

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11480:2016

**NƯỚC UỐNG -
XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LÓNG SỬ DỤNG DETECTOR UV**

*Drinking water - Determination of pesticides residues -
Liquid chromatographic method with ultraviolet detector*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11480:2016 được xây dựng trên cơ sở tham khảo
AOAC 992.14 *Pesticides in finished drinking water. Liquid
chromatographic method with ultraviolet detector;*

TCVN 11480:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia
TCVN/TC/F9 Đồ uống biến soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Nước uống - Xác định dư lượng thuốc bảo vệ thực vật - Phương pháp sắc ký lỏng sử dụng detector UV

*Drinking water - Determination of pesticides residues -
Liquid chromatographic method with ultraviolet detector*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sắc ký lỏng sử dụng detector UV để xác định 18 loại thuốc bảo vệ thực vật và các chất chuyển hóa có dài nồng độ trung bình thấp (cỡ nanogam trên millilit) trong nước uống.

Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm được nêu trong Phụ lục B.

2 Nguyên tắc

Chiết lượng mẫu xác định với diclometan bằng cách lắc trong phễu chiết hoặc lắc trong chai trộn, sử dụng máy lắc cơ học. Dịch chiết diclometan được tách riêng, làm khô bằng natri sulfat khan, được cô cạn và hòa tan bằng metanol. Các dư lượng thuốc bảo vệ thực vật được tách ra và được đo bằng sắc ký lỏng sử dụng detector UV.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hai lần không chứa các chất nhiễm bẩn có thể làm cản trở quá trình xác định các chất cần phân tích, trừ khi có quy định khác. Các dung môi được chưng cất trong dụng cụ thủy tinh hoặc loại tương đương.

3.1 Diclometan (metylen clorua, CH_2Cl_2).

3.2 Hexan.

3.3 Metanol.

3.4 Natri sulfat (Na_2SO_4) khan, dạng hạt

Nung natri sulfat trong đĩa ở nhiệt độ 450 °C trên 4 h để loại bỏ các hợp chất hữu cơ gây nhiễu.

3.5 Natri clorua (NaCl), dạng tinh thể

Nung natri clorua trong đĩa ở nhiệt độ 450 °C trên 4 h để loại bỏ các hợp chất hữu cơ gây nhiễu.

3.6 Dung dịch đệm phosphat, $\text{pH} = 7$

Trộn 29,6 ml dung dịch axit clohydric 0,1 M với 50 ml dung dịch dikali hydro phosphat (K_2HPO_4) 0,1 M.

3.7 Dung dịch axit phosphoric (H_3PO_4), 0,1 % (khối lượng).

3.8 Dung dịch bảo quản, dung dịch thủy ngân (II) clorua (HgCl_2) trong nước, 10 mg/ml.

CÀNH BÁO – Thủy ngân (II) clorua là chất độc và có khả năng gây ung thư. Cần mang thiết bị bảo vệ thích hợp để tránh hít phải hoặc hấp thụ qua da.

3.9 Dung dịch chuẩn gốc

Sử dụng các chất chuẩn có độ tinh khiết lớn hơn 96 % để chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc thuốc bảo vệ thực vật có nồng độ 1 mg/ml trong metanol. Có thể sử dụng các dung dịch chuẩn gốc đã được chuẩn bị sẵn ở nồng độ bất kỳ nếu các dung dịch này đã được chứng nhận. Bảo quản các dung dịch này ở nhiệt độ phòng trong các lọ có nắp vặn đậy kín bằng TFE-fluorocarbon và tránh ánh sáng. Không sử dụng các dung dịch chuẩn gốc sau khi chuẩn bị hai tháng hoặc khi có dấu hiệu suy giảm chất lượng.

3.10 Dung dịch chuẩn nội, etylbenzen trong metanol, nồng độ 2,0 mg/ml

Chuẩn bị dung dịch từ etylbenzen có độ tinh khiết lớn hơn 98 %.

3.11 Dung dịch thay thế, carbazol trong metanol, nồng độ 0,1 mg/ml

Chuẩn bị dung dịch từ carbazol có độ tinh khiết lớn hơn 98 %. Bảo quản dung dịch thay thế trong chai có nắp vặn đậy kín bằng TFE-fluorocarbon ở nhiệt độ phòng.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Chai đựng mẫu, bằng thủy tinh borosilicat, dung tích 1 lít, có nắp vặn được lót tetrafluoroetylén (TFE)-fluorocarbon. Ngâm miếng lót qua đêm trong metanol trước khi dùng.

4.2 Phễu chiết, bằng thủy tinh borosilicat, dung tích 2 lít, có van khóa bằng TFE-fluorocarbon và có nắp thủy tinh mài hoặc có lớp lót bằng TFE-fluorocarbon.

4.3 Chai trộn, bằng thủy tinh borosilicat khả năng chiết thấp, dung tích 1,7 lít, có nắp vặn được lót TFE-fluorocarbon. Cắt miếng TFE-fluorocarbon vừa với nắp. Ngâm miếng lót qua đêm trong metanol trước khi dùng.

4.4 Bình nón, bằng thủy tinh borosilicat, dung tích 500 ml.

4.5 Cột khô, dài 400 mm × đường kính trong 19 mm, có đĩa thủy tinh xốp.

4.6 Bộ làm bay hơi dung môi Kuderna-Danish, gồm có:

4.6.1 Ống cô đặc, bằng thủy tinh borosilicat, dung tích 10 ml hoặc 25 ml, được chia vạch, dạng côn chuẩn khớp nối cỡ 19/22. Kiểm tra việc hiệu chuẩn ống này với các thể tích được sử dụng. Dùng nút thủy tinh mài để tránh làm bay hơi dịch chiết.

4.6.2 Bình làm bay hơi, bằng thủy tinh borosilicate, dung tích 500 ml, có dạng côn chuẩn khớp nối cỡ 20/40, đáy dạng côn chuẩn khớp nối cỡ 19/22, bình được lắp kín với ống cô đặc (4.4.1) bằng lò xo.

4.6.3 Cột Snyder, loại 3 bì macro, dài 218 mm, dạng côn chuẩn khớp nối cỡ 24/40 và loại 2 bì micro, dài 170 mm, dạng côn chuẩn khớp nối cỡ 19/22.

4.7 Lọ (vial), bằng thủy tinh, dung tích từ 5 ml đến 10 ml, nắp vặn có lót TFE-fluorocarbon.

4.8 Xyranh, dùng một lần, bằng thủy tinh, đầu tip được để đông lạnh, dung tích 2,5 ml.

4.9 Máy lắc phễu chiết, có thể giữ phễu chiết 2 lít (4.2) và lắc phễu theo chuyển động tròn để trộn đều các lượng chứa trong phễu.

4.10 Bộ trộn, có thể giữ các chai trộn ở tốc độ 30 r/min.

4.11 Hạt đun sôi, carborundum, cỡ hạt No.12, được nung 30 min ở 400 °C trước khi sử dụng. Làm nguội và bảo quản trong bình hút ẩm.

4.12 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ từ 18 °C đến 21°C, dao động ± 2 °C, sử dụng trong tủ hút.

4.13 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,000 1 g.

4.14 Bộ lọc macro

4.14.1 Màng lọc cellulose axetat, đường kính 47 mm, không chia ô, dùng cho pha nước.

4.14.2 Màng lọc PTFE, đường kính 47 mm, không chia ô, dùng cho pha hữu cơ.

4.15 Bộ lọc micro, gồm có xyranh (4.8) được gắn với giá đỡ. Sử dụng màng lọc PTFE cỡ lỗ 0,45 µm, diện tích lọc 0,2 cm².

4.16 Hệ thống sắc ký lỏng (LC)

4.16.1 Xyranh áp lực cao hoặc vòng bơm mẫu, có thể bơm từ 10 µl đến 100 µl.

4.16.2 Cột phân tích.

4.16.2.1 **Cột ban đầu**, dài 250 mm×đường kính trong 4,6 mm, bằng thép không gỉ được nhồi ODS cỡ hạt 5 µm.

4.16.2.2 **Cột khẳng định**, dài 250 mm×đường kính trong 4,6 mm, bằng thép không gỉ được nhồi silica cỡ hạt 5 µm.

4.16.3 **Hệ thống bơm gradient**, có tốc độ dòng không đổi.

4.16.4 **Detector UV**, có thể đo được ở bước sóng 254 nm.

4.16.5 **Bộ ghi đồ thị**.

4.17 **Bình định mức**, dung tích 10 ml và 100 ml.

4.18 **Óng đong**, được chia vạch, dung tích 1 000 ml.

5 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Các bên liên quan tự thỏa thuận về việc lấy mẫu.

6 Cách tiến hành

6.1 Lấy mẫu phòng thử nghiệm

Cho 1 ml dung dịch bảo quản (3.8) vào chai đựng mẫu (4.1). Lấy 1 lít mẫu phòng thử nghiệm cho vào chai, đậy nắp và lắc mạnh trong 1 min. Làm lạnh mẫu ở nhiệt độ 4 °C từ khi lấy mẫu cho đến khi chiết, tránh ánh sáng. Chiết mẫu trong vòng 28 ngày sau khi lấy mẫu.

6.2 Chuẩn bị mẫu

6.2.1 Quy trình chiết tự động

Cho dung dịch bảo quản (3.8) vào các mẫu phòng thử nghiệm chưa bổ sung chất bảo quản. Đánh dấu mức nước trên thành chai đựng mẫu để dùng cho phép xác định thể tích mẫu tiếp theo. Thêm 50 µl

dung dịch thay thế (3.11) vào mẫu phòng thử nghiệm trước khi chiết để có nồng độ dung dịch thay thế trong mẫu thử là 5,0 µg/l và trong dịch chiết là 1,0 µg/ml. Nếu sử dụng máy lắc phễu chiết cơ học (4.9) thì rót toàn bộ mẫu vào phễu chiết (4.2). Nếu dùng bộ trộn cơ học (4.10) thì rót toàn bộ mẫu vào chai trộn (4.3). Thêm 50 ml dung dịch đệm phosphat (3.6). Kiểm tra pH của dung dịch bằng giấy pH và chỉnh đến pH 7 bằng cách thêm dung dịch axit sulfuric loãng hoặc dung dịch natri hydroxit loãng, nếu cần.

Cho 100 g natri clorua (3.5) vào phần mẫu thử, đậy kín và lắc để hòa tan muối. Thêm 300 ml diclometan (3.1) vào chai đựng mẫu rỗng, đậy kín và lắc 30 s để tráng chai. Chuyển nước tráng vào dung dịch mẫu thử đựng trong phễu chiết hoặc chai trộn, đậy kín và lắc 10 s, xả khí thường xuyên. Lặp lại quá trình lắc và xả khí cho đến khi không quan sát thấy áp suất thoát ra trong khi xả khí. Đậy kín và đặt vật chứa phần mẫu thử vào thiết bị trộn cơ học thích hợp (máy lắc phễu chiết hoặc bộ trộn). Lắc hoặc trộn 1 h. Dừng lại và quan sát hỗn hợp pha nước và pha hữu cơ đã trộn kỹ trong 2 min.

Sau khi chiết, rót lượng chứa trong chai trộn vào phễu chiết 2 lít (4.2). Để yên 10 min cho tách lớp. Nếu phần nhũ tương trung gian giữa các lớp lớn hơn một phần ba thể tích lớp dung môi thì kết thúc quá trình tách pha bằng các phương pháp cơ học như khuấy, lọc phần nhũ tương qua bông thủy tinh hoặc ly tâm. Thu dịch chiết diclometan (lớp phía dưới) vào bình nón 500 ml (4.4) chứa khoảng 5 g natri sulfat (3.4) Khan. Xoay bình nón để làm khô dịch chiết. Để yên trong 15 min.

Xác định thể tích mẫu phòng thử nghiệm ban đầu bằng cách thêm nước đến vạch vào chai đựng mẫu rồi chuyển vào ống đồng chia vạch 1 000 ml (4.18). Ghi lại thể tích mẫu phòng thử nghiệm, chính xác đến 5 ml.

6.2.2 Quy trình chiết thủ công

Cho dung dịch bảo quản (3.8) vào các mẫu phòng thử nghiệm chưa bổ sung chất bảo quản. Đánh dấu mức nước trên thành chai để dùng cho phép xác định thể tích mẫu tiếp theo. Rót toàn bộ mẫu vào phễu chiết 2 lít (4.2) và thêm 50 µl dung dịch thay thế (3.11) vào 1 lít mẫu trước khi chiết (để nồng độ dung dịch thay thế trong mẫu thử là 5,0 µg/l, trong dịch chiết là 1,0 µg/ml). Thêm 50 ml dung dịch đệm phosphat (3.6). Kiểm tra pH của dung dịch bằng giấy pH và chỉnh đến pH 7 bằng cách thêm dung dịch axit sulfuric loãng hoặc dung dịch natri hydroxit loãng, nếu cần.

Cho 100 g natri clorua (3.5) vào phần mẫu thử, đậy kín và lắc để hòa tan muối. Thêm 60 ml diclometan (3.1) vào chai đựng mẫu phòng thử nghiệm, đậy kín và lắc 30 s để tráng chai. Chuyển nước tráng vào dung dịch mẫu thử đựng trong phễu chiết. Chiết dung dịch mẫu thử bằng cách lắc mạnh phễu trong 2 min đồng thời xả khí thường xuyên để giải phóng áp suất dư. Để yên 10 min cho tách lớp. Nếu phần nhũ tương trung gian giữa các lớp lớn hơn một phần ba thể tích lớp dung môi thì kết thúc quá trình tách pha bằng các phương pháp cơ học như khuấy, lọc phần nhũ tương qua bông thủy tinh hoặc ly tâm. Thu dịch chiết diclometan (lớp phía dưới) vào bình nón 500 ml (4.4) chứa khoảng 5 g natri sulfat (3.4) Khan. Thêm 60 ml diclometan vào chai đựng mẫu phòng thử nghiệm và lặp lại các bước tráng, chuyển và

chiết, sử dụng cùng phễu chiết và gộp các dịch chiết vào cùng một bình nón. Tương tự, tiến hành lần chiết thứ ba với 60 ml diclometan. Xoay bình để làm khô dịch chiết. Để yên trong 15 min.

Xác định thể tích mẫu ban đầu như trong 6.2.1.

6.3 Cô đặc dịch chiết

Lắp bộ làm bay hơi dung môi (4.6) bằng cách gắn ống cô đặc 25 ml (4.6.1) vào bình làm bay hơi 500 ml (4.6.2). Cho hỗn hợp dịch chiết (từ 6.2.1 hoặc 6.2.2) qua cột làm khô chứa khoảng 10 g natri sulfat (3.4) khan, rồi thu lấy dịch chiết vào ống cô đặc. Tráng bình nón và cột bằng 20 ml đến 30 ml diclometan (3.1) để kết thúc quá trình chuyển định lượng.

Thêm một hoặc hai hạt đun sôi (4.11) sạch vào bình làm bay hơi và gắn vào cột macro-Snyder (4.6.3). Làm ướt lại cột bằng khoảng 1 ml diclometan. Đặt bộ làm bay hơi dung môi trên nồi cách thủy (4.12) ở nhiệt độ từ 18 °C đến 21 °C sao cho một phần ống cô đặc ngập trong nước nóng và toàn bộ bề mặt xung quanh thấp hơn của bình chìm trong hơi nóng. Chỉnh vị trí của thiết bị theo phương thẳng đứng và nhiệt độ nước để kết thúc quá trình chuẩn độ trong 15 min đến 20 min. Ở tốc độ chưng cất thích hợp, các bi của cột sẽ chuyển động liên tục, nhưng các khoang sẽ không bị ngập. Khi thể tích của dung dịch đạt khoảng 2 ml, lấy bộ làm bay hơi dung môi ra khỏi nồi cách thủy, để cột ráo nước và để nguội trên 10 min.

Tháo cột macro-Snyder, tráng bình và điểm nối phía dưới bằng 1 ml đến 2 ml metanol (3.3), thu nước tráng vào ống cô đặc. Thêm từ 5 ml đến 10 ml metanol và hạt đun sôi mới. Gắn cột micro-Snyder (4.6.4) vào ống cô đặc và làm ướt lại cột bằng khoảng 0,5 ml metanol. Đặt bộ làm bay hơi có cột micro-Snyder lên nồi cách thủy sao cho một phần ống cô đặc chìm trong nước nóng. Chỉnh thiết bị theo phương thẳng đứng và nhiệt độ nước để kết thúc quá trình cô đặc trong 5 min đến 10 min. Khi thể tích dung dịch khoảng 2 ml, lấy bộ làm bay hơi dung môi ra khỏi nồi cách thủy, để cột ráo nước và để nguội. Tháo cột micro-Snyder và tráng ống cô đặc đồng thời chỉnh thể tích dung dịch đến 5,0 ml bằng metanol.

Thêm 50 µl dung dịch gốc chuẩn nội (3.10) vào dịch chiết phần mẫu thử để thu được dung dịch chuẩn nội làm việc có nồng độ 20 µg/ml. Đậy kín và lắc để phân tán chất chuẩn nội. Chuyển dịch chiết vào lọ có nắp vặn TFE-fluorocarbon kín có kích thước thích hợp. Bảo quản ở 4 °C cho đến khi phân tích. Dịch chiết có thể bền 28 ngày nếu được bảo quản trong các điều kiện này.

6.4 Xác định

Bơm dịch chiết thu được (xem 6.3) vào máy sắc ký. Các điều kiện vận hành sau đây của máy sắc ký được coi là thích hợp:

a) Điều kiện vận hành cột ban đầu:

Gradient tuyển tính từ hỗn hợp axetonitril-nước (tỷ lệ thể tích 25 : 75) với dung dịch axit phosphoric 0,1 % (3.7) đến hỗn hợp axetonitril-nước (tỷ lệ thể tích 90 : 10) trong 25 min; giữ 10 min; đưa về thành phần pha ban đầu và để cân bằng 15 min;

Tốc độ dòng: 1,0 ml/min;

Thể tích bơm: 10 µl.

b) Điều kiện vận hành cột khẳng định:

Giữ pha động 5 % metanol trong hỗn hợp diclometan-hexan (tỷ lệ thể tích 5 : 95) trong 3 min; gradient tuyển tính đến pha động 5 % metanol trong hỗn hợp diclometan-hexan (tỷ lệ thể tích 85 : 15) trong 25 min; đưa về thành phần pha ban đầu và để cân bằng 20 min;

Tốc độ dòng: 1,0 ml/min;

Thể tích bơm: 20 µl.

Các cột được bít kín một đầu hoặc các thiết bị khác nhau có thể cần thay đổi các điều kiện thao tác để thu được độ phân giải tối đa.

6.5 Hiệu chuẩn máy sắc ký lỏng sử dụng detector UV

Các ví dụ về quá trình chiết sử dụng các điều kiện này được nêu trong Phụ lục A.

Đầu tiên, tiến hành hiệu chuẩn năm mức trong dải tuyển tính của detector UV ở bước sóng 254 nm, sử dụng dung dịch chuẩn nội và hệ số đáp ứng tương đối (RRF). RRF được tính theo Công thức (1):

$$RRF = \frac{D_s \times C_{is}}{D_{is} \times C_s} \quad (1)$$

Trong đó:

D_s là diện tích pic của chất chuẩn;

D_{is} là diện tích pic của chất chuẩn nội;

C_s là nồng độ dung dịch chuẩn;

C_{is} là nồng độ dung dịch chuẩn nội.

Nếu giá trị RRF đối với từng chất phân tích trong dải hiệu chuẩn là không đổi (độ lệch chuẩn tương đối RSD ≤ 10 %) thì có thể sử dụng giá trị RRF trung bình để tính kết quả. Nếu không, dựng đường chuẩn của tỷ số đáp ứng của chất phân tích ($A_{\text{dung dịch chuẩn}} / A_{\text{dung dịch chuẩn nội}}$, trong đó A là diện tích hoặc chiều cao pic) theo nồng độ dung dịch chuẩn hiệu chuẩn.

Kiểm tra xác nhận đường chuẩn hoặc RRF hàng ngày bằng cách đo một hoặc hai dung dịch chuẩn hiệu chuẩn. Nếu RRF đối với chất phân tích bất kỳ chênh lệch lớn hơn $\pm 20\%$ so với RRF trung bình trong phép hiệu chuẩn đầu tiên thì lặp lại phép phân tích dung dịch chuẩn một mức với dung dịch chuẩn mới. Nếu không thì chuẩn bị đường chuẩn mới.

7 Tính kết quả

Hàm lượng các thuốc bảo vệ thực vật có trong mẫu thử, C , biểu thị bằng microgam trên lít ($\mu\text{g/l}$), có thể được xác định từ đường chuẩn hoặc được tính theo Công thức (2):

$$C = \frac{A_s \times I_s}{A_{is} \times RRF_{tb} \times V_0} \quad (2)$$

Trong đó:

A_s là đáp ứng đo được đối với chất phân tích;

A_{is} là đáp ứng đối với chất chuẩn nội;

I_s là khối lượng chất chuẩn nội thêm vào từng dịch chiết, tính bằng microgam (μg), xem 6.3;

V_0 là thể tích mẫu phòng thử nghiệm dùng để chiết, tính bằng lít;

RRF_{tb} là giá trị trung bình của các hệ số đáp ứng tương đối tính được theo Công thức (1).

8 Báo cáo thử nghiệm

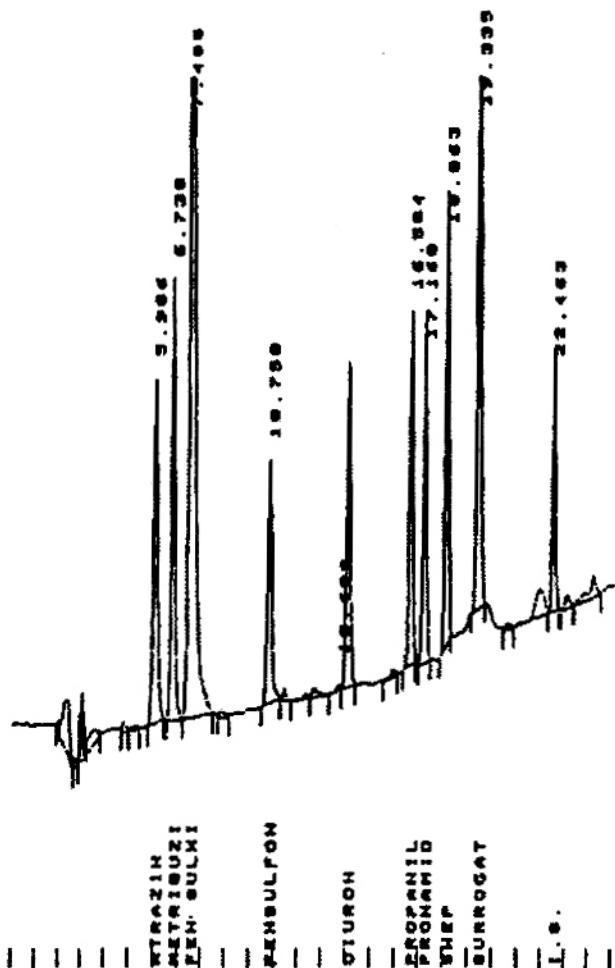
Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không quy 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;
- e) kết quả thử thu được;
- f) nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

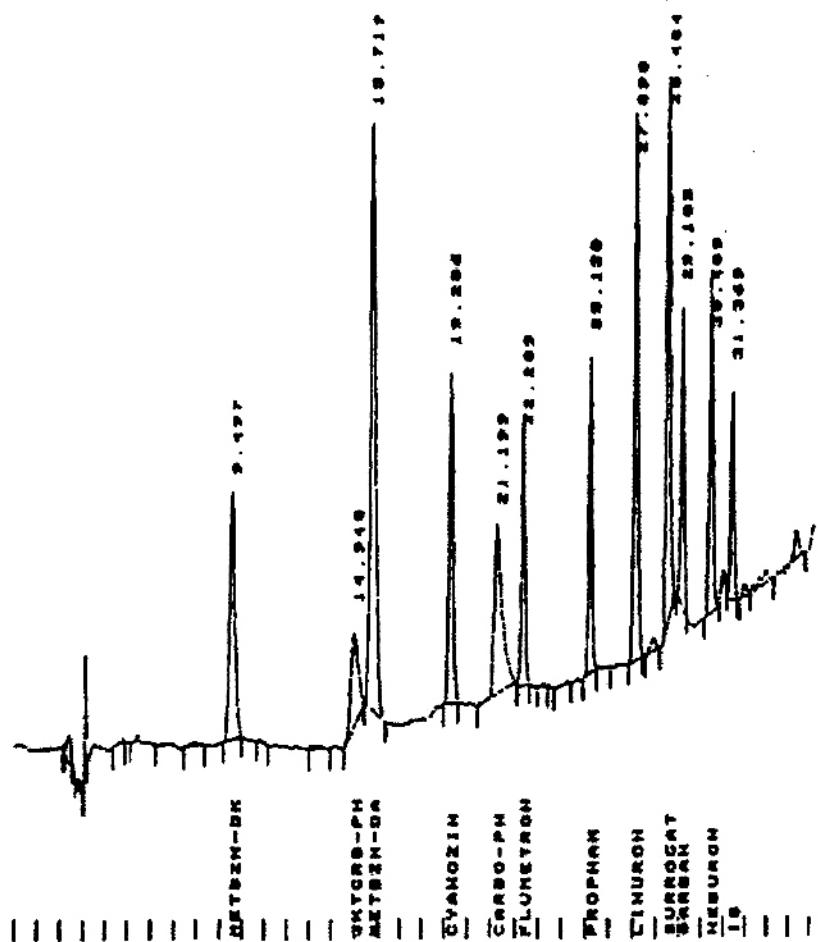
Phụ lục A

(tham khảo)

Ví dụ về sắc ký đồ



Hình A.1 – Sắc ký đồ của atrazine, diuron, fenamiphos sulfone, fenamiphos sulfoxide, metribuzin DADK, chất chuyển hóa metabolit, propanil, SWEP và etyl-benzen (chất chuẩn nội)



Hình A.2 – Sắc ký đồ của barban, carbofuran phenol, cyanazine, fluometuron, 3-ketocarbofuran phenol, linuron, metribuzin DA, metribuzin DK, neburon, profram và etyl-benzen (chất chuẩn nội)

Phụ lục B

(tham khảo)

Các kết quả nghiên cứu liên phòng thử nghiệm

Nghiên cứu cộng tác cho thấy phương pháp chấp nhận được đối với các chất phân tích: atrazin đã khử alkyl, barban, carbofuran phenol, cyanazine, diuron, fenamiphos sulfone, fenamiphos sulfoxide, fluometuron, 3-ketocarbofuran phenol, linuron, metribuzin DA, metribuzin DADK, metribuzin DK, neburon, chất chuyển hóa pronamid, propanil, prophan và SWEP. Trong nước tinh khiết, metribuzin DADK và metribuzin DK cho hiệu quả chiết rất thấp (< 50%) nhưng độ chụm có thể chấp nhận được, RSD_R lần lượt là 17,2 % và 17,5 %. Trong nước uống, giá trị RSD_R của metribuzin DADK và metribuzin DK lần lượt là 29,3 % và 28,8 %. Xem Bảng B.1 về các kết quả của nghiên cứu liên phòng thử nghiệm đối với phương pháp.

Bảng B.1 – Các kết quả nghiên cứu liên phòng thử nghiệm đối với thuốc bảo vệ thực vật trong nước uống bằng phương pháp sắc ký lỏng sử dụng detector UV

Chất phân tích	Nồng độ, $\mu\text{g/l}$	Độ thu hồi, %	Nước tinh khiết				Nước uống			
			s_r	s_R	RSD_r	RSD_R	s_r	s_R	RSD_r	RSD_R
Atrazine đã khử alkyl	5,0	89,6	0,43	0,82	9,8	8,3	0,48	0,75	11,1	17,2
Barban	10,0	88,4	1,06	1,31	12,0	14,8	0,77	1,15	8,5	12,5
Carbofuran phenol	50,0	75,0	5,25	8,0	14,0	21,2	5,16	13,4	14,7	38,4
Cyanazine	10,0	91,6	1,13	1,74	12,4	19,0	0,85	1,29	9,3	14,0
Diuron	1,0	102	0,07	0,13	7,0	13,3	0,05	0,11	5,5	11,2
Fenamiphos sulfone	100,0	96,4	8,00	11,7	8,3	12,1	7,00	10,9	7,3	11,2
Fenamiphos sulfoxide	20,0	97,5	1,11	2,19	5,7	11,2	1,34	1,30	7,5	7,2
Fluometuron	2,0	88,0	0,21	0,29	11,9	17,0	0,21	0,31	11,7	17,0
3-Ketocarbofuran phenol	5,0	87,6	0,71	0,83	16,2	19,0	0,73	0,93	18,7	23,8
Linuron	2,0	94,5	0,11	0,14	6,2	7,8	0,12	0,24	6,6	12,9
Metribuzin DA	5,0	81,2	0,66	0,66	16,4	16,4	0,36	1,24	11,2	38,6
Metribuzin DADK	5,0	23,4	0,19	0,20	16,4	17,2	0,12	0,25	14,3	29,3
Metribuzin DK	5,0	39,0	0,21	0,34	10,6	17,5	0,31	0,58	15,5	28,8
Neburon	2,0	90,5	0,17	0,20	9,7	11,0	0,12	0,24	7,1	13,3
Chất chuyển hóa pronamid	10,0	103	1,01	1,49	9,8	14,5	0,86	1,74	8,6	17,3
Propanil	1,0	98,0	0,08	0,11	8,5	11,5	0,08	0,12	8,7	13,8
Prophan	10,0	86,3	1,52	2,08	17,6	24,1	0,62	1,09	7,3	12,8
SWEP	10,0	95,1	0,54	0,81	5,7	8,6	0,39	0,54	4,0	5,5
Trung bình					11,0	15,2			9,9	18,0