

Lời nói đầu

TCVN 8668:2011 do Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm quốc gia biên soạn, Bộ Y tế đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Quả – Xác định dư lượng ethephon bằng phương pháp sắc kí khí (GC)

Fruits – Determination of ethephon residue by gas chromatography (GC)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định dư lượng ethephon trong các loại quả bằng sắc kí khí.

2 Nguyên tắc

Trong môi trường kiềm, ethephon có trong mẫu quả được chuyển thành khí etylen và được xác định bằng sắc kí khí với detector ion hóa ngọn lửa (FID).

3 Thuốc thử và vật liệu thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, nước được sử dụng là nước cất hai lần hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có quy định khác.

3.1 Dung dịch kali hydroxit (KOH), 30 %

Cân khoảng 30 g kali hydroxit cho vào bình định mức 100 ml, hòa tan trong nước và thêm nước đến vạch.

3.2 Axeton.

3.3 Chất chuẩn ethephon, độ tinh khiết bằng hoặc lớn hơn 99 %.

3.4 Dung dịch chuẩn ethephon

3.4.1 Dung dịch chuẩn gốc ethephon, 1 000 µg/ml

Chuyển 100 mg chất chuẩn ethephon (3.3) vào bình định mức dung tích 100 ml và thêm dung dịch axit clohydric (HCl) 0,1 M đến vạch. Trộn đều.

Dung dịch đã pha có thể ổn định trong 1 năm khi được bảo quản ở nhiệt độ từ 2 °C đến 4 °C.

3.4.2 Dung dịch chuẩn trung gian ethephon, 100 µg/ml

Lấy 10 ml dung dịch chuẩn gốc ethephon 1 000 µg/ml (3.4.1), cho vào bình định mức 100 ml và thêm dung dịch HCl 0,1 M đến vạch.

Dung dịch đã pha có thể ổn định trong 3 tháng khi được bảo quản ở nhiệt độ từ 2 °C đến 4 °C.

3.5 Khí nitơ, độ tinh khiết bằng hoặc lớn hơn 99,99 %.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

4.2 Máy đồng hóa mẫu.

4.3 Lọ không gian hơi (headspace vial), dung tích 24 ml.

4.4 Bể ống nhiệt rung.

4.5 Pipet tự động, có thể phân phối được từ 20 µl đến 200 µl, 100 µl đến 1 000 µl, 1 ml đến 5 ml.

4.6 Máy sắc ký khí, có detector ion hóa ngọn lửa và có bộ lấy mẫu không gian hơi (headspace sampler).

4.7 Cột sắc ký, ví dụ SDB-5, kích thước 30 m x 0,25 mm, cỡ hạt nhồi 0,25 µm hoặc loại tương đương.

5 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 5139:2008 (CAC/GL 33-1999) *Phương pháp khuyến cáo lấy mẫu để xác định dư lượng thuốc bảo vệ thực vật phù hợp với các giới hạn dư lượng tối đa (MRL)*.

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

6 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu quả (tất cả bộ phận ăn được, bao gồm cả vỏ đối với các loại quả ăn được vỏ) được trộn đều hoặc đồng nhất kĩ bằng máy đồng hóa mẫu (4.2) trước khi tiến hành phép thử. Khối lượng mẫu cần lấy không nhỏ hơn 100 g.

7.1 Chiết mẫu

Cân 5 g phần mẫu thử đã được chuẩn bị theo Điều 6, chính xác đến 0,1 mg, cho vào lọ không gian hơi dung tích 24 ml (4.3). Dùng pipet tự động (4.5) lần lượt thêm 4 ml nước, 1 ml axeton (3.2), lắc đều cho đồng nhất. Thêm 1 ml dung dịch KOH 30 % (3.1) vào lọ và đậy nắp ngay. Đặt lọ trong bể ống nhiệt rung (4.4) với tốc độ 150 r/min ở nhiệt độ 60 °C trong 3 h.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng bể ống nhiệt thông thường ở 60 °C trong 3 h, tuy nhiên thỉnh thoảng phải lắc mẫu để đảm bảo độ lặp lại. Cũng có thể rung lắc và để ở 60 °C trong 3 h trên bộ lấy mẫu không gian hơi.

Để lọ không gian hơi nguội về nhiệt độ phòng sau đó đem phân tích trên máy sắc kí khí.

7.2 Điều kiện vận hành sắc kí khí

Các thông số vận hành dưới đây được coi là thích hợp:

- cột: xem 4.7;
- khí mang: nitơ (3.5), tốc độ 1 ml/min;
- lò cột: giữ nhiệt độ tại 40 °C trong 4 min, tăng 30 °C/min lên nhiệt độ 160 °C và giữ trong 2 min;
- bộ bơm mẫu: nhiệt độ 250 °C, chế độ bơm mẫu không chia dòng, thời gian không chia dòng 1 min, thể tích bơm 1 ml;
- nhiệt độ detector: 250 °C.

7.3 Dụng đường chuẩn

Cho vào lọ không gian hơi (4.3) 9 ml nước, 1 ml axeton (3.2) và các thể tích 25 µl, 50 µl, 100 µl, 150 µl và 200 µl dung dịch chuẩn trung gian ethephon 100 µg/ml (3.4.2). Sau đó thêm 1 ml dung dịch KOH 30 % (3.1) và đậy nắp ngay. Đặt lọ trong bể ống nhiệt rung (4.4) với tốc độ 150 r/min ở nhiệt độ 60 °C trong 3 h. Để lọ không gian hơi nguội về nhiệt độ phòng sau đó đem phân tích trên máy sắc kí khí (4.8).

Xác định diện tích hoặc chiều cao pic của khí etylen sinh ra và dụng đường chuẩn biểu thị mối quan hệ giữa diện tích pic của khí etylen với lượng ethephon trong lọ không gian hơi (µg).

7.4 Xác định

Bơm dung dịch mẫu thử với cùng điều kiện như bơm dung dịch chuẩn.

Dựa vào đường chuẩn để xác định lượng ethephon có lọ không gian hơi.

8 Tính kết quả

Dư lượng ethephon có trong mẫu thử, X , được biểu thị bằng miligam trên kilogam (mg/kg), được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{C}{m}$$

Trong đó:

C là lượng ethephon có trong lọ không gian hơi, tính bằng microgam (μg);

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

Kết quả phân tích là giá trị trung bình của hai lần thử nghiệm song song với độ lệch giữa hai kết quả không được lớn hơn 10 % so với giá trị trung bình.

9 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, trong không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 20 % giá trị trung bình của hai kết quả.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tuỳ ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- nếu kiểm tra độ lặp lại, nếu kết quả cuối cùng thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Su-Hsiang Tseng, Pi-Chiou Chang And Shin-Shou Chou, *A Rapid and Simple Method for the Determination of Ethephon Residue in Agricultural Products by GC with Headspace Sampling*, Journal of Food and Drug Analysis, Vol. 8, No. 3, 2000, p.213-217
- [2] TCVN 5139:2008 (CAC/GL 33-1999) *Phương pháp khuyến cáo lấy mẫu để xác định dư lượng thuốc bảo vệ thực vật phù hợp với các giới hạn dư lượng tối đa (MRL)*