

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6135 : 2009

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT –
XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG FENVALERAT –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÍ LỎNG HIỆU NĂNG CAO**

*Soil quality –
Determination of fenvalerat residue –
High performance liquid chromatographic method (HPLC)*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 6135 : 2009 thay thế cho TCVN 6135 : 1996.

TCVN 6135 : 2009 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.

Chất lượng đất – Xác định dư lượng fenvalerat – Phương pháp sắc kí lỏng hiệu năng cao

*Soil quality – Determination of fenvalerat residue –
High performance liquid chromatographic method (HPLC)*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định dư lượng fenvalerat trong đất do sử dụng hoá chất bảo vệ thực vật hoặc rò rỉ khi vận chuyển, bảo quản.

Giới hạn xác định của phương pháp là 0,02 ppm.

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 6647 (ISO 11464), *Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ đất để phân tích hoá-lý;*

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

3 Định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ, định nghĩa sau:

3.1

Dư lượng hoá chất bảo vệ thực vật (pesticide residue)

Hàm lượng hoá chất bảo vệ thực vật trong đất mặt tại thời điểm kiểm tra, phân tích.

3.2

Giới hạn phát hiện (limit of detection)

Khả năng phát hiện cao nhất của thiết bị phân tích đối với đối tượng phân tích. Khi thiết bị phân tích là máy sắc kí lỏng, giới hạn phát hiện là lượng hoạt chất nhỏ nhất đưa vào máy để thu được pic ở sắc đồ có chiều cao gấp ba lần độ nhiễu đường nền ở độ nhạy tối đa có thể được khi vận hành.

3.3

Độ phát hiện (recovery)

Khả năng xác định được (tính theo phần trăm) lượng chất cần phân tích so với lượng chất chuẩn đưa vào đối tượng phân tích khi tiến hành nghiên cứu xây dựng phương pháp.

4 Nguyên lý

Fenvalerat trong đất được chiết trong bộ chiết Soxhlet với hỗn hợp dung môi n-hexan; axeton có tỷ lệ thành phần 2:1 (theo thể tích). Chuyển dịch chiết sang n-hexan. Làm sạch pha hữu cơ bằng cột sắc kí có chứa oxit nhôm giảm hoạt tính, natri sulfat khan. Xác định hàm lượng fenvalerat bằng sắc kí lỏng hiệu năng cao với detector UV.

Phương pháp này dùng để phân tích dư lượng fenvalerat trong đất khi có mặt các chất pyrethoid khác.

5 Thuốc thử

Khi phân tích, ngoại trừ trường hợp có những chỉ dẫn riêng, chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước tinh khiết tương đương.

5.1 n-hexan;

5.2 Axeton,

5.3 Diclometan;

5.4 Metanol;

5.5 Natri sulfat khan;

5.6 Oxit nhôm trung tính;

5.7 Fenvalerat chuẩn (99 %).

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị dụng cụ sau:

6.1 Bộ chiết Soxhlet loại 150 ml;

- 6.2 Bộ chung cát Kuderna-Denhih;
- 6.3 Bình cầu nút mài dung tích 100 ml; 250 ml;
- 6.4 Phễu chiết dung tích 250 ml;
- 6.5 Phễu lọc đường kính 4 cm đến 8 cm;
- 6.6 Máy rung siêu âm;
- 6.7 Hệ thống sắc kí lỏng có vòng bơm mẫu 20 μ l, trang bị detector UV;
- 6.8 Rây kích thước lỗ 2 mm.

7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu đất đại diện theo TCVN 7538 –1 (ISO 10381–1).

Các mẫu đất được xử lý sơ bộ theo TCVN 6647 (ISO 11464).

Nên xác định thêm thành phần cơ lý, hoá học của đất để có cơ sở nhận định bổ sung về tình trạng diễn biến khả năng lưu giữ và lan truyền chất ô nhiễm.

8 Cách tiến hành

8.1 Dụng cụ chuẩn

Pha dãy dung dịch chuẩn có nồng độ 1,0 μ g/ml; 2,0 μ g/ml; 6,0 μ g/ml; 8,0 μ g/ml và 10,0 μ g/ml fenvalerat trong metanol. Bơm đủ 20 μ l mỗi dung dịch trên vào hệ thống sắc kí lỏng ở điều kiện phân tích như 8.4 của tiêu chuẩn này để xây dựng đường chuẩn và xác định giới hạn phát hiện của máy.

8.2 Chiết tách

Rây mẫu đất qua rây có kích thước lỗ 2 mm để loại bỏ các tạp chất cơ học. Cân 25 g đất vào túi đựng mẫu và đặt vào ống Soxhlet. Cho 150 ml hỗn hợp dung môi n-hexan: axeton 2:1 (theo thể tích) vào bình cầu loại 250 ml. Lắp bình cầu vào bộ chiết Soxhlet và đun hồi lưu trong 1 giờ. Để nguội bình cầu đến nhiệt độ phòng, tháo bình cầu ra khỏi bộ chiết Soxhlet.

8.3 Làm sạch

Chuyển dịch chiết (8.2) vào phễu chiết 250 ml, thêm một ít nước cất, lắc nhẹ. Để yên phễu chiết trên giá để cho phân lớp. Thu lớp n-hexan và làm khô bằng cách cho chảy qua phễu lọc có chứa 10 g natri sulfat khan. Rửa lớp natri sulfat khan bằng vài mililit n-hexan. Thu toàn bộ dung môi vào bình Kuderna-Denish. Lắp bình vào bộ sinh hàn và cho bay hơi dung môi trên bếp cách thủy tới còn khoảng 10 ml.

Lót một ít bông thấm nước vào đáy cột sắc kí, cho thêm 10 g oxit nhôm loại dùng cho sắc kí có kích thước hạt 0,250 mm (60 mesh) đã được giảm hoạt tính 10 % (xem CHÚ THÍCH). Gõ nhẹ cột để lên chất các chất nhội. Đặt một lớp bông thấm nước lên mặt cột. Tẩm ướt cột bằng 10 ml dung môi n-hexan

TCVN 6135 : 2009

Chuyển dịch chiết thu được ở 8.2 vào cột, dùng 5 ml n-hexan để tráng bình và chuyển hết vào cột. Bỏ phần dung môi dư chảy qua cột. Rửa giải hoạt chất bị hấp thụ trên cột bằng 60 ml hỗn hợp dung môi n-hexan:diclometan có thành phần tỷ lệ 7:3 (theo thể tích). Hứng dung dịch chảy qua cột vào bình Kudema-Denish. Làm bay hơi dung môi trên bếp cách thủy đến khi còn khoảng 1 ml đến 2 ml. Thào bình Kudema-Denish ra khỏi bộ sinh hàn. Tiếp tục đuổi hết dung môi ngoài không khí bằng dòng khí khô.

CHÚ THÍCH Oxit nhôm giảm hoạt tính 10 % được xử lý như sau: Cân 90 g oxit nhôm trung tính cho vào bình cầu loại 250 ml có nút mài, thêm 10 g nước. Đậy nút, lắc mạnh bình cầu cho đến khi oxit nhôm hết vón cục. Đặt bình cầu lên máy khuấy và khuấy trong 30 min. Bảo quản oxit nhôm đã giảm hoạt tính trong bình kín và để hai ngày sau mới sử dụng.

8.4 Phân tích

Hoà tan phần còn lại (8.3) bằng 0,5 ml metanol: Bơm đủ 20 μ l dung dịch mẫu vào máy sắc kí lỏng ở điều kiện phân tích như sau

Cột pha đảo chứa chất nhồi C-18, kích thước 150 mm x 4,6 mm.

Pha động: metanol : nước 80:20 (theo thể tích) được đuổi hết bọt khí bằng máy rung siêu âm.

Bước sóng phân tích: 228 nm.

Tốc độ dòng: 1,2 ml/min.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Tính toán

Dựa vào thời gian lưu (t_r) của chuẩn và mẫu để nhận biết fenvalerat và từ diện tích hoặc chiều cao pic, tính nồng độ fenvalerat (N), tính bằng ppm có trong đất theo công thức sau:

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

trong đó:

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

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

C_c là nồng độ dung dịch chuẩn, tính bằng microgam trên mililit;

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

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

9.2 Độ chính xác

Độ chính xác của phương pháp như sau:

Độ phát hiện của phương pháp là 90 % đến 95 % với độ lệch chuẩn $s = 15 \%$ ở mức 0.1 ppm và $s = 12 \%$ ở mức 1 ppm ($n = 5$).

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - Đặc điểm nhận dạng đầy đủ mẫu đất;
 - Tính chất riêng của mẫu đất (ví dụ có mặt của sét, cát, sỏi, hay cỏ, rác vụn...);
 - Kết quả xác định dư lượng fenvalerat;
 - Các yếu tố tự chọn và những yếu tố khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.
-