

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5618-1991

NGŨ CỐC

Phương pháp xác định dư lượng dimethoat

(Bi - 58)

HÀ NỘI

NGŨ CỐC

Phương pháp xác định dư lượng Dimethoat
(Bi - 58)

Cereals

Method for determination of residue
Dimethoate

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định dư lượng Dimethoate (Bi-58) trong ngũ cốc bằng phương pháp sắc ký lớp mỏng (SKLM).

1. Nguyên lý :

Dư lượng Dimethoate bị nhiễm lẫn trong ngũ cốc được chiết tách khỏi mẫu bằng Axeton và n-Hexan, sau đó làm sạch bằng cách cho qua cột Florisil đã làm mất hoạt tính và phản hấp phụ bằng hệ dung môi rửa giải (3.2.15). Xác định dư lượng Dimethoate trên sắc ký lớp mỏng bằng cách so sánh R_f và màu sắc vết mẫu với vết Dimethoate chuẩn sau khi phun thuốc hiện màu đặc hiệu. Giới hạn phát hiện là 0,01 mg/kg mẫu (0,01 ppm).

2. Phương pháp lấy mẫu :

Lấy mẫu theo TCVN 5139 - 90 (CAC - PR5 - 1984).

3. Dụng cụ và hoá chất :

- | | | |
|--------|---------------------------------|-------------------|
| 3.1 | Dụng cụ | |
| 3.1.1 | Máy nghiền mẫu hoặc cối chày sứ | |
| 3.1.2 | Máy lắc | |
| 3.1.3 | Máy cắt quay chân không | |
| 3.1.4 | Bơm hút chân không | |
| 3.1.5 | Bình cầu đáy tròn | 250; 500 ml |
| 3.1.6 | Bình tam giác nút mài | 300; 500 ml |
| 3.1.7 | Bình định mức | 10; 50; 100 ml |
| 3.1.8 | Bình gạn | 250; 500; 1000 ml |
| 3.1.9 | Bình chạy sắc ký | |
| 3.1.10 | Bình hút âm | |

- 3.1.11 Cột sắc ký có khóa 400 x 20 mm
- 3.1.12 Ống đong 10; 50; 100 ml
- 3.1.13 Phễu thủy tinh 18 x 20 mm
- 3.1.14 Phễu Buchner
- 3.1.15 Giấy lọc
- 3.1.16 Kính đê trắng lớp mỏng 20 x 20 cm
- 3.1.17 Dụng cụ tráng bản mỏng
- 3.1.18 Dụng cụ phun sắc ký
- 3.1.19 Nồi cách thủy
- 3.1.20 Dụng cụ sấy khô bản mỏng (Máy sấy tốc)
- 3.1.21 Bơm tiêm micro 10; 25; 50 μ l
- 3.1.22 Bình quả lê 25 ml

3.2 Hoá chất :

Tất cả hoá chất phải là loại "tinh khiết phân tích".

- 3.2.1 Dimethoate chuẩn
- 3.2.2 Axeton
- 3.2.3 n-Hexan
- 3.2.4 Natri sunfat khan
- 3.2.5 Florisil cỡ hạt 60 - 100 mesh
- 3.2.6 Silicagen 60 - G (Dùng cho sắc ký lớp mỏng)
- 3.2.7 Cồn Metylic
- 3.2.8 Palladi clorua
- 3.2.9 Ete etylic
- 3.2.10 Ete dầu hỏa (30 - 60°C)
- 3.2.11 Natri clorua
- 3.2.12 Pha hệ dung môi khai triển :

Hệ dung môi triển khai là n-hexan axeton 7 : 3. Đong 70 ml n-hexan và 30 ml axeton, rót vào bình triển khai sắc ký lắc đều, đậy nắp lại.

3.2.13 Pha dung dịch thuốc thử hiện màu :

Cân 0,2 g palladi clorua cho vào bình định mức 100 ml. Thêm vào đó 40 - 50 ml dung dịch axit clohydric 0,01N. Đặt bình lên nồi cách thủy 60 - 70°C và lắc đều cho

tới khi tan hoàn toàn. Thêm dung dịch axit clohydric 0,01N đến vạch định mức. Lọc và bảo quản dung dịch ở chỗ lạnh trong vài tháng.

3.2.14 Pha dung dịch dimethoate chuẩn (100 μ g/1 ml) :

Cân 10 mg dimethoate chuẩn cho vào bình định mức 100ml hoà bằng n-Hexan đến vạch định mức. Bảo quản trong bình kín ở điều kiện lạnh.

3.2.15 Pha hệ dung môi rửa giải: Theo TCVN 5623-1991

4. Chuẩn bị cột sắc ký : Theo TCVN 5623-1991

5. Chuẩn bị bản mỏng : Theo TCVN 5623-1991

6. Chuẩn bị mẫu :

6.1 Chiết xuất mẫu: Theo TCVN 5623-1991

6.2 Làm sạch mẫu : Theo TCVN 5623-1991

7. Xác định dư lượng dimethoate bằng sắc ký lớp mỏng :

Dùng thước kẻ và bút chì nhọn đánh dấu vạch xuất phát cách mép dưới bản mỏng 1,5 cm và hai bên thành 1,5 cm để tránh hiện tượng bờ. Dùng bơm tiêm vi lượng chấm các mẫu thử và chuẩn lên bản mỏng, các vết cách nhau 1,5 cm. Chấm xen kẽ mẫu thử với mẫu chuẩn để sau khi hiện màu dễ so sánh và nhận xét kết quả. Dùng bơm tiêm micro riêng cho từng loại nồng độ và dịch chiết. Trên bản mỏng chấm 3 vết chuẩn với thể tích 50; 100; 150 μ l, tương ứng với 3 nồng độ 5; 10; 15 μ g. Để có kết quả tốt cần chấm sao cho các vết có đường kính nhỏ hơn 3 mm. Đặt bản mỏng vào bình sắc ký đã chứa sẵn một lớp 1 cm dung môi triển khai (3.2.12) và đậy nắp lại. Cần để bình sắc ký bão hoà hơi dung môi triển khai trước khi chạy. Khi dung môi triển khai lên cách mép trên của bản mỏng khoảng 1,5 cm, lấy bản mỏng ra, để bay hơi dung môi trong tủ hút. Phun dung dịch thuốc thử hiện màu palladi clorua (3.2.13), sau 3 đến 5 phút vết sẽ xuất hiện với màu vàng. Nếu dư lượng dimethoate trong mẫu ít thì vết xuất hiện với màu nâu nhạt.

8. Xử lý kết quả :

Hàm lượng dimethoate (X) tính bằng miligam trong 1 kg mẫu

tính theo công thức sau :

$$X = \frac{Cc.Vc.Vo}{V_1.m}$$

Trong đó :

- m - Khối lượng mẫu dùng để phân tích tính bằng gam (50g).
- Cc - Hàm lượng dimethoate có trong 1 ml dung dịch chuẩn ($\mu\text{g/ml}$).
- Vc - Thể tích dung dịch chuẩn đem chấm lên bản mỏng có cùng cường độ màu với thể tích dịch chiết mẫu thử V_1 chấm trên bản mỏng (ml).
- V_1 - Thể tích dịch chiết mẫu thử đem chấm lên bản mỏng (ml).
- Vo - Thể tích dịch chiết được hoà tan ra sau khi làm sạch (ml).

Màu sắc của vết có thể nhận thấy một cách rõ nét nhất khi trong vết chấm có trên 5 μg dimethoate.

Trị số Rf của dimethoate là 0,22. Độ nhạy của phương pháp là 0,5 μg trong vết chấm. Hiệu suất thu hồi của phương pháp là $86 \pm 2\%$.