp này đưa ra một quy trình chung để chiết bằng dung môi các chất hữu cơ từ đất, cặn lắng, bùn, và chất thải rắn hạt mịn. Phương pháp này có thể sử dụng như bước đầu tiên trong quá trình chiết bằng dung môi các thành phần hữu cơ từ các vật liệu thải nhằm mục đích định lượng các thành phần hữu cơ được chiết. Khi sử dụng dung môi chiết thích hợp, thì có thể áp dụng quy trình này để xác định tổng hàm lượng có thể chiết bằng dung môi (TSEC) của mẫu. Việc chiết các hợp chất hữu cơ không bay hơi hoặc bay hơi một phần từ chất thải rắn nêu trên phải sử dụng các dung môi nêu trong Bảng 1 hoặc EPA SW 846 Phương pháp 3540.

5.2 Giới hạn phát hiện, dải nồng độ tuyến tính, và độ nhạy của phương pháp phân tích hợp chất hữu cơ cụ thể sẽ phụ thuộc vào phương pháp dụng cụ và cũng phụ thuộc vào phương pháp làm sạch mẫu

và nồng độ dung môi đã sử dụng. Các giới hạn phát hiện điển hình có thể đạt được đối với GC hoặc GC/MS nằm trong phạm vi phần triệu và dưới phần triệu.

5.2.1 Giới hạn phát hiện của phương pháp có thể được điều chỉnh bằng việc thay đổi thể tích phần chiết được sử dụng và bổ sung việc làm sạch mẫu trước khi phân tích.

5.3 Bộ chiết Soxhlet có ưu điểm khi phân tích chất thải rắn và đất/chất thải hỗn hợp dạng nhũ tương với các kỹ thuật chiết trộn dung môi nghiêm ngặt hơn.

Bảng 1 – Các ứng dụng được lựa chọn của bộ chiết Soxhlet dùng để chiết các chất hữu cơ từ các nền mẫu chất rắn

Nền mẫu	Dung môi	Các thành phần hoặc các hợp chất	Thời gian chiết, h (chu kỳ)	Tham khảo
(1) Cặn lắng	1,1,1-trichloro-1,2,2-trifluoroetan (Freon)	Dầu và dầu bôi trơn	4 (80)	(1) ^A Plumb (1983)
(2) Bùn và các vật liệu tương tự	1,1,1-trichloro-1,2,2-trifluoroethane (Freon)	Dầu và dầu bôi trơn	4 (80)	(2) Standard Methods
(3) Bùn từ nước cống/nước thải	Hexan sau đó metanol	Tổng C hữu cơ trong dầu, dầu bôi trơn, mỡ	24	(3) Strachan (1983)
(4) Chất rắn lơ lửng của nước thải đô thị và than hoạt tính	Hexan/diclorometan	Chất gây ô nhiễm ưu tiên dễ bay hơi một phần	24 (480)	(4) Harrold (1982)
(5) Đất và bụi trong nhà	Axeton/hexan(1:1)	Thuốc trừ sâu clo hữu cơ	5 (60)	(5) EPA (1980)
(6) Cặn lắng	Diclorometan	Phenol	8	(6) Goldberg (1980)
(7) Đất	a) axeton/n-hexan(1:1) b) axetonitril c) 2-propanol/n-hexan(1:1)	Aldrin, dieldrin Aldrin, dieldrin Aldrin, dieldrin	12 (554) 14 (47) 18 (108)	(7) Chiba (1968)
(8) Đất	Clorofom/metanol(1:1) (các dung môi khác cũng được nghiên cứu)	Dieldrin	8 (160)	(8) Saha (1969)
(9) Các hạt bụi trong không khí	Metanol (cyclohexan cũng được nghiên cứu)	Tổng các chất hữu cơ	2	(9) Hill (1977)
(10) Các hạt bụi trong không khí	Benzen	PAHs được chọn	4-6	(10) Pierce (1975)
(11) Các hạt bụi trong không khí	Nhiều dung môi được nghiên cứu	PAHs được chọn	6	(11) Stanley (1967)
(12) Các hạt sol khí lò than	Benzen	PAHs được chọn	2 (18-20)	(12) Broddin (1977)
(13) Các hạt sol khí nhân tạo	Metanol/benzen Metanol/benzen Metanol/benzen Metanol Benzen	PAHs được chọn Phtalat được chọn Hợp chất béo được chọn Chất thơm nitrogen được chọn Chất thơm nitrogen được chọn	8 (80) 16 (160) 2 (20) 4 (40) 2 (20)	(13) Cautreels (1976)
(14) Cacbon hoạt tính	Clorofom Clorofom/etanol	Phenol Tổng các chất hữu cơ	44 (440)	(14) Pahl (1973) (15) Buelow (1973)
(15) Bộ lọc sợi thủy tinh	26 dung môi và 24 hỗn hợp đôi	Tổng cacbon hữu cơ	6	(16) Grosjean (1975)
(16) Cặn lắng bề mặt	Metanol sau đó diclorometan	Tổng hydrocarbon dầu	48 (160)	(17) Sporstol (1985)
(17) Cặn lắng đáy	Hexan/axeton/isooctan	Benzen clo hóa	18	(18) Onuska (1985)
(18) Các hạt có ý nghĩa về mặt môi trường	Benzen	Dioxin clo hóa	16	(19) Lamparski (1980)
(19) Đất	Hexan/axeton/metanol	DDT	12	(20) Nash (1972)

^A Các số in đậm trong ngoặc đơn tham chiếu theo danh mục Tài liệu tham khảo

6 Cản trở

6.1 Các dung môi, thuốc thử, dụng cụ thủy tinh, và phần cứng xử lý mẫu khác có thể sinh ra các vật rời rạc hoặc các đường nền cao lên, gây hiểu sai các phân tích tiếp theo. Tất cả các vật liệu này phải được chứng minh là không gây cản trở dưới các điều kiện của phép phân tích tiếp theo. Yêu cầu thực hiện việc lựa chọn các thuốc thử cụ thể hoặc lọc các dung môi bằng cách chưng cất tất cả trong hệ thống thủy tinh, hoặc cả hai, khi phân tích hợp chất hữu cơ sau khi chiết suất.

6.1.1 Dụng cụ thủy tinh cần phải làm sạch bằng cách rửa bằng chất tẩy rửa hoặc dung dịch làm sạch không chứa crôm, trước tiên súc rửa bằng nước vòi, sau đó bằng nước có cấp độ thuốc thử, tiếp sau bằng axeton chưng cất lại, và cuối cùng bằng dung môi chất lượng thuốc thử sâu (tức là dung môi sử dụng để chiết). Nếu loại và kích thước của dụng cụ thủy tinh cho phép, thì có thể làm sạch bằng cách sấy trong lò nung tại 400 °C trong khoảng từ 15 min đến 30 min. Hoặc cách khác, có thể sấy dụng cụ thủy tinh trong lò tại 103 °C trong ít nhất 1 h, sau khi súc rửa bằng dung môi và tháo ra. Dụng cụ thủy tinh để đo thể tích không được sấy trong lò nung.

6.1.2 Chất dẻo, trừ PTFE-florua cacbon, có thể là nguồn gây cản trở nghiêm trọng, đặc biệt khi các thành phần hữu cơ cụ thể là các thành phần phân tích đang quan tâm. Phải tránh sử dụng chúng. Các mẫu được gom trong các bình thủy tinh có nút lót PTFE-florua cacbon. Hoặc cách khác, nút có thể được lót bằng lá nhôm đã làm sạch khi độ pH của mẫu gần trung tính và hàm lượng muối của mẫu thấp. Để giảm thiểu tối đa khả năng nhiễm bẩn của các vật chứa mẫu sau khi làm sạch, các vật chứa này cần được làm sạch ngay trước khi sử dụng và được đậy/bịt kín lại. Nên tráng dụng cụ thủy tinh bằng dung môi chiết ngay trước khi sử dụng.

6.2 Mẫu trắng chiết Soxhlet và phân tích cần được thực hiện để xác định dung môi, chất/tác nhân làm khô, và nền của thiết bị. Nếu cần, ống bọc thủy tinh (hoặc giấy) và bông thủy tinh phải được ngâm chiết bằng dung môi trước khi sử dụng để giảm thiểu tối đa sự nhiễm bẩn. Các mẫu trắng sử dụng trong phương pháp phải có nồng độ ít hơn 20 % so với nồng độ tối thiểu cần báo cáo. (Các) mẫu trắng sử dụng trong phương pháp phải được báo cáo cùng với các dữ liệu của phương pháp.

6.3 Nền TSEC tương đối cao (> 20 % TSEC tối thiểu quan tâm) có thể là kết quả từ việc hòa tan natri sunphat hoặc các chất làm khô khác trong dung môi chiết. Điều này sẽ ngăn cản các ứng dụng của phương pháp này đối với việc xác định TSEC.

6.4 Tạp chất trong dung môi chiết hoặc nền TSEC có thể là nguồn cản trở. Các mẫu dung môi trắng cần phải được phân tích với từng bình dung môi mới. Bất cứ khi nào nền TSEC cao, hoặc các hợp chất gây cản trở là bắt nguồn từ dung môi đó, thì phải lấy nguồn dung môi mới. Hoặc cách khác, tạp chất luôn luôn có thể được loại bỏ bằng cách chưng cất trong dụng cụ thủy tinh.

6.5 Nếu thấy có sự cản trở của hợp chất hữu cơ trong natri sunphat khan hoặc magie sunphat khan, thì các chất làm khô này có thể được súc rửa bằng dung môi chiết tinh khiết, hoặc cách khác, được chiết bằng bộ chiết Soxhlet, tiếp theo sấy bằng lò.

TCVN 8964:2011

6.6 Các thành phần vô cơ chiết được từ chất thải bằng dung môi chiết này sẽ gây cản trở rõ ràng khi xác định TSEC. Mức độ cản trở này phải được các nhà phân tích xác định trong từng trường hợp cơ bản.

6.7 Khi phân tích hợp chất hữu cơ cụ thể đang quan tâm, các sự cản trở nền có thể sinh ra bởi các hợp chất cũng bị chiết từ mẫu (nhưng không quan tâm). Mức độ cản trở nền như vậy sẽ thay đổi đáng kể tùy thuộc vào mẫu và phương pháp dụng cụ được sử dụng. Các sự cản trở nền có thể giảm đi bằng cách lựa chọn đúng dung môi chiết, hoặc cách khác, bằng cách sử dụng kỹ thuật làm sạch phần chiết sau chiết bằng Soxhlet.

7 Lựa chọn dung môi chiết

7.1 Việc lựa chọn dung môi chiết phụ thuộc vào nhiều yếu tố, bao gồm các yếu tố sau (xem Bảng 1 về các ứng dụng được lựa chọn):

7.1.1 Điểm sôi của dung môi.

7.1.2 Điểm sôi của các hợp chất hoặc loại các hợp chất quan tâm.

7.1.3 Xu hướng của dung môi và nền mẫu tạo thành các dạng nhũ tương.

7.1.4 Độ bền của dung môi (đó là độ phân cực, khả năng hòa tan của các hợp chất quan tâm).

7.1.5 An toàn khi sử dụng dung môi (đó là tính độc hại, khả năng dễ cháy).

7.1.6 Độ tinh khiết của dung môi.

7.1.7 Khả năng tương thích của dung môi với thiết bị phân tích.

7.2 Người phân tích cần phải chứng minh sự thu hồi bằng cách sử dụng quy trình thêm chuẩn vào nền mẫu quan tâm trước khi sử dụng quy trình này.

7.3 Vì việc chiết được thực hiện ở nhiệt độ gần với điểm sôi của dung môi cho toàn bộ giai đoạn chiết, nên người phân tích phải đảm bảo rằng các chất tan không ổn định nhiệt và dễ bay hơi mà có thể được quan tâm là các chất ổn định và có thể thu hồi bằng phương pháp này. Các phần cất dễ sôi cũng có thể bị thất thoát trong các giai đoạn bay hơi dung môi khi nồng độ dung môi Kuderna-Danish được thực hiện hoặc khi TSEC được xác định trọng lượng sau khi bay hơi dung môi.

7.4 Tốc độ và hiệu suất chiết của quá trình chiết bằng Soxhlet không chỉ là hàm số về khả năng hòa tan của các thành phần quan tâm trong dung môi so với nền mẫu, mà còn liên quan đến quá trình hòa tan. Điều này phụ thuộc vào việc dung môi dễ dàng thấm vào nền mẫu chất rắn. Các hạt mịn được chiết dễ dàng hơn các hạt lớn vì chúng có diện tích bề mặt nhiều hơn. Do đó bản chất hạt của mẫu phải được đánh giá và lập thành tài liệu.

7.5 Trong nhiều trường hợp hiệu suất chiết của các thành phần quan tâm trong suốt khoảng thời gian chiết là ít hơn 100 %, hiệu suất của quá trình chiết dùng dung môi phụ thuộc nhiều vào việc kiểm soát các điều kiện trong quá trình chiết Soxhlet. Hiệu suất chiết sẽ phụ thuộc vào ảnh hưởng kết hợp của

dung môi cụ thể được sử dụng, nhiệt độ mà tại đó quá trình chiết xảy ra, thời gian chu kỳ cho các thiết bị Soxhlet, và tổng thời gian chiết. Do đó tốc độ và thời gian chiết phải được kiểm soát chặt chẽ.

8 Thiết bị, dụng cụ

8.1 Các thiết bị dụng cụ chiết Soxhlet bao gồm bình chiết Soxhlet, ống sinh hàn Allihn, và bình cầu đáy tròn 500 ml.

8.1.1 Ống sinh hàn Allihn, đáy dạng côn chuẩn khớp nối 45/50.

8.1.2 Bình cầu, đáy phẳng, dạng côn chuẩn khớp nối 24/40.

8.1.3 Bình chiết Soxhlet, 85 ml, đỉnh dạng côn chuẩn khớp nối 45/50, đáy dạng côn chuẩn khớp nối 24/40.

8.2 Ống bọc thủy tinh hoặc giấy hoặc bông thủy tinh để giữ lại mẫu trong bộ chiết Soxhlet. Dụng cụ này là loại thoát nước tự do và có thể phải làm sạch trước khi sử dụng. Để làm sạch ống bọc tiến hành chiết sơ bộ chúng với dung môi được sử dụng để chiết mẫu.

8.3 Các hạt sỏi, hạt thủy tinh, hoặc đá sỏi PTFE-fluorua cacbon, khoảng 10/40 mesh. Các hạt sỏi và hạt thủy tinh có thể được làm sạch bằng cách đun tại 400 °C trong 30 min. Hoặc cách khác, chiết Soxhlet bằng cùng loại dung môi như sử dụng để chiết mẫu.

8.4 Nguồn nhiệt, có khả năng làm nóng bộ Soxhlet để đạt được 10 chu kỳ dung môi mỗi giờ. Hầu hết các bếp đun bình cầu thương mại bán sẵn là phù hợp.

8.5 Bình ngưng Kuderna-Danish, được lắp với ống cô bay hơi có chia vạch.

8.5.1 Bình thu chất ngưng Kuderna-Danish, 10 ml có chia vạch. Đậy bằng nắp kính mờ để ngăn sự bay hơi của các chất chiết.

8.5.2 Bình bay hơi Kuderna-Danish, 500 ml, gắn liền với ống ngưng có ống xoắn.

8.5.3 Cột Snyder Kuderna-Danish, 40 ml, gắn liền với ống ngưng có ống xoắn.

8.5.4 Bình bay hơi Kuderna-Danish, loại ba-bóng to.

8.5.5 Bình bay hơi Kuderna-Danish, loại hai-bóng to.

8.6 Bể nước dùng cho Kuderna-Danish, được gia nhiệt bằng một dây mai so đồng tâm cách điện, có khả năng kiểm soát nhiệt độ (± 2 °C). Bể phải được sử dụng trong tủ hút.

8.7 Cột sắc ký, làm bằng borosilicat, đường kính trong bằng 20 mm, chiều dài xấp xỉ bằng 400 mm, có tấm thủy tinh thô dưới đáy và pha cứng thích hợp.

8.8 Tấm trải không thấm nước làm bằng vật liệu mềm phủ PTFE-fluorua cacbon, khoảng 2 ft², dùng để trộn mẫu, chia tư và chuẩn bị mẫu.

8.9 Các dụng cụ bằng thép không gỉ phủ PTFE-fluorua cacbon, hoặc bằng vật liệu thích hợp khác để xử lý và trộn mẫu (đó là xẻng, bay trộn, thìa v.v...).

8.10 Rây bằng đồng thau hoặc thép không gỉ, 10 mesh.

9 Thuốc thử và vật liệu

9.1 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.

9.2 Chọn dung môi chiết phải tương thích với nền và các hợp chất đang xét. Sự lựa chọn phụ thuộc vào các tính chất hóa học của các thành phần hữu cơ đang xét và nền đang được chiết. Thư mục tham khảo đối với dung môi sử dụng cho các chiết Soxhlet được nêu tại Bảng 1.

9.3 Khi tiến hành phân tích các hợp chất hữu cơ cụ thể, khuyến cáo sử dụng các dung môi loại thuốc trừ sâu (chưng cất trong dụng cụ thủy tinh). Nói chung, dung môi trắng cho TSEC hoặc cho hợp chất cụ thể đang xét phải nhỏ hơn 20 % so với nồng độ báo cáo thấp nhất yêu cầu đối với phép phân tích.

9.4 Natri sunfat (Na_2SO_4) hoặc magie sunfat (MgSO_4), cấp thuốc thử, dạng hạt, khan, được chuẩn bị bằng cách nung tại nhiệt độ 400 °C tối thiểu trong vòng 4 h, trong khay nông để loại bỏ các chất hữu cơ gây cản trở.

10 Các biện pháp phòng ngừa

10.1 Một số dung môi (ví dụ benzen, clorofom, và cacbon tetraclorea) được coi là tác nhân gây ung thư cho người và các chất này phải được bảo quản theo cách phù hợp.

10.2 Các peroxit gây nổ có xu hướng hình thành trong các dung môi khác. Các biện pháp thuận tiện kiểm tra sự hiện diện các peroxit là thực hiện với giấy thử Quant E.M.

10.3 Bắt buộc sử dụng các tủ hút khói đối với các dung môi độc hại và bay hơi.

10.4 Các dung môi dễ cháy phải được bảo quản cách xa nguồn nhiệt, tia lửa, hoặc ngọn lửa. Tránh tạo các nút hơi và loại trừ tất cả các nguồn bất lửa, đặc biệt là các bếp điện và thiết bị điện không có bộ phận chống nổ. Đậy kín các vật chứa mẫu. Đảm bảo điều kiện thông thoáng tốt. Bảo quản lượng dung môi lớn trong các vật chứa an toàn. Chỉ xuất một lượng đủ sử dụng cho một ngày và bảo quản trong vật chứa có nắp đậy kín.

10.5 Tránh hít thở lâu hơi và sương và tránh để da tiếp xúc lâu và nhiều lần với bất kỳ loại dung môi hữu cơ nào. Tham khảo các hướng dẫn bảo quản và các biện pháp phòng ngừa qui định tại Tờ rơi về Số liệu An toàn của Vật liệu.

10.6 Các mẫu có mùi, có các vật liệu bay hơi hoặc cho là dễ bay hơi thì phải được xử lý trong điều kiện có tủ hút khói.

10.7 Các mẫu đã biết hoặc nghi ngờ có chứa các chất độc hại hoặc nguy hiểm phải được xử lý trong điều kiện có tủ hút khói. Các thông tin về an toàn liên quan đến bảo quản các vật liệu đã biết là độc hại phải được chú ý trước bất kỳ quá trình xử lý mẫu nào.

11 Mẫu và chuẩn bị mẫu

11.1 Trong trường hợp lấy mẫu đại diện của chất thải hoặc đất được thử của các ngành công nghiệp đặc thù theo các phương pháp ASTM (Xem các phương pháp ASTM D 75, ASTM D 420, ASTM D 2910, ASTM D 3694, và ASTM D 3975, và các phương pháp thử ASTM D 2234/ ASTM D 2234M).

11.2 Khi không có sẵn các phương pháp riêng, sử dụng phương pháp luận lấy mẫu đối với các vật liệu có dạng vật lý tương tự.

11.3 Xác định cỡ mẫu tối thiểu để tập hợp và phân phối cho phòng thử nghiệm theo ASTM E 122.

11.4 Trước khi tiến hành thử nghiệm, bảo quản các mẫu trong các vật chứa kín thích hợp cho từng loại mẫu. Lưu các mẫu hoạt tính về mặt sinh học ở 4 °C và bắt đầu chiết trong 8 h kể từ khi nhận mẫu.

11.5 Mô tả mẫu thử thành tài liệu, bao gồm các đặc tính dạng hạt, cần mô tả càng kỹ càng tốt hoặc có thể xác định bằng cách quan sát.

11.6 Không sử dụng các vật liệu hữu cơ như cao su hoặc chất dẻo khác trừ PTFE-fluorocarbon sạch khi bảo quản hoặc xử lý mẫu.

11.7 Chuẩn bị các mẫu cặn và đất theo hướng dẫn tại tiêu chuẩn ASTM D 3976. Tiêu chuẩn này bao gồm các qui trình xác định hàm lượng ẩm của mẫu, cho phép báo cáo các kết quả cuối cùng trên cơ sở khô hoặc ẩm, tùy theo.

11.8 Có thể sàng mẫu để loại bỏ các vật lạ trước khi chuẩn bị hoặc đồng nhất mẫu đối với các phép phân tích hóa. Các vật lạ được loại bỏ theo phương pháp cơ học.

11.9 Đối với các chất thải có nguồn gốc hiện trường hoặc các vật đúc khuôn trong phòng thử nghiệm, cắt phần mẫu đại diện theo chiều dọc có khối lượng xấp xỉ 100 g để chiết, cộng thêm các mẫu bổ sung cần thiết để xác định hàm lượng chất rắn hoặc các tính chất vật lý khác. Nếu vật liệu không thể nghiền được thành các hạt mịn, thì không phù hợp với bộ chiết Soxhlet.

11.10 Đối với các chất thải dạng hạt chảy tự do, chuẩn bị mẫu theo cỡ qui định bằng cách chia tư trên tám trái làm bằng vật liệu PTFE-fluorocarbon hoặc phủ bằng vật liệu PTFE-fluorocarbon, vật liệu này đã được chứng minh là không nhiễm bẩn, chuẩn bị như sau:

11.10.1 Đổ hết mẫu trong vật chứa lên giữa tám trái.

11.10.2 Dàn phẳng mẫu nhẹ nhàng bằng dụng cụ phù hợp cho đến khi được trải đều theo chiều dày thích hợp với kích thước hạt của mẫu.

11.10.3 Trộn lại mẫu bằng cách nâng một góc tám trái và kéo sang góc đối diện, bằng cách đó vật liệu sẽ được lăn tròn tròn và không chỉ trượt dọc về phía trước. Tiếp tục làm như vậy cho từng góc, tiến hành lần lượt theo chiều kim đồng hồ. Lặp lại thao tác này mười lần.

11.10.4 Túm tất cả bốn góc của tấm trải lên hướng chụm vào tâm, và giữ bốn góc chụm lại, nâng toàn bộ tấm trải lên cao để tạo thành túi mẫu.

11.10.5 Lập lại thao tác 11.10.2.

11.10.6 Dùng dụng cụ dàn phẳng góc cho đến khi lượng mẫu được trải phẳng đều (ví dụ như thước có mép mỏng) rồi nhẹ nhàng chia mẫu thành bốn phần.

11.10.7 Bỏ các phần tư đối diện.

11.10.8 Nếu cần giảm tiếp cỡ mẫu, thì lập lại các thao tác từ 11.10.3 đến 11.10.7. Cỡ mẫu tối thiểu tương đương bằng 5 g khối lượng khô, đây là lượng được khuyến nghị dùng cho mỗi lần chiết Soxhlet. Cỡ mẫu chính xác dùng để chiết Soxhlet phải được ghi lại.

11.11 **Rây mẫu:** Mẫu phân tích dùng cho bộ chiết Soxhlet được xác định là loại vật liệu lọt qua rây 10 mesh (kích thước lỗ xấp xỉ 2 mm). Có thể dùng rây bằng đồng thau hoặc bằng thép không gỉ. Các vật liệu mà không sàng được, nhưng có chiều dày nhỏ hơn 2 mm (tức là vật liệu sau khi làm khô theo 12.3 và nghiền theo 12.4) hoặc nếu vật liệu là loại thấm thấu bằng dung môi chiết, thì vẫn có thể được chiết bằng Soxhlet. Vật liệu này phải là loại phù hợp để trộn với tác nhân làm khô mẫu, natri sulfat hoặc magie sulfat, để làm khô tất cả các bề mặt mẫu.

11.11.1 Nếu mục đích của việc chiết là để đo các hợp chất cụ thể, thì phải thực hiện phép thử thu hồi để chứng minh tính hiệu quả của việc xử lý và các bước rây mẫu (hoặc có thể bỏ qua các bước này).

11.11.2 Nếu được, thì có thể rây các mẫu khô mà không cần các bước xử lý sơ bộ tiếp theo.

11.11.3 Khuấy kỹ các mẫu ẩm để đồng nhất phần lỏng càng nhiều càng tốt, như vậy sẽ thuận tiện việc rây ẩm tiếp theo.

11.11.4 Cho mẫu ẩm, tốt nhất là dạng vữa, lọt qua rây. Có thể dùng đáy bình Erlenmeyer có kích thước phù hợp để xoa ép nhẹ lên mẫu chất thải để lọt qua rây. Dùng tay nhặt bỏ các vật to không lọt qua rây gây ảnh hưởng thao tác rây. Các vật này được coi là không phù hợp cho bộ chiết Soxhlet.

11.11.5 Trộn vật liệu đã sàng bằng cách khuấy đều, để yên cho lắng sau đó gạn bỏ phần nước phía trên. Có thể sử dụng biện pháp ly tâm để dễ tạo sự tách giữa pha lỏng và pha rắn.

12 Cách tiến hành

12.1 Gạn phần lỏng từ mẫu đã sàng và lắng. Giữ lại phần lỏng nếu yêu cầu phép phân tích tách riêng.

12.2 Trộn từ 10 g đến 15 g mẫu chất rắn đã đồng nhất, "như khi nhận" từ 12.1 với lượng natri sulfat hoặc magie sulfat khan tương đương trong cốc thủy tinh 150 ml. Cho từ từ tác nhân làm khô đồng thời thao tác khuấy liên tục và tiếp tục khuấy cho đến khi tạo thành bột khô hoặc hạt khô.

12.3 Để yên hỗn hợp này từ 15 min đến 30 min đến khi rắn hóa. Nếu cần có thể cho thêm tác nhân làm khô để mẫu có biểu hiện khô.

12.4 Lấy vật liệu đã rắn hóa ra và nghiền trong cối thủy tinh hoặc sứ.

12.5 Đặt mẫu đã nghiền trong ống bao mẫu có kích thước phù hợp. Ống này phải nhỏ hơn cao hơn nhánh xi phông của bộ Soxhlet. Cho hỗn hợp mẫu đủ sao cho khối lượng khô được ít nhất 5 g để chiết. Nếu phát hiện mẫu tan rã hoặc nổi, thì đập bằng nút bông thủy tinh, mà trước đó đã được ngâm chiết bằng dung môi. Bông thủy tinh này cũng sẽ trợ giúp việc phân phối dung môi ngưng tụ phía trên mẫu. Đặt ống bao mẫu vào bộ chiết.

12.6 Cho 275 ml dung môi chiết vào bình nón đáy tròn có chứa các hạt sỏi, hạt thủy tinh, hoặc các viên PTFE-florua cacbon, và nối bình với bộ chiết. Bắt đầu cho dòng nước chảy qua bộ ngưng lạnh.

12.7 Gia nhiệt đều dung môi để đạt đến điểm sôi của nó. Hơi dung môi sẽ ngưng và nhỏ giọt vào ống lót. Tốc độ chiết sẽ khác nhau tùy thuộc vào việc điều chỉnh lượng nhiệt cấp. Khi ống chiết đầy đến đỉnh ống nhánh, xi phông thì dung môi sẽ tự động tháo trả lại vào bình đun sôi. Điều chỉnh nhiệt đến khi đạt một chu kỳ tháo hết ra là sáu phút (tức là mười chu kỳ mỗi giờ).

12.8 Chiết mẫu trong khoảng từ 15 h đến 20 h. Thời gian chiết có thể ngắn hơn hoặc dài hơn, miễn là thời gian đã chọn để chiết được chứng minh là phù hợp (ít nhất là 80 % nồng độ thường được chiết trong khoảng thời gian từ 15 h đến 20 h trên nền mẫu đang quan tâm).

12.9 Tắt nguồn nhiệt và để nguội phần chiết. Súc rửa bộ ngưng ba lần, mỗi lần rửa bằng 5 ml dung môi chiết và xả bộ chiết Soxhlet vào ống đong thủy tinh có chia vạch loại 500 ml. Ghi lại thể tích dung môi đã thu hồi.

12.10 Lọc và làm khô phần chiết bằng cách cho qua cột có đường kính trong bằng 20 mm, trong cột chứa 10 cm natri sulfat đã rửa trước bằng dung môi chiết. Gom chất rửa giải vào bình chứa thủy tinh 500 ml có chia vạch. Rửa cột natri sulfat bằng 25 ml dung môi chiết và cho vào bình có chia vạch. Pha loãng phần chiết với dung môi đến chính xác 300 ml.

12.11 Sử dụng một phần của dung dịch từ 12.10, xác định TSEC của mẫu áp dụng phương pháp TSEC A, B hoặc C theo tiêu chuẩn ASTM D 5368.

12.12 Nếu lượng dư lại của phần chiết nhỏ hơn 500 $\mu\text{g/g}$ (tính theo chất rắn gốc từ ban đầu), sử dụng thiết bị Kuderna-Danish để ngưng phần chiết có dung môi trước bất kỳ phép phân tích nào (xem 12.13).

12.13 Cho phần chiết dung môi vào bình ngưng Kuderna-Danish đã lắp với bình hứng chia vạch 10 ml. Cho một hoặc hai hạt sỏi hoặc viên PTFE-florua cacbon vào bình này và gắn vào cột Snyder ba bóng. Thấm ướt trước cột Snyder bằng cách cho khoảng 1 ml dung môi vào phía trên đỉnh cột. Đặt thiết bị Kuderna-Danish trên bề hơi nước hoặc bề nước nóng trong tủ hút khí, sao cho ống ngưng và toàn bộ bề mặt xung quanh bình được nằm trong hơi hoặc nước nóng. Điều chỉnh vị trí thẳng đứng của thiết bị và nhiệt độ nước theo yêu cầu để hoàn tất việc ngưng trong khoảng từ 15 min đến 20 min. Tại tốc độ thích hợp của quá trình chưng cất các viên bi của cột sẽ kêu lạch cạch, nhưng khoang cột sẽ không cho dung môi đã ngưng tràn vào. Khi thể tích biểu kiến của chất lỏng đạt được từ 1 ml đến 3 ml, thì tháo thiết bị Kuderna-Danish ra và xả cho cạn trong khoảng ít nhất 10 min trong quá trình làm mát.

TCVN 8964:2011

12.14 Rửa thiết bị Kuderna-Danish bằng 2 ml đến 4 ml dung môi. Lấy bình và cột Snyder ra và điều chỉnh thể tích mẫu đến 10,0 ml bằng dung môi.

12.15 Nếu cần, đo lượng TSEC của mẫu bằng cách sử dụng phương pháp TSEC A hoặc B theo ASTM D 5368. Tiến hành bằng phương pháp dụng cụ hoặc nếu cần thì tiếp tục làm sạch mẫu.

12.16 Nếu cần thiết để đáp ứng các yêu cầu về độ nhạy đối với phương pháp dụng cụ được dùng thì phần chiết có thể làm cô đặc hơn 10 lần trong bình hứng Kuderna-Danish.

12.16.1 Treo bình hứng có chia vạch trong cốc thử chứa nước ấm, bể gia nhiệt, hoặc khối gia nhiệt ở nhiệt độ từ 10 °C đến 20 °C dưới điểm sôi của dung môi. Trợ giúp sự bay hơi dung môi bằng cách cho dòng khí nitơ nhẹ (chất lượng được làm tinh khiết trước hoặc tốt hơn) thổi qua phần chiết bằng pipet Pasteur loại dùng một lần (tức là nitơ thổi xuống) ^[7]. Sử dụng ống thủy tinh, kim loại hoặc PTTE-fluorocacbon và các pipet thủy tinh đối với nitơ, và sử dụng pipet mới đối với từng mẫu.

12.16.2 Khi phần chiết bay hơi đến còn ít hơn 0,5 ml, lấy bình ngưng từ thiết bị gia nhiệt ra và để cho ngưng đến nhiệt độ phòng. Rửa bình bằng khoảng 0,5 ml dung môi và pha loãng đến vạch mức 10 ml.

12.17 Nếu cần thiết, sử dụng phương pháp A hoặc B phù hợp theo ASTM D 5368 xác định TSEC của chất chiết đã ngưng.

12.18 Tiến hành các phân tích tiếp theo của chất ngưng hoặc thực hiện qui trình làm sạch tiếp nếu cần.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Plumb, Jr., R. H., "Procedures for handling and chemical analysis of sediment and water samples", NT1S AD/A-103 788, May 1981.
- [2] "Standard Methods for the examination of water and wastewater", APHA, AWWA, and WPCF, 15th Edition, 1981.
- [3] Strachan, S. D., Nelson, D. W., and Sommers, L. E., "Sewage sludge components extractable with nonaqueous solvents", *Journal of environmental quality*, Vol 12, No.1, 1983, pp. 69-74.
- [4] Harrold, D. E., and Young, J. C., "Extraction of priority pollutants from solids", *Proceedings of the American society of civil engineers*, Vol 108, No.EE6, December 1982, pp. 1211-1227.
- [5] Watts, R. R., "Manual of analytical methods for the analysis of pesticide residues in human and environmental samples", U.S.EPA, Environmental toxicology division, Research triangle park, North Carolina, 1980.
- [6] Goldberg, M. C., and Weiner, E. R., "Extraction and concentration of phenolic compounds from water and sediments", *Analytical chimica acta*, Vol 115, 1980, pp. 373-378.
- [7] Chiba, M., and Morley, H. V., "Factors influencing extraction of aldrin and dieldrin residues from different soil types", *Journal of agricultural and food chemistry*, Vol 16, 1968, pp. 916-922.
- [8] Saha, J. G., Bhavaraju, B., Lee, Y. W., and Randell, R. L., "Factors affecting extraction of dieldrin-14C from soil", *Journal of agricultural and food chemistry*, Vol 17, 1969, pp. 877-882.
- [9] Hill, H. H., Chan, K. W., and Karasek, F. W., "Extraction of organic compounds from airborne particulate Matter for gas chromatographic analysis", *Journal of chromatography*, Vol 131, 1977, pp. 245-252
- [10] Pierce, R. C., and Katz, M., "Determination of atmospheric isomeric polycyclic arenes by thin layer chromatography and fluorescence spectrophotometry", *Analytical Chemistry*, Vol 47, 1975, pp. 1743-1748.
- [11] Stanley, T. W., Meeker, J. E., and Morgan, M. J., "Extraction of organics from airborne particles – Effects of various solvents and conditions on the recovery of benzo(a)pyrene, Benz(c)acridine and 7-h-Benz(de)anthrance-7-one", *Environmental Science and Technology*, Vol 1, 1967, pp. 927-931.
- [12] Broddin, G., Van Vaeck, L., and Van Cauwenberghe, K., "On the size distribution of polycyclic aromatic hydrocarbon containing particles from a coke oven emission source", *Atmospheric environmental*, Vol 11, 1977, pp. 1061-1064.
- [13] Cautreels, W., and Van Cauwenberghe, K., "Extraction of organic compounds from airborne particulate matter", *Water, Air, Soil Pollution*, Vol 6, 1976, pp. 103-110.
- [14] Pahl, R. H., Mayan, K. G., and Bertrand, G. L., "Organic