TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

M

TCVN 5620-1991

NGŨ CỐC

Phương pháp xác định dư lượng Diazinon

THƯ VIỆN
CỤC

HÀ NỘI

NGŨ CỐC

Phương pháp xác định dư lượng Diazinon

Cereals - Method for determination of Residue Diazinon

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định dư lượng Diazinon (Basudin) trong ngũ cốc bằng phương pháp sắc ký lớp mỏng (SKLM).

1. Nguyên lý :

Dư lượng Diazinon 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 (3-2-20). Xác định dư lượng Diazinon trên sắc ký lớp mỏng bằng cách so sánh Rf và màu sắc vết mẫu với vết Diazinon chuẩn sau khi phun thuốc hiện màu đặc hiệu. Giới hạn phát hiện là 0,1 mg/kg mẫu (0,1 ppm).

2. Lấy mẫu :

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

3. Dụng cụ và hoá chất :

3.1. Dụng cụ

Máy nghiền mẫu hoặc cối chày sứ
Máy lắc
Máy cất quay chân không
Bơm hút chân không
Bình cầu đáy tròn 250; 500 ml
Bình tam giác nút mài 300; 500 ml
Bình định mức 10; 50; 100 ml
Bình gạn 250;500;1000 ml
Bình chạy sắc ký
Bình hút ẩm
Cột sắc ký có khoá 400 x 20 mm
Ống đong 10; 50; 100 ml

Phễu thủy tinh 18 x 20 mm
Phễu Buchner
Giấy lọc
Kính để tráng lớp mỏng 20 x 20 cm
Dụng cụ tráng bản mỏng
Dụng cụ phun sắc ký
Nồi cách thủy
Dụng cụ sấy khô bản mỏng
Bơm tiêm vi lượng 10; 25; 50 µl
Bình quả lê 25 ml
Đèn tử ngoại 254 - 364 nm

3.2. Hoá chất :

Tất cả hoá chất đều phải là loại tinh khiết phân tích (TKPT).

Diazinon chuẩn
Axeton
n-Hexan
Natri sunfat khan
Florisil cỡ hạt 60 - 100 mesh
Silicagen 60-G (SKIM)
Cồn etylic
Bông thủy tinh
Nitrat bạc
Ete dầu hoả (30 - 60°C)
Natri clorua
Amoni hydroxit
Bromophenol tím
Axit xitric

Ete etylic

Pha hệ dung môi khai triển : Theo TCVN 5623-1991

Pha dung dịch thuốc thử hiện màu :

Cân 0,5 g bạc nitrat hoà tan vào 5 ml nước cất, sau đó thêm vào 7 ml amoniac và axeton vừa đủ đến vạch định mức. Dung dịch pha trong ngày.

Cân 0,5 g bromophenol tím hoà tan vào 100 ml axeton. Lấy 10 ml dung dịch bromophenol tím trên, thêm 90 ml dung dịch bạc nitrat vào. Dung dịch trên bảo quản trong bóng tối chỗ thoáng mát.

Cân 2 g axit xitric hoà vào 100 ml nước. Dung dịch được dùng sau khi phun dung dịch thử hiện màu (3-2-18-2).

Pha dung dịch diazinon chuẩn (100 µg/1 ml) :

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

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 : Theo TCVN 5623-1991

6.1. Chiết xuất mẫu : Theo 5623-1991

6.2. Làm sạch mẫu : Theo TCVN 5623-1991

7. Xác định dư lượng diazinon 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 micro 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 vi lượng riêng cho từng loại nồng độ và dịch chiết. Trên bản mỏng chấm 3 vết chuẩn với thể tích sau : 50; 100; 150 µl tương ứng với các nồng độ 5; 10; 15 µg. Để có kết quả tốt cần chấm sao cho các vết có đường kính < 3 mm. Đặt bản mỏng vào bình sắc ký đã chứa sẵn một lớp 1 cm dung môi triển khai (3-2-17) 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 hốt. Phun dung dịch thuốc thử hiện màu bromophenol tím trong dung dịch bạc nitrat

(3-2-18-2). Sấy khô bản mỏng khoảng 5 phút trong tủ sấy ở 110°C. Lấy bản mỏng ra và phun tiếp axit xitric 2% (3-2-18-3) để làmsáng nền bản mỏng. Đặt bản mỏng dưới đèn tử ngoại bước sóng 254 - 356nm cách đèn 10 cm. Vết Diazinon sẽ xuất hiện màu tím hồng trên nền vàng nhạt.

8. Xử lý kết quả :

Hàm lượng Diazinon (X) tính bằng miligram trong 1 kg mẫu được tính theo công thức sau (mg/kg) :

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

Trong đó :

m - Khối lượng mẫu dùng để phân tích tính bằng gam (50 g).

Cc - Hàm lượng diazinon có trong 1 ml dung dịch chuẩn (µg/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 15 µg diazinon.

Trị số Rf của diazinon là 0,40. Độ nhạy của phương pháp là 5 µg trong vết chấm. Hiệu suất tạu hồi của phương pháp là 85±5%.