

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10931-3:2015

EN 14333-3:2004

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM KHÔNG CHỨA CHẤT BÉO – XÁC ĐỊNH
THUỐC DIỆT NẤM NHÓM BENZIMIDAZOLE:
CARBENDAZIM, THIABENDAZOLE VÀ BENOMYL
(TÍNH THEO CARBENDAZIM)-
PHẦN 3: PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG HIỆU NĂNG CAO
CÓ LÀM SẠCH PHÂN ĐOẠN LỎNG – LỎNG**

*Non fatty foods. Determination of benzimidazole fungicides carbendazim,
thiabendazole and benomyl (as carbendazim) -
Part 3:HPLC method with liquid/liquid partition clean up*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10931-3:2015 hoàn toàn tương đương EN 14333-3:2004;

TCVN 10931-3:2015 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 10931 (ISO 14333) *Thực phẩm không chứa chất béo* – *Xác định thuốc diệt nấm nhóm benzimidazole: carbendazim, thiabendazole và benomyl (tính theo carbendazim)* gồm có các phần sau:

TCVN 10931-1:2015 (ISO 14333-1:2004), Phần 1: *Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao có làm sạch bằng chiết pha rắn*;

TCVN 10931-2:2015 (ISO 14333-2:2004), Phần 2: *Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao có làm sạch bằng sắc ký thẩm thấu gel*;

TCVN 10931-3:2015 (ISO 14333-3:2004), Phần 3: *Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao có làm sạch phần đoạn lỏng-lỏng*.

Thực phẩm không chứa chất béo – Xác định thuốc diệt nấm nhóm benzimidazole: carbendazim, thiabendazole và benomyl (tính theo carbendazim) –

Phần 3: Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao có làm sạch phân đoạn lỏng-lỏng

Non fatty foods – Determination of benzimidazole fungicides carbendazim, thiabendazole and benomyl (as carbendazim) –

Part 3: HPLC method with liquid/liquid partition clean up

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) để xác định thuốc diệt nấm benzimidazole carbendazim và thiabendazole trong rau, quả và sản phẩm rau quả chế biến.

Khi có mặt benomyl, các chất này bị phân hủy hoàn toàn thành carbendazim và chất này được xác định theo carbendazim. Thiophanate-metyl không được xác định bằng phương pháp này.

Phương pháp đã được đánh giá xác nhận đối với carbendazim và thiabendazole trong phép thử liên phòng thử nghiệm trên các mẫu đã được đồng nhất của táo, đậu Pháp, nấm, chanh tây và thực phẩm từ quả dành cho trẻ sơ sinh.

2 Nguyên tắc

Đồng hóa mẫu bằng etyl axetat, dung dịch natri hydroxit và natri sulfat khan, lọc mẫu đã đồng nhất. Phần dịch chiết etyl axetat được tách phân đoạn bằng dung dịch axit clohydric; pha lỏng được kiềm hóa và được tách phân đoạn bằng etyl axetat. Cho bay hơi lớp hữu cơ và phần cặn được hòa tan trong pha động HPLC. Carbendazim và thiabendazole được xác định bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao pha đảo có detector UV hoặc detector UV và huỳnh quang.

3 Thuốc thử

3.1 Yêu cầu chung

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích, tốt nhất là loại dùng cho HPLC và phân tích dư lượng thuốc bảo vệ thực vật, chỉ sử dụng nước cất hoặc nước đã loại khoáng, trừ khi có qui định khác.

3.2 Các khía cạnh an toàn liên quan đến thuốc thử

Hơi từ một số dung môi bay hơi sẽ gây độc. Một số dung môi này hấp thụ nhanh qua da. Sử dụng tủ hút hiệu quả để loại bỏ hơi của các dung môi này. Carbendazim và thiabendazole là các chất độc; tránh tiếp xúc với da và mắt.

3.3 Etyl axetat

3.4 Metanol

3.5 Dung dịch natri hydroxit, nồng độ khối lượng, $\rho(\text{NaOH}) = 26 \text{ g}/100 \text{ ml}$

3.6 Dung dịch natri hydroxit loãng, $\rho(\text{NaOH}) = 2,6 \text{ g}/100 \text{ ml}$

3.7 Natri sulfat, dạng khan

3.8 Dung dịch axit clohydric, $\rho(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$

3.9 Dung dịch kiềm, pH 13,4

Hòa tan 33 g natri axetat khan, 200 g natri clorua và 40 g natri hydroxit trong 1 lít nước.

3.10 Dung dịch đệm phosphat, pH 7,2 đến 7,5

Hòa tan 2 g dikali hydro phosphat ngậm ba phân tử nước và 0,5 g kali dihydro phosphat trong 1 lít nước.

3.11 Pha động dùng cho HPLC: Metanol (3.4)/dung dịch đệm phosphat (3.10), tỷ lệ 55 : 45 (thể tích).

Trước khi sử dụng, lọc hỗn hợp qua bộ lọc màng (4.7).

3.12 Dung dịch gốc carbendazim, $\rho(\text{carbendazim}) = 10 \text{ mg}/100 \text{ ml}$

Cân 5 mg carbendazim, chính xác đến 0,1 mg cho vào bình định mức 50 ml. Thêm 5 ml dung dịch axit clohydric (3.8) và để yên bình trong bể siêu âm 5 min đến 10 min. Pha loãng dung dịch này bằng 40 ml nước, để yên bình trở lại trong bể siêu âm 10 min và pha loãng bằng nước đến vạch.

3.13 Dung dịch gốc thiabendazole, $\rho(\text{thiabendazole}) = 50 \text{ mg}/100 \text{ ml}$ trong metanol (3.4)

3.14 Dung dịch chuẩn

Pha loãng dung dịch gốc carbendazim (3.12) hoặc dung dịch gốc thiabendazole (3.13) bằng pha động dùng cho HPLC (3.11) thích hợp.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Yêu cầu chung

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

4.2 Máy cắt thực phẩm

4.3 Máy đồng hóa hoặc máy trộn tốc độ cao

4.4 Phễu chiết, dung tích 100 ml

4.5 Bộ cô quay, có nồi cách thủy

4.6 Thiết bị sắc ký lỏng hiệu năng cao, được trang bị:

4.6.1 Hệ thống bơm, có van bơm 50 μ l, detector UV và detector huỳnh quang mắc nối tiếp và bộ phận tích phân.

4.6.2 Cột phân tích HPLC, bằng thép không gỉ, ví dụ: dài 250 mm, đường kính trong 4,6 mm được nhồi bằng ODS-120T[®], TSK-GEL[®] 1), cỡ hạt 5 μ m.

4.7 Bộ lọc màng, cỡ lỗ 0,45 μ m, thích hợp cho các dung dịch nước và metanol

4.8 Bộ lọc sợi thủy tinh, đường kính 90 mm

4.9 Bộ lọc xyranh, cỡ lỗ 0,45 μ m, thích hợp cho dung dịch nước và metanol

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu phòng thử nghiệm đồng nhất, ví dụ sử dụng máy cắt thực phẩm (4.2), để cắt nhỏ phần mẫu thử đại diện.

¹⁾ TSK-GEL[®] là tên thương mại của sản phẩm được cung cấp từ Công ty Tosoh Biosep, Mỹ. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng chúng. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho các kết quả tương đương.

TCVN 10931-3:2015

5.2 Chiết

5.2.1 Các loại sản phẩm trừ chanh tây, chanh giấy, mật và nước quả

Từ mẫu thử (5.1), cân 75 g phần mẫu thử (*m*), chính xác đến 0,5 g cho vào bình của máy trộn (4.3). Cho 150 ml (V_1) etyl axetat (3.3) và 3 ml dung dịch natri hydroxit (3.5) và đồng hóa hỗn hợp trong 30 s. Thêm 30 g natri sulfat (3.7) và tiếp tục đồng hóa hỗn hợp trong 2,5 min. Lọc mẫu đồng nhất bằng cách hút nhẹ qua bộ lọc sợi thủy tinh (4.8) được phủ 20 g natri sulfat lên trên. Thêm 10 g natri sulfat vào dịch lọc và để yên trong 3 min.

5.2.2 Chanh tây, chanh giấy và mật

Tiến hành như trong 5.2.1 nhưng thêm 6,0 ml dung dịch natri hydroxit (3.5) thay vì thêm 3,0 ml.

5.2.3 Nước quả

Kiểm tra thể tích (x ml) dung dịch natri hydroxit loãng (3.6) cần để chỉnh pH của 7,5 g nước quả đến pH 10. Cân 75 g phần thử (*m*), chính xác đến 0,5 g, cho vào bình của máy trộn (4.3). Thêm 200 ml etyl axetat (3.3) (V_1) và x ml dung dịch natri hydroxit (3.5) và đồng hóa hỗn hợp 30 s. Tiến hành tiếp như trong 5.2.1.

5.3 Tách phân đoạn lỏng-lỏng

Chuyển 50 ml (V_2) dung dịch thu được trong 5.2 sang phễu chiết (4.4). Thêm 10 ml dung dịch axit clohydric (3.8), lắc phễu 2 min và để tách lớp. Tháo lớp nước phía dưới vào phễu chiết thứ hai và lặp lại quá trình chiết lớp hữu cơ phía trên hai lần nữa, sử dụng 10 ml và 5 ml dung dịch axit clohydric, tương ứng. Thu lấy tất cả lớp chất lỏng trong phễu chiết thứ hai và loại lớp hữu cơ.

Gộp các lớp chất lỏng, bổ sung 5 ml dung dịch kiềm (3.9) và 15 ml etyl axetat, lắc phễu trong 2 min. Để đủ thời gian cho các lớp tách ra và loại lớp chất lỏng phía dưới. Lắc lớp hữu cơ phía trên với 10 ml nước và loại bỏ lớp nước phía dưới. Cô đặc lớp hữu cơ phía trên đến khoảng 2 ml trong bộ cô quay (4.5) có nồi cách thủy cài đặt nhiệt độ ở 35 °C và cho bay hơi etyl axetat còn lại, sử dụng dòng khí nitơ nhẹ.

Cho 5 ml \pm 0,2 ml (V_3) pha động HPLC (3.11) vào phần cặn và trộn kỹ.

5.4 Đo HPLC

Lọc dung dịch thu được từ 5.3 qua xyranh lọc (4.9) và bơm 50 μ l dung dịch mẫu thử này vào hệ thống HPLC (4.6), áp dụng tốc độ dòng 1,0 ml/min pha động (3.11). Để định lượng, bơm cùng một lượng thể tích dung dịch chuẩn pha loãng (3.14) thích hợp.

Đầu tiên, cho chất rửa giải chảy khỏi cột HPLC qua detector UV cài đặt ở 285 nm, nếu sử dụng cả hai detector thì cho qua detector huỳnh quang cài đặt ở bước sóng kích thích là 285 nm và bước sóng phát xạ là 315 nm.

CHÚ THÍCH 1: Đối với detector UV, bước sóng phù hợp khác là 240 nm đối với carbendazim và 300 nm đối với thiabendazole. Đối với detector huỳnh quang, với thiabendazole, thì bước sóng tối ưu là: kích thích 295 nm và phát xạ 350 nm.

CHÚ THÍCH 2: Thời gian lưu thu được trong các điều kiện này thường xấp xỉ 6 min đối với carbendazim và 8,5 min đối với thiabendazole.

CHÚ THÍCH 3: Để thay thế các điều kiện vận hành HPLC, xem Phụ lục B.

6 Tính kết quả

Đo chiều cao pic hoặc diện tích pic thu được đối với carbendazim và thiabendazole trong dung dịch mẫu thử và dung dịch chuẩn. Nếu có thể, sử dụng một vài bước sóng hấp thụ UV và đo huỳnh quang.

Tính phần khối lượng, w , của carbendazim hoặc thiabendazole, bằng milligram trên kilogram mẫu, sử dụng Công thức (1):

$$w = \frac{A \times C_{st} \times V_1 \times V_3}{A_{st} \times V_2 \times m} \quad (1)$$

Trong đó:

A là chiều cao pic hoặc diện tích pic thu được từ dung dịch mẫu thử;

A_{st} là chiều cao pic hoặc diện tích pic thu được từ dung dịch chuẩn;

C_{st} là nồng độ khối lượng của carbendazim hoặc thiabendazole trong dung dịch chuẩn, tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);

V_1 là thể tích của etyl axetat dùng để chiết (5.2), tính bằng mililit (ml);

V_2 là phần chất lỏng của V_1 lấy để phân đoạn (5.3), tính bằng mililit (ml);

V_3 là thể tích của dung dịch mẫu thử cuối cùng thu được trong 5.3, tính bằng mililit (ml);

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

7 Phép thử khẳng định

Cần tiến hành phép thử khẳng định việc nhận biết, định lượng carbendazim và thiabendazole, đặc biệt trong các trường hợp cho các kết quả vượt quá giới hạn dư lượng tối đa (MRL).

Việc nhận biết carbendazim và thiabendazole có thể cần được khẳng định bằng cách so sánh phổ hấp thụ của dung dịch mẫu thử và phổ hấp thụ của dung dịch chuẩn sử dụng detector mảng diot.

Các kết quả cũng có thể được khẳng định bằng cách sử dụng TCVN 10931-2 (EN 14333-2) hoặc TCVN 10931-3 (EN 14333-3). Đối với thiabendazole, cũng có thể sử dụng phép phân tích sắc ký khí với detector phổ khối lượng.

TCVN 10931-3:2015

Trong một số trường hợp, đặc biệt đối với các mẫu có tính axit thì độ thu hồi của thiabendazole thấp. Do vậy, cần định kỳ kiểm tra độ thu hồi.

8 Độ chụm

8.1 Yêu cầu chung

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp phù hợp với TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) được nêu trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ các phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và/hoặc nền mẫu khác với các dải nồng độ và/hoặc nền mẫu nêu trong Phụ lục A.

8.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ thu được khi tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn lặp lại r .

Các giá trị được nêu trong Bảng 1:

Bảng 1 – Độ lặp lại

Hợp chất	Táo	Táo	Đậu Pháp	Đậu Pháp	Nám	Nám	Chanh tây	Chanh tây	Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh	Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh
Carbendazim										
\bar{x} (mg/kg)	0,16	0,65	0,039	0,078	0,084	0,66	0,39	0,72	0,017	0,083
r (mg/kg)	0,048	0,40	0,002	0,030	0,019	0,47	0,13	0,32	0,005	0,022
Thiabendazole										
\bar{x} (mg/kg)	0,38	3,52	0,016	0,039	0,017	0,042	0,31	3,06	0,016	0,038
r (mg/kg)	0,15	1,95	0,003	0,017	0,004	0,025	0,13	1,14	0,004	0,016

8.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ thu được khi tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, được báo cáo từ hai phòng thử nghiệm, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn giới hạn tái lập R .

Các giá trị được nêu trong Bảng 2:

Bảng 2 – Độ tái lập

Hợp chất	Táo	Táo	Đậu Pháp	Đậu Pháp	Nám	Nám	Chanh tây	Chanh tây	Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh	Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh
Carbendazim										
\bar{x} (mg/kg)	0,16	0,65	0,039	0,078	0,084	0,66	0,39	0,72	0,017	0,083
R (mg/kg)	0,089	0,62	0,016	0,058	0,057	0,70	0,29	0,46	0,012	0,039
Thiabendazole										
\bar{x} (mg/kg)	0,38	3,52	0,016	0,039	0,017	0,042	0,31	3,06	0,016	0,038
R (mg/kg)	0,22	2,67	0,011	0,031	0,012	0,030	0,30	2,48	0,013	0,026

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu (loại mẫu, nguồn gốc mẫu, ký hiệu);
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- ngày và kiểu quy trình lấy mẫu (nếu biết);
- ngày nhận mẫu trong phòng thử nghiệm;
- ngày thử nghiệm;
- kết quả thử nghiệm và các đơn vị biểu thị;
- các điểm cụ thể quan sát được trong quá trình thử nghiệm;
- mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Dữ liệu về độ chụm

INRA, Pháp, hướng dẫn phép thử liên phòng thử nghiệm năm 1998. Phù hợp với TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), dữ liệu độ chụm thu được như sau:

Bảng A.1 – Dữ liệu độ chụm đối với carbendazim

	Táo	Táo	Đậu Pháp	Đậu Pháp	Nấm
Số lượng mẫu	20	20	20	20	20
Số lượng phòng thử nghiệm	10	10	9	10	9
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	10	10	8	10	8
Số phòng ngoại lệ	0	0	2	0	2
Số lượng kết quả chấp nhận được	20	20	16	20	16
Giá trị thêm chuẩn (mg/kg)	0,2	1,0	0,05	0,1	0,1
Giá trị trung bình, \bar{x} , (mg/kg)	0,159	0,653	0,039	0,078	0,084
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r (mg/kg)	0,017	0,142	0,0009	0,011	0,007
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, RSD_r (%)	10,7	21,8	2,3	14,0	8,0
Giới hạn lặp lại, r (mg/kg)	0,048	0,398	0,002	0,030	0,019
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R (mg/kg)	0,032	0,221	0,006	0,021	0,020
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, RSD_R (%)	19,9	33,9	15,0	26,6	24,4
Giới hạn tái lập R (mg/kg)	0,089	0,620	0,016	0,058	0,057
Chỉ số Horrat (RSD_R quan sát/ RSD_R dự kiến)	0,9	2,0	0,6	1,1	1,0

Bảng A.2 – Dữ liệu độ chụm đối với carbendazim

	Nấm	Chanh tây	Chanh tây	Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh	Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh
Số lượng mẫu	20	20	20	20	20
Số lượng phòng thử nghiệm	9	10	10	10	10
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	9	10	10	10	10
Số phòng ngoại lệ	0	0	0	0	0
Số lượng kết quả chấp nhận được	18	20	20	20	20
Giá trị thêm chuẩn (mg/kg)	1,0	0,5	1,0	0,02	0,1
Giá trị trung bình, \bar{x} , (mg/kg)	0,656	0,394	0,724	0,017	0,083
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r (mg/kg)	0,167	0,048	0,113	0,002	0,008
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, RSD_r (%)	25,4	12,1	15,6	10,2	9,6
Giới hạn lặp lại, r (mg/kg)	0,467	0,134	0,316	0,005	0,022
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R (mg/kg)	0,248	0,103	0,165	0,004	0,014
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, RSD_R (%)	37,9	26,2	22,8	25,2	16,7
Giới hạn tái lập R (mg/kg)	0,696	0,288	0,463	0,012	0,039
Chỉ số Horrat (RSD_R quan sát/ RSD_R dự kiến)	2,2	1,4	1,4	0,8	0,7

Bảng A.3 – Dữ liệu độ chụm đối với thiabendazole

	Táo	Táo	Đậu Pháp	Đậu Pháp	Nấm
Số lượng mẫu	20	20	20	20	20
Số lượng phòng thử nghiệm	10	10	8	10	7
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	10	10	7	10	7
Số phòng ngoại lệ	0	0	2	0	0
Số lượng kết quả chấp nhận được	20	20	14	20	14
Giá trị thêm chuẩn (mg/kg)	0,5	5,0	0,02	0,05	0,02
Giá trị trung bình \bar{x} (mg/kg)	0,382	3,52	0,016	0,039	0,017
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r (mg/kg)	0,055	0,697	0,001	0,006	0,002
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, RSD_r (%)	14,3	19,8	7,7	15,1	9,1
Giới hạn lặp lại, r (mg/kg)	0,153	1,19	0,003	0,017	0,004
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R (mg/kg)	0,079	0,954	0,004	0,011	0,004
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, RSD_R (%)	20,6	27,1	25,1	28,0	23,9
Giới hạn tái lập R (mg/kg)	0,220	2,67	0,011	0,031	0,012
Chỉ số Horrat (RSD_R quan sát/ RSD_R dự kiến)	1,1	2,0	0,8	1,1	0,8

Bảng A.4 – Dữ liệu độ chụm đối với thiabendazole

	Nấm	Chanh tây	Chanh tây	Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh	Thực phẩm dành cho trẻ sơ sinh
Số lượng mẫu	20	20	20	20	20
Số lượng phòng thử nghiệm	9	10	10	9	10
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	9	10	10	8	10
Số phòng ngoại lệ	0	0	0	2	0
Số lượng kết quả chấp nhận được	18	20	20	16	20
Giá trị thêm chuẩn (mg/kg)	0,05	0,5	5,0	0,02	0,05
Giá trị trung bình, \bar{x} , (mg/kg)	0,042	0,313	3,06	0,016	0,038
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r (mg/kg)	0,009	0,047	0,408	0,001	0,006
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, RSD_r (%)	21,4	15,2	13,3	8,3	14,9
Giới hạn lặp lại, r (mg/kg)	0,025	0,133	1,14	0,004	0,016
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R (mg/kg)	0,011	0,108	0,884	0,005	0,009
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, RSD_R (%)	25,4	34,7	28,9	30,6	23,8
Giới hạn tái lập R (mg/kg)	0,030	0,304	2,48	0,013	0,026
Chỉ số Horrat (RSD_R quan sát/ RSD_R dự kiến)	1,0	1,8	2,1	1,0	0,9

Phụ lục B

(Tham khảo)

Các điều kiện vận hành HPLC khác

Phương pháp tách carbendazim và thiabendazole bằng HPLC có thể cũng được tiến hành bằng cách sử dụng cột tách pha đảo bền với kiềm:

Cột phân tích: dài 150 mm, đường kính trong 4 mm, được nhồi bằng Supelcogel ODP-50²⁾, cỡ hạt 5 µm.

Pha động: dung dịch diamoni cacbonat (9,6 g/l)/metanol (3,4), tỷ lệ 55 : 45 (thể tích). Trước khi sử dụng, lọc hỗn hợp qua bộ lọc màng (4.7).

²⁾ Supelcogel là tên thương mại của sản phẩm được cung cấp từ Supelco, Bellefonte, PA, Mỹ. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không ấn định phải sử dụng chúng. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho các kết quả tương đương.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
- [2] B. Ohlin, M.-A. Piédallu: Collaborative studies on two CEN/TC 275/WG 4 draft methods, pp. 1 – 21. National Food Administration, Box 622, Uppsala, Sweden, 1999-03-04.
- [3] M. Caron, H. Diserens: Determination of benomyl, carbendazim and thiabendazole in fruits. Laboratory News No 72, pp. 29-37, 1995. Nestlé Research Center, Switzerland.
-