

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 8675 : 2011

THỨC ĂN CHĂN NUÔI – XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT NHÓM CLO HỮU CƠ – PHƯƠNG PHÁP SẮC KÍ KHÍ

Animal feeding stuffs – Determination of residues of organochlorine pesticides – Gas chromatographic method

Lời nói đầu

TCVN 8675:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 14181:2000;

TCVN 8675:2011 do Cục Chăn nuôi biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

THỨC ĂN CHĂN NUÔI – XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT NHÓM CLO HỮU CƠ – PHƯƠNG PHÁP SẮC KÍ KHÍ

Animal feeding stuffs – Determination of residues of organochlorine pesticides – Gas chromatographic method

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp sắc kí khí để xác định dư lượng thuốc bảo vệ thực vật nhóm clo hữu cơ trong thức ăn chăn nuôi.

Phương pháp này có thể áp dụng cho các loại thức ăn chăn nuôi có chứa dư lượng của một hoặc nhiều thuốc bảo vệ thực vật nhóm clo hữu cơ sau đây và một số đồng phân của chúng và các sản phẩm phân hủy: aldrin, *op'*-DDE, *pp'*-DDE, *op'*-DDT, dieldrin, endosulfan, endrin, HCB, -HCH (-BHC), -HCH (-BHC), -HCH (-BHC), -HCH (-BHC), heptachlor, heptachlor epoxit, *op'*-TDE (*op'*-DDD), *pp'*-TDE (*pp'*-DDD) và methoxychlor.

Giới hạn dưới của phép xác định thuốc bảo vệ thực vật nhóm clo hữu cơ là 0,005 g/g. Tuy nhiên, giới hạn dưới của phép xác định là 0,01 g/g đối với *op'*-DDT và *pp'*-DDT và 0,05 g/g đối với methoxychlor.

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 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*;

TCVN 6952 (ISO 6498), *Thức ăn chăn nuôi – Chuẩn bị mẫu thử*.

3. Nguyên tắc

Phần mẫu thử được chiết bằng axeton. Phần dịch lọc được pha loãng với nước và dung dịch natri clorua bão hòa. Thuốc bảo vệ thực vật được tách phân đoạn trong diclometan. Phần dịch chiết cô đặc được làm sạch trên cột sắc kí silica gel 10% đã khử hoạt tính nước. Phần dư lượng được xác định bằng sắc kí khí dùng detector bắt giữ electron hoặc detector chọn lọc khối lượng.

4. Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích và có độ tinh khiết phù hợp cho phép phân tích dư lượng thuốc bảo vệ thực vật.

Kiểm tra độ tinh khiết của thuốc thử bằng cách thực hiện phép thử trắng đối với thuốc thử dưới cùng điều kiện đã sử dụng trong phương pháp. Sắc phổ không được có các tạp chất gây nhiễu.

CẢNH BÁO Một số dung môi hữu cơ có thể gây ung thư. Phải cẩn thận khi sử dụng chúng.

4.1. Nước, phải phù hợp với loại 3 của TCVN 4851 (ISO 3696).

4.2. Hexan.

4.3. Axeton.

4.4. Diclometan.

4.5. Silica gel 60, có hàm lượng nước là 10% khối lượng.

Hoạt hóa silica gel 60, kích thước hạt từ 63 μ m đến 200 μ m để qua đệm ở 130 °C, sau đó làm nguội trong bình hút ẩm. Sau khi làm nguội đến nhiệt độ phòng, đổ silica gel vào bình thủy tinh kín khí và thêm lượng nước cất đủ để có hàm lượng nước là 10%. Lắc bình bằng máy hoặc bằng tay trong 30 s và để yên 30 min, thỉnh thoảng lắc. Sau 30 min, silica gel đã sẵn sàng để sử dụng. Không nên bảo quản quá 6 h.

4.6. Dung môi rửa giải: diclometan trong hexan, 20 % (phần thể tích).

Trộn 1 phần thể tích diclometan với 4 phần thể tích hexan.

4.7. Khí trơ, ví dụ khí nitơ.

4.8. Natri sulfat, dạng khan.

4.9. Natri clorua, dung dịch bão hòa.

4.10. Chất chuẩn đối chứng thuốc bảo vệ thực vật, như sau:

- aldrin [(1R, 4S, 4aS, 5S, 8R, 8aR)-1,2,3,4,10,10-hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-dimethano-naphthalen];

- *op'*-DDE [*o*, *p'*-(1,1-dichloro-2, 2-bis (4-chlorophenyl) etylen)];

- *pp'*-DDE [*p*, *p'*-(1,1-dichloro-2, 2-bis (4-chlorophenyl) etylen)];

- *op*-DDT [*o*, *p'*-(1,1,1-trichloro-2, 2-bis (4-chlorophenyl) etan)];

- *pp'*-DDT [*p*, *p'*-(1,1,1-trichloro-2, 2-bis (4-chlorophenyl) etan)];

- dieldrin [(1R, 4S, 4aS, 5R, 6R, 7S, 8S, 8aR)-1,2,3,4,10,10-hexachloro-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-6, 7-epoxy-1,4:5,8-dimethanonaphthalen];

- endosulfan (6,7,8,9,10,10-hexachloro-1, 5, 5a, 6,9,9a-hexahydro-6, 9-methano-2, 4, 3-benzodioxathiepin 3-oxit);

- endrin [(1R, 4S, 4aS, 5S, 6S, 7R, 8R, 8aR)-1,2,3,4,10,10-hexachloro-1, 4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-6 7-epoxy-1,4:5,8-dimethanonaphthalen];

- HCB (hexachlorobenzen);

- -HCH (-BHC) (-1, 2,3,4,5,6-hexachlorocyclohexan);

- -HCH (-BHC) (-1, 2,3,4,5,6-hexachlorocyclohexan);

- -HCH (-BHC, lindane) (-1, 2,3,4,5,6-hexachlorocyclohexan);

- -HCH (-BHC) (-1, 2,3,4,5,6-hexachlorocyclohexan);

- heptachlor (1,4,5,6,7,8,8-heptachloro-3a,4,7,7a-tetrahydro-4,7-methanoinden);

- heptachlor epoxit (heptachloroepoxy-tetrahydromethanoinden);

- *op'*-TDE (*op*-DDD) [*o*,*p'*-1,1-dichloro-2,2-bis (4-chlorophenyl) etan];

- *pp'*-TDE (*pp'*-DDD) [*p*,*p'*-1,1-dichloro-2,2-bis (4-chlorophenyl) etan];

- methoxychlor [1,1,1-trichloro-2,2-bis (4-methoxyphenyl) etan].

4.11. Chất chuẩn nội: Mirex (1,3,5-tribrombenzen) hoặc pentachloronitrobenzen.

4.12. Dung dịch chuẩn thuốc bảo vệ thực vật và dung dịch chuẩn nội

4.12.1. Dung dịch gốc, nồng độ 1000 g/ml

Chuẩn bị dung dịch gốc của chuẩn đối chứng thuốc bảo vệ thực vật (4.10) và của chất chuẩn nội (4.11) như sau.

Cân một lượng chất chuẩn đối chứng thuốc bảo vệ thực vật (4.10) hoặc chất chuẩn nội (4.11), chính xác đến 0,1 mg, mà sẽ tạo ra một dung dịch có hàm lượng chất chuẩn đối chứng hoặc chất chuẩn nội là 1000 g/ml. Trong khi cân, quan sát độ sạch của chất chuẩn. Chuyển lượng đã cân vào bình định mức, hòa tan trong hexan hoặc trong một dung môi khác như toluen hay isooctan. Còn đối với -HCH thì hòa tan trong axeton. Pha loãng đến vạch bằng cùng loại dung môi và trộn kĩ.

Các dung dịch này bền trong 6 tháng khi được bảo quản ở 4 °C ở nơi tối.

4.12.2. Dung dịch trung gian, nồng độ 10 g/ml.

Dùng pipet lấy 1 ml của từng dung dịch gốc (4.12.1) cho vào các bình định mức 100 ml riêng rẽ. Pha loãng đến vạch bằng hexan. Các dung dịch này bền được ít nhất 3 tháng khi được bảo quản ở 4 °C ở nơi tối.

CHÚ THÍCH Tính ổn định của các chất chuẩn thuốc bảo vệ thực vật được bảo quản đúng cách đã được phổ biến. Các điều tra cho thấy rằng tất cả các chất chuẩn thuốc bảo vệ thực vật được thử nghiệm đều ổn định trong 15 năm khi được bảo quản ở -18°C và các dung dịch gốc của các chất chuẩn thuốc bảo vệ thực vật trong toluen 1 mg/ml ổn định được ít nhất 3 năm khi được bảo quản ở -18 °C.

Để bảo quản được lâu hơn, nên sử dụng thực hành khuyến nghị dưới đây: Chuyển các phần dung dịch chuẩn đã chuẩn bị sang các lọ màu hổ phách có nắp vận bằng PTFE. Cân lọ và bảo quản ở -20 °C. Khi cần, lấy lọ ra khỏi tủ đông lạnh, đưa về nhiệt độ phòng rồi cân. Nếu có hao hụt khối lượng do bay hơi là 10 % hoặc lớn hơn phần khối lượng tịnh đã làm đông lạnh trước thì loại bỏ các lọ đó. Cân và làm đông lạnh lại các dung dịch chuẩn gốc và các dung dịch trung gian sử dụng trong không quá 3 tháng (thường là các lọ 25 ml). Nếu không thì các dung dịch chuẩn đã chuẩn bị (thường là các lọ 2 ml) có thể được bảo quản ở 4 °C và phải loại bỏ sau 3 tháng.

4.12.3. Dung dịch làm việc, nồng độ 0,05 g/ml.

Dùng pipet lấy 0,5 ml từng dung dịch trung gian (4.12.2) cho vào bình định mức 100 ml và pha loãng đến vạch bằng hexan. Dung dịch này có thể bền trong 1 tháng khi bảo quản ở 4 °C ở nơi tối (xem 4.12.2).

5. Thiết bị, dụng cụ

Trước khi sử dụng, tất cả thủy tinh phải được rửa kỹ bằng chất tẩy rửa không chứa các chất gây nhiễu. Tráng sạch với nước, sau đó với axeton và làm khô.

Tránh sử dụng các vật chứa bằng chất dẻo và không bôi trơn van khóa bằng dầu mỡ, nếu không thì các tạp chất có thể bị đưa vào dung môi.

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.1. Phễu chiết, dung tích 500 ml có van khóa và nắp đáy bằng polytetrafluetylen (PTFE).

5.2. Bình lọc, dung tích 500 ml.

5.3. Phễu Büchner bằng sứ, đường kính trong 90 mm.

5.4. Ống nghiệm chia độ, dung tích 10 ml, có nắp đáy bằng polytetrafluetylen (PTFE).

5.5. Ống sắc ký bằng thủy tinh, dài khoảng 300 mm, đường kính trong từ 8 mm đến 10 mm, có đĩa đục lỗ thô với độ xốp P 100 (kích thước lỗ từ 40 µm đến 100 µm [2]) hoặc nút len thủy tinh.

5.6. Bộ cô quay chân không, có các bình cầu đáy tròn dung tích 100 ml và 500 ml và nồi cách thủy duy trì ở 40 °C ± 2 °C.

5.7. Máy lắc bằng cơ hoặc máy trộn tốc độ cao.

5.8. Hệ thống sắc ký khí, bao gồm:

- hệ thống bơm không phân dòng hoặc bơm lên cột;
- cột;
- detector bắt giữ điện tử hoặc detector chọn lọc khối lượng;
- máy đo dòng điện;
- máy ghi mV hoặc máy tích phân;
- phần mềm xử lý dữ liệu và hệ thống máy tính.

Mỗi cổng bơm, lò cột và detector phải được gắn với một bộ phận kiểm soát nhiệt độ lập chính xác đến 0,1 °C.

Hệ thống sắc ký phải điều chỉnh được và các thông số được tối ưu hóa theo các đặc tính của thiết bị được sử dụng.

5.8.1. Thiết bị bơm

Có thể sử dụng bộ lấy mẫu tự động hoặc thiết bị bơm thích hợp khác. Đối với trường hợp bơm bằng tay thì sử dụng một microxyranh dung tích từ 1 l đến 5 l có chiều dài kim phù hợp với phương thức bơm (không phân dòng hoặc trên cột).

Trước khi bơm dung dịch vào máy sắc ký khí, rửa sạch xyranh 10 lần bằng dung môi tinh khiết, sau đó rửa 5 lần bằng dung dịch. Sau khi bơm, rửa xyranh 5 lần bằng dung môi tinh khiết.

5.8.2. Cột

Khuyến cáo sử dụng các cột mao quản được phủ pha tĩnh có độ phân cực trung gian (ví dụ: SE-30, SE-54, OV-17, hoặc tương đương).

Có thể thay thế bằng cách sử dụng các cột thủy tinh chuẩn, có chiều dài từ 2 m đến 4 m và đường kính trong từ 2 mm đến 4 mm, được nhồi bằng hỗn hợp của QF1 2,5% + OV11 1% + XE 60 0,5% trên Chromosorb WHO cỡ hạt từ 0,125 mm đến 0,15 mm, hoặc các pha tĩnh bất kỳ khác và trợ, hỗ trợ cho các phép phân tích dư lượng nhóm clo hữu cơ.

Chương trình nhiệt độ cho cột phải được chọn để tách hỗn hợp thuốc bảo vệ thực vật quy định trong Điều 1 ra thành các thành phần riêng rẽ (xem Phụ lục A).

Sau khi lắp cột mới, cột phải được bảo ôn ít nhất 24 h ở nhiệt độ hơi cao hơn nhiệt độ hoạt động tối đa được đề xuất, có khí mang chảy qua cột và đầu cuối của cột được tháo ra khỏi detector.

5.8.3. Detector

Sử dụng detector bắt giữ electron (ECD) vận hành theo chế độ dòng ổn định hoặc theo chế độ tần số ổn định tại điện áp phân cực, bề rộng, biên độ hoặc tần số xung mà tại đó 0,05 ng heptaclor epoxit gây ra độ chệch tối đa trên toàn thang đo từ 40 % đến 50%.

5.8.4. Khí mang và khí làm sạch

Nitơ tinh khiết (không chứa oxy), khí heli hoặc hydro tinh khiết hoặc hỗn hợp của argon và metan [90 + 10, tính theo thể tích hoặc (95 + 5)% thể tích].

5.9. Máy nghiền.

6. Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện, mẫu không bị hư hỏng hoặc bị thay đổi trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 4325 (ISO 6497), *Thức ăn chăn nuôi – Lấy mẫu* [1].

7. Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử nghiệm theo TCVN 6952 (ISO 6498), *Thức ăn chăn nuôi – Chuẩn bị mẫu thử*.

Nghiên phần mẫu phòng thử nghiệm đã trộn đều (các sản phẩm khô hoặc có độ ẩm thấp như ngũ cốc và các sản phẩm ngũ cốc, hạt có dầu và khô dầu, thức ăn hỗn hợp, cỏ khô, v.v...) sao cho mẫu lọt hết qua rây cỡ lỗ 1 mm. Trộn kỹ.

Cắt nhỏ các mẫu có độ ẩm cao (ví dụ như cỏ, thức ăn gia súc ủ trong xilo, v.v...) và trộn kỹ để có được mẫu đồng nhất.

8. Cách tiến hành

8.1. Yêu cầu chung

Thực hiện các bước từ 8.2 đến 8.4 sử dụng cả mẫu thử đã được chuẩn bị (Điều 7) và một mẫu trắng. Mẫu trắng phải không được chứa các dư lượng ở mức bằng hoặc cao hơn giới hạn phát hiện tìm thấy trên các phép xác định trước đó. Dịch chiết mẫu trắng được sử dụng để chuẩn bị dung dịch chuẩn chất nền (xem 8.5.3).

8.2. Phần mẫu thử

Cân 50 g mẫu thử đã được chuẩn bị (Điều 7), chính xác đến 0,1 g, đối với các sản phẩm khô hoặc có độ ẩm thấp, hoặc 100 g đối với các sản phẩm độ ẩm cao, cho vào bình nón dung tích 1000 ml.

8.3. Chiết

Thêm một lượng nước đủ vào phần mẫu thử để có khoảng 100 g, để cho mẫu được ngâm trong khoảng 5 min. Thêm 200 ml axeton. Đậy kín bình và lắc 2 h trên máy lắc cơ hoặc đồng hóa 2 min trong máy trộn tốc độ cao.

Lọc dịch đã đồng hóa bằng cách bơm qua phễu Büchner (5.3) được gắn với giấy lọc có độ xốp trung bình, cho vào bình lọc 500 ml (5.2). Rửa bình nón hoặc cốc trộn và lượng còn lại trên giấy lọc hai lần mỗi lần dùng 25 ml axeton, thu lấy nước tráng cho vào cùng một bình lọc.

Đong một thể tích dịch lọc (V_1) và chuyển một phần năm dung dịch (V_2) sang phễu chiết 500 ml. Thêm 250 ml nước, khoảng 50 ml dung dịch natri clorua bão hòa (4.9) và 100 ml diclometan (4.4) vào phễu chiết. Đậy nắp và lắc trong 2 min.

Để cho tách pha và tháo bỏ pha phía dưới (diclometan) vào phễu chiết 500 ml thứ hai (5.1). Lặp lại việc chiết hai lần với 50 ml diclometan sau đó gộp các dịch chiết sang cùng phễu chiết 500 ml.

Rửa dịch chiết diclometan hai lần, mỗi lần dùng 100 ml nước, loại bỏ nước rửa.

Lọc dịch chiết diclometan qua giấy lọc có chứa khoảng 20 g natri sulfat (4.8) vào bình 500 ml của bộ cô quay chân không. Tráng rửa phễu chiết và natri sulfat hai lần, mỗi lần dùng 10 ml diclometan và cho nước tráng rửa vào bình cầu.

Cô đặc dung dịch đến khoảng 2 ml dưới chân không ở nhiệt độ không quá 40 °C. Chuyển dung dịch sang ống chia độ 10 ml, sử dụng từ 1 ml đến 2 ml hexan và cô đặc dưới dòng nitơ đến khoảng 1 ml.

Không để dung dịch đến khô hẳn hoặc thất thoát thuốc bảo vệ thực vật có thể xảy ra do bay hơi hoặc hòa tan kém.

8.4. Làm sạch bằng cột

8.4.1. Chuẩn bị cột

Chuyển 5 g silica gel (4.5) sang ống sắc ký bằng thủy tinh (5.5). Thêm 5 g natri sulfat khan (4.8) lên đỉnh silica gel. Rửa cột đã chuẩn bị bằng 20 ml hexan.

CHÚ THÍCH Cột silica nhồi sẵn hoặc hộp florisil (ví dụ: Millipore-SEP PAK) có thể được sử dụng thay cho cột silica gel, sau khi kiểm tra hiệu quả và không có nhiễu.

8.4.2. Tinh sạch

Chuyển định lượng dịch chiết đã cô đặc (8.3) sang đỉnh cột (8.4.1) sử dụng từ 1 ml đến 2 ml hexan.

Rửa giải các thuốc bảo vệ thực vật nhóm clo hữu cơ với 50 ml dung môi rửa giải (4.6) và thu lấy dịch rửa giải vào bình cầu 100 ml của bộ cô quay chân không (5.6).

Cô đặc dịch rửa giải đến khoảng 2 ml dưới chân không ở nhiệt độ không quá 40 °C. Thêm khoảng 10 ml hexan và cô đặc một lần nữa đến khoảng 1 ml. Lặp lại hai lần, để lại khoảng 1 ml hexan ở lần bay hơi cuối cùng. Chuyển sang ống chia độ 10 ml sử dụng từ 1 ml đến 2 ml hexan. Pha loãng dịch chiết mẫu đến 10 ml bằng hexan để xác định bằng sắc ký.

Khi sử dụng phương pháp chuẩn nội, thì thêm 1 ml dung dịch trung gian (4.12.2) của chất chuẩn nội (4.11) vào dịch chiết cuối cùng trước khi pha loãng với hexan đến 10 ml. Giữ dịch chiết mẫu trắng để chuẩn bị dung dịch chuẩn chất nền (xem 8.5).

8.5. Sắc ký khí

8.5.1. Chuẩn bị hệ thống

Cân bằng hệ thống sắc ký khí theo các điều kiện vận hành khuyến cáo (5.8).

Nếu tốc độ dòng khí mang đi qua cột thấp hơn 25 ml/min, thì đưa bổ sung khí tại đầu ra của cột để đảm bảo đủ lưu lượng khí đủ đi qua detector bắt giữ electron (khí làm sạch).

Làm khô khí mang bằng cách cho đi qua bể sấy phân tử 0,5 nm, trước đó đã được hoạt hóa ở 350 °C trong khoảng từ 4 h đến 8 h, được lắp đặt trong đường dẫn khí mang.

Hoạt hóa lại các bể sấy phân tử mỗi khi lắp bình khí mới, khi cần.

8.5.2. Kiểm tra độ tuyến tính của hệ thống

Kiểm tra độ tuyến tính của hệ thống trong khoảng từ 0,05 ng đến 0,5 ng heptachlor epoxide.

Chuẩn bị các dung dịch làm việc với các hàm lượng epoxit heptachlor khác nhau, từ 0,01 g/ml đến 0,1 g/ml. Bơm 1 l.

Dựng đồ thị của hệ số phản ứng (diện tích/khối lượng, tính bằng nanogram heptachlor epoxit được bơm) theo khối lượng, tính bằng nanogram heptachlor epoxit được bơm. Đồ thị phải là đường thẳng song song với trục x. Nếu không, lập một dải các nồng độ mà trong đó phản ứng của detector là tuyến tính.

8.5.3. Xác định

Bơm từ 1 l đến 2 l dung dịch chuẩn làm việc (4.12.3), sau đó bơm một thể tích tương tự của dịch chiết (8.4.2). Pha loãng dịch chiết mẫu, nếu cần.

Nhận biết các pic thuốc bảo vệ thực vật riêng rẽ dựa vào thời gian lưu của chúng.

Xác định lượng thuốc bảo vệ thực vật bằng cách so sánh kích thước các pic của mẫu với kích thước các pic của chất chuẩn thuốc bảo vệ thực vật tương ứng có trong dung dịch chuẩn làm việc.

Khi các kết quả dựa trên các chuẩn dung môi cho thấy các mức dư lượng bằng hoặc lớn hơn 50% MRL thích hợp, thì nên sử dụng dung dịch chất nền, được chuẩn bị bằng cách bổ sung các lượng thích hợp các dung dịch trung gian (4.12.2) của các thuốc bảo vệ thực vật được xác định có trong dung dịch mẫu, vào dịch chiết mẫu trắng (8.4.2), sao cho kích thước của các pic của dung dịch đối chứng này nằm trong vòng 25 % kích thước của các pic có trong dung dịch mẫu. Thêm hexan đến 10 ml. Bơm vào máy sắc ký khí một thể tích tương tự như đối với dung dịch mẫu.

Xác định lượng thuốc bảo vệ thực vật bằng cách so sánh kích thước các pic của mẫu với kích thước các pic của một lượng đã biết của pic thuốc bảo vệ thực vật tương ứng có trong dung dịch chuẩn chất nền.

9. Biểu thị kết quả

9.1. Tính toán

Tính dư lượng của từng loại thuốc bảo vệ thực vật có trong mẫu thử theo công thức sau:

$$w = \frac{A_{si}}{A_s} \cdot \frac{m_s}{m} \cdot \frac{V_2}{V_1} \cdot \frac{V_3}{V_4}$$

Trong đó:

w là hàm lượng của từng dư lượng thuốc bảo vệ thực vật riêng rẽ có trong mẫu thử, tính bằng microgam trên gam (g/g);

A là diện tích (hoặc chiều cao) pic thuốc bảo vệ thực vật có trong dung dịch mẫu;

A_s là diện tích (hoặc chiều cao) pic thuốc bảo vệ thực vật chuẩn tương ứng có trong dung dịch chuẩn làm việc hoặc trong dung dịch chuẩn chất nền;

A_i là diện tích (hoặc chiều cao) pic chất chuẩn nội trong dung dịch mẫu;

A_{si} là diện tích (hoặc chiều cao) pic thuốc bảo vệ thực vật chuẩn tương ứng trong dung dịch chuẩn làm việc hoặc trong dung dịch chuẩn chất nền;

m_s là khối lượng của thuốc bảo vệ thực vật có trong thể tích được bơm vào sắc ký khí, tính bằng nanogam (ng);

V₁ là tổng thể tích dịch lọc, thu được trong bước chiết, tính bằng mililit (ml);

V₂ là thể tích dịch lọc, được sử dụng trong bước tinh sạch, tính bằng mililit (ml);

V₃ là thể tích cuối cùng của dung dịch thử, có tính đến độ pha loãng bất kỳ khi cần, tính bằng mililit (ml);

V₄ là thể tích của dung dịch mẫu được bơm vào sắc ký khí, tính bằng microlit (l);

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

9.2. Độ thu hồi

Xác định khả năng thực hiện của phương pháp bằng cách kiểm tra độ thu hồi được thực hiện trên các mẫu trắng đã bổ sung mức 0,05 g/g.

Thêm vào phẩm mẫu thử trắng một lượng đã biết của dung dịch thuốc bảo vệ thực vật. Để yên trong 30 min sau đó phân tích phần mẫu thử đã bổ sung cùng với mẫu trắng ban đầu không bổ sung thuốc bảo vệ thực vật.

Độ thu hồi (%) được tính cho từng loại thuốc bảo vệ thực vật là $100 \times [(l\text{ượng phân tích được trong mẫu bổ sung trừ đi lượng gốc ban đầu trong mẫu}) / (l\text{ượng bổ sung})]$.

Hệ số thu hồi đối với thuốc bảo vệ thực vật phải nằm trong khoảng từ 70 % đến 110 %.

Khi dư lượng vượt quá giới hạn dư lượng tối đa (MLR) thì cần được khẳng định, mức thu hồi đồng thời cần ở khoảng tương tự như của mẫu.

10. Khẳng định việc nhận biết

Cần thực hiện các phép thử khẳng định việc nhận biết và định lượng thuốc bảo vệ thực vật, đặc biệt khi các kết quả thu được tương ứng với hoặc vượt quá giới hạn dư lượng tối đa (MRL), bằng sắc ký trên cột thứ hai có độ phân cực khác đáng kể, hoặc sử dụng GC-MS để định lượng và khẳng định việc nhận biết thuốc bảo vệ thực vật, khi có sẵn thiết bị.

11. Độ chụm