

PHỤ LỤC 10.13 XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG METHANOL VÀ PROPAN-2-OL

Phương pháp A

Phương pháp sắc ký khí tiêm pha hơi (head-space) (Phụ lục 5.2).

Dung dịch chuẩn nội: Pha loãng 1,0 ml *propanol* (TT_1) thành 100,0 ml bằng *nước*. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 20,0 ml bằng *nước*.

Dung dịch thử: Trộn đều 1,0 ml dung dịch chuẩn nội và 4,0 ml mẫu thử và pha loãng thành 20,0 ml bằng *nước*. Chuyển 2,0 ml dung dịch thu được vào lọ tiêm mẫu.

Dung dịch đối chiếu (1): Trộn đều 1,0 ml *methanol* (TT_2) và 1,0 ml *propan-2-ol* (TT_2) và pha loãng thành 100,0 ml bằng *nước*. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 20,0 ml bằng *nước*.

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 5,0 ml *ethanol* (TT) thành 100,0 ml bằng *nước*. Pha loãng 25,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng *nước*. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 20,0 ml bằng *nước*.

Dung dịch đối chiếu (3): Trộn đều 1,0 ml dung dịch chuẩn nội, 2,0 ml dung dịch đối chiếu (1) và 2,0 ml dung dịch đối chiếu (2) và pha loãng thành 20,0 ml bằng *nước*. Chuyển 2,0 ml dung dịch thu được vào lọ tiêm mẫu.

(chú ý: Đậy ngay các lọ tiêm mẫu bằng nút cao su phủ polytetrafluoroetylen và cố định bằng nắp nhôm)

Điều kiện sắc ký:

Cột silica nung chảy (30 m × 0,53 mm) được phủ pha tĩnh *cyanopropyl(3)phenyl(3)methyl(94) polysiloxan* (độ dày phim 3 μm).

Khí mang: *Heli* dùng cho sắc ký.

Tỷ lệ chia dòng: 1 : 50.

Tốc độ dòng: 3 ml/min.

Điều kiện tiêm pha hơi tĩnh như sau: nhiệt độ cân bằng 85 °C, thời gian cân bằng 20 min.

Nhiệt độ:

	Thời gian (min)	Nhiệt độ (°C)
Cột	0 - 1,6	40
	1,6 - 9,9	40 → 65
	9,9 - 13,6	65 → 175
	13,6 - 20	175
Buồng tiêm		200
Detector		200

Detector ion hóa ngọn lửa.

Thể tích tiêm: 1,0 ml pha hơi của các dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (3), mỗi dung dịch ít nhất 3 lần.

Thứ tự rửa giải: *Methanol*, *ethanol*, *propan-2-ol*, *propanol*.

Thời gian lưu tương đối so với *ethanol* (thời gian lưu khoảng 5,3 min): *methanol* khoảng 0,8; *propan-2-ol* khoảng 1,2; *propanol* khoảng 1,6.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (3), độ phân giải giữa pic *methanol* và pic *ethanol* ít nhất là 5.

Tính phần trăm thể tích/thể tích của *methanol* (hoặc *propan-2-ol*) có trong chế phẩm thử theo công thức sau:

$$\frac{A_1 \times I_2}{A_2 \times I_1 \times 40}$$

Trong đó:

A_1 , A_2 lần lượt là diện tích pic *methanol* (hoặc *propan-2-ol*) thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu (3).

I_1 , I_2 lần lượt là diện tích pic chuẩn nội thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu (3).

Phương pháp B

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2).

Dung dịch chuẩn nội: Pha loãng 1,0 ml *propanol* (TT₁) thành 100,0 ml bằng *nước*.

Dung dịch thử: Trộn đều 1,0 ml dung dịch chuẩn nội và 4,0 ml mẫu thử và pha loãng thành 20,0 ml bằng *nước*.

Dung dịch đối chiếu (1): Trộn đều 1,0 ml *methanol* (TT₂) và 1,0 ml *propan-2-ol* (TT₂) và pha loãng thành 100,0 ml bằng *nước*. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 20,0 ml bằng *nước*.

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 1,0 ml *ethanol* (TT) thành 50,0 ml bằng *nước*.

Dung dịch đối chiếu (3): Trộn đều 1,0 ml dung dịch chuẩn nội, 1,0 ml dung dịch đối chiếu (2) và 2,0 ml dung dịch đối chiếu (1) và pha loãng thành 20,0 ml bằng *nước*.

Điều kiện sắc ký:

Cột silica nung chảy (30 m × 0,53 mm) được phủ pha tĩnh *cyanopropyl(3)phenyl(3)methyl(94) polysiloxan* (độ dày phim 3 µm).

Khí mang: *Heli dùng cho sắc ký*.

Tỷ lệ chia dòng: 1 : 50.

Tốc độ dòng: 3 ml/min.

Nhiệt độ:

	Thời gian (min)	Nhiệt độ (°C)
Cột	0 - 1,6	40
	1,6 - 9,9	40 → 65
	9,9 - 13,6	65 → 175
	13,6 - 20	175
Buồng tiêm		200
Detector		200

Detector ion hóa ngọn lửa.

Thể tích tiêm: 1,0 µl dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (3), mỗi dung dịch ít nhất 3 lần.

Thứ tự rửa giải: *Methanol*, *ethanol*, *propan-2-ol*, *propanol*.

Thời gian lưu tương đối so với *ethanol* (thời gian lưu khoảng 5,3 min): *methanol* khoảng 0,8; *propan-2-ol* khoảng 1,2; *propanol* khoảng 1,6.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (3), độ phân giải giữa pic *methanol* và pic *ethanol* ít nhất là 5.

Tính phần trăm thể tích/thể tích của *methanol* (hoặc *propan-2-ol*) có trong chế phẩm thử theo công thức sau:

$$\frac{A_1 \times I_2}{A_2 \times I_1 \times 40}$$

Trong đó:

A₁, A₂ lần lượt là diện tích pic *methanol* (hoặc *propan-2-ol*) thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu (3).

I₁, I₂ lần lượt là diện tích pic chuẩn nội thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu (3).