



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

CHẾ

Phương pháp xác định dư lượng thuốc
trừ dịch hại dimethoat

TCVN 5161-90

HA NOI

Cơ quan biên soạn:

Trung tâm kiểm dịch hóa chất bảo vệ thực vật,
Cục trồng trọt và bảo vệ thực vật

Cơ quan đề nghị ban hành:

Bộ Nông nghiệp và Công nghiệp thực phẩm

Cơ quan trình duyệt:

Tổng cục Tiêu chuẩn-Đo lường-Chất lượng

Cơ quan xét duyệt và ban hành :

Ủy ban Khoa học Nhà nước

Quyết định ban hành số 736/QĐ ngày 31 tháng 12
năm 1990

CHÈ	
Phương pháp xác định	TCVN 5161-90
Dư lượng thuốc trừ dịch hại DIMETHOAT	
TEA	Khuyến khích
Method for residue determination of	áp dụng
Dimethoat	

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định dư lượng Dimethoat trong sản phẩm chè.

1. Lấy mẫu

Theo TCVN 1700-86

2. Dụng cụ và hoá chất

2.1. Dụng cụ theo TCVN 5158-90

2.2. Hoá chất

- Dimethoat chuẩn 99%;
- Rượu metylic TK.PT;
- Clorofom TK.PT;
- n- Hexan TK.PT;
- Axeton TK.PT;
- Natri sunfat khan TK.PT;
- Natri clorua TK.PT;
- Benzen TK.PT;
- Brom lỏng TK.PT;
- Silicagen 60G -(sắc ký lớp mỏng);
- Công gô đỏ chỉ thị;

3. Xử lý mẫu

3.1. Chuẩn bị mẫu và chiết suất

Cân 50g mẫu đã nghiền nhỏ vào một bình nón 300ml, cho 100ml rượu metylic và 20-30 ml nước cất vào, lắc bằng máy lắc một giờ, Lọc qua máy hút chân không với phễu Buchner. Bã còn lại cho vào bình tam giác, thêm 50ml rượu metylic vào

và lắc lên thứ hai trong 30 phút. Toàn bộ dịch lọc tập trung vào bình cầu 500ml, chung cất quay chân cô cạn còn khoảng 10-20ml với nhiệt độ nổi cách thủy dưới 40°C. Dung dịch còn lại cho vào 10ml natri clorua bão hòa.

3.2. Tinh chế

Chuyển dịch chiết natri clorua bão hòa vào bình lắng 150 ml và chiết ba lần, mỗi lần 50ml clorofom, loại bỏ pha nước ở dưới, lớp clorofom ở trên được tập trung lại, cho vào đó 30 g natri sunfat khan, lắc ba phút và để yên 10 phút, lọc dung dịch rồi chung cất quay chân không đến còn 2 ml, chuyển sang bình nhọn và lại chung cất quay chân không cho đến khô.

4. Phương pháp xác định

4.1. Chuẩn bị bản mỏng

Dùng 5 tấm kính 20 x 20 cm, rửa sạch bằng xà phòng, tráng hai lần bằng nước cất, đặt lên giá cho khô. Cân 30 g Silicagen 60G cho vào bình nón cỡ 300 ml, thêm 70ml nước cất, lắc đều hai phút rồi đổ vào dụng cụ tráng lớp mỏng để điều chỉnh đủ để tráng lên 5 miếng kính 20 x 20 cm. Sau khi tráng xong, đặt các bản mỏng ở vị trí thật thẳng bằng ở nhiệt độ phòng cho đến khô rồi mới cho vào tủ sấy. Khi nhiệt độ tủ sấy đạt đến 110°C thì sấy tiếp một giờ ở nhiệt độ đó. Xếp bản mỏng vào giá và đặt trong bình hút ẩm để bảo quản và dùng dần.

4.2. Chuẩn bị các dung dịch

4.2.1. Dung dịch chuẩn

Cân 20 mg với độ chính xác 0,0002g chuẩn vào bình định mức 20ml, hòa tan chuẩn bằng một ít axeton, lắc nhẹ cho chuẩn tan rồi định mức về vạch. Đậy nút kín, lắc đều và bảo quản trong tủ lạnh, giá trị sử dụng một tháng.

4.2.2. Dung dịch khai triển sắc ký

Pha hệ dung môi Benzen: Axeton, tỷ lệ 2:1 về thể tích, cho vào bình sắc ký và đậy kín nắp bình để bão hòa.

4.2.3. Dung dịch phát hiện

Dùng Công gô đỏ để phát hiện các chấm trên lớp mỏng.

Cách pha dung dịch Công gô đỏ: hòa tan 0,5 g Công gô đỏ trong 50ml nước ethylic và 50ml nước cất, lọc qua giấy lọc vào một lọ 100ml. Đậy kín để dùng thường xuyên.

4.3. Tiến hành sắc ký

Lấy một bản mỏng để chuẩn bị sẵn, cạo lớp Silicagen ở hai mép bên cạnh sâu vào 1ml. Dùng thước đo đánh dấu các vị trí sẽ chấm mẫu thử và mẫu chuẩn lên lớp mỏng (các chấm cách nhau từ 2,5 - 3 cm, cách mép dưới 1,5 cm và cách hai mép bên từ 1,2 - 1,5 cm). Mỗi bản mỏng như vậy có thể chấm từ 6-8 chấm.

Lấy chính xác 0,5 ml axeton cho vào cặn mẫu thử (mục 3.2), đậy nút kín, lắc đều cho tan cặn và tập trung xuống đáy bình nhọn. Dùng bơm tiêm bút mẫu thử và chấm lên lớp mỏng ở hai vị trí đã định. Vết thứ nhất chấm 20 microlit, và vết thứ hai chấm 30 microlit. Các vị trí khác chấm dung dịch chuẩn với thể tích tăng dần từ 10, 20, 30, 40 microlit. Khi chấm phải khống chế đường kính của vết không quá 3 mm. Sau khi chấm xong, đặt mép dưới bản mỏng vào bình sắc ký có sẵn dung dịch khai triển, đậy nắp có bôi Vaselin để đảm bảo thật kín.

Khi dung môi ngấm lên còn cách mép trên khoảng 2cm thì lấy bản mỏng ra, đánh dấu ngay tuyến dung môi, rồi đặt vào tủ sấy 30 phút cho bay hết dung môi.

4.4. Nhận biết

Dùng bình hút ẩm 400 x 250mm trong có đặt một lọ brom

lông, mở nút lọ đến khi hơi brom bão hòa trong bình thì đặt bản mỏng vào. Đậy kín nắp bình hút ẩm. Sau 15 phút, lấy bản mỏng ra, đặt vào tủ hút 15 phút cho hơi brom bay đi. Sau đó phun với dung dịch phết hiện. Các vết mẫu và chuẩn sẽ xuất hiện màu xanh lam trên nền đỏ thẫm.

5. Tính kết quả

5.1. Hiệu suất thu hồi tính bằng %(X) theo công thức:

$$X \% = \frac{X_R - X_0}{X_A} \times 100$$

trong đó:

X_R : lượng hoạt chất tìm thấy trong mẫu trắng đã cho thêm hoạt chất

X_0 : lượng hoạt chất tìm thấy trong mẫu trắng

X_A : lượng hoạt chất đưa vào mẫu trắng

X : % thu hồi

5.2. Xác định dư lượng thuốc trừ dịch hại

Bằng cách so sánh trực tiếp độ đậm nhạt của vết giữa mẫu chuẩn và mẫu thử, ta rút ra lượng thuốc trừ dịch hại là bao nhiêu microgam/ vết, từ đó tính ra dư lượng thuốc trừ dịch hại có trong sản phẩm.

Bình thường, nếu các vết của mẫu thử nằm trong khoảng thang chuẩn thì ta có thể rút ra được kết quả ngay.

Song có trường hợp vết nhỏ nhất của mẫu thử có giá trị lớn hơn vết lớn nhất của mẫu chuẩn thì phải ước lượng để rút bớt lượng mẫu thử khi làm sắc ký lần sau.

Cũng có trường hợp vết lớn nhất của mẫu thử có giá trị nhỏ hơn vết bé nhất của mẫu chuẩn thì phải tăng lượng mẫu thử để chấm lên lớp mỏng.

Có nghĩa là ta phải tạo được các vết của mẫu thử có hàm lượng nằm trong khoảng giới hạn của thang chuẩn. Sau khi khẳng định được nồng độ của vết theo thang chuẩn thì tính kết quả theo công thức sau:

$$R = \frac{X_M}{M} \times \frac{100}{X\%} \text{ mg/kg}$$

trong đó:

R: dư lượng thuốc trừ dịch hại trong sản phẩm chè (mg/kg).

X_M : lượng hoạt chất tìm thấy trên lớp mỏng tính theo microgam

M: Số gam nông sản tương ứng với thể tích dịch chiết đã chấm lên một vết trên sắc ký lớp mỏng được chọn để rút ra kết quả.

5.3. Các giá trị khác

- Trị số Rf : 0,44
- Giới hạn phát hiện : 1 µg
- Hiệu suất thu hồi (recovery): 90%