

## Lời giới thiệu

Trong những năm qua, Tiểu ban nghiên cứu về thuốc trừ sâu của Trung tâm Hợp tác Nghiên cứu Khoa học về Thuốc lá (CORESTA) đã tiến hành thử nghiệm các phương pháp phân tích để định lượng độ lượng Off-Shoot-T trên thuốc lá. Việc này được thực hiện kết hợp với Nhóm khoa học về nông nghiệp đã tổ chức áp dụng hoá chất trên đồng ruộng và chuẩn bị các mẫu. Theo các kết quả phản ánh về tất cả các yếu tố phân tán (xử lý đồng ruộng, khí hậu bất ổn định, các ảnh hưởng trong quá trình xử lý và sau khi xử lý, lấy mẫu, sai lệch liên phòng thử nghiệm và nội phòng thử nghiệm), thì không có công bố nào được đưa ra về độ chụm của các yếu tố thông thường. Tuy nhiên, có thể ước tính độ chụm của phương pháp *thông* qua hệ số biến động ở các mức dư lượng khác nhau.

Có ba thông số có thể quyết định khả năng áp dụng của phương pháp : 1) Độ tin cậy của các kết quả 2) Tính đơn giản của qui trình phân tích và 3) thiết bị giá không cao. Đa số trong Tiểu ban nghiên cứu về thuốc trừ sâu đều đồng ý chấp thuận phương pháp được phỏng theo K. POLZHOFER, Unilever Forschungsgesellschaft in Z. Lebensm. Unters.-Forsch. 164, 21-22 (1977). (Một số đoạn của phương pháp này sẽ được in lại trong dạng phiên bản rút ngắn dưới đây). Các số liệu trong báo cáo này là các kết quả của Liên thực nghiệm JE-24 (các mẫu do A. BEUCHAT, Deltafina, Italy cung cấp) và JE-25 (các mẫu do V. KOZUMPLIK, Tobacco Institute, Zagreb, Yugoslavia cung cấp).

## Thuốc lá – Xác định dư lượng thuốc diệt cỏ Off-Shoot-T (hỗn hợp N-alkanol-t)

*Tobacco – Determination of residues of the sukercide Off-Shoot-T (N-Alkanol mixture)*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định dư lượng thuốc diệt cỏ Off-Shoot-T trên thuốc lá.

### 2 Cách tiến hành

2.1 Làm tan bằng các mẫu đã bảo quản ở  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  ở nhiệt độ phòng và nghiền nhỏ.

2.2 Chuyển 20 g mẫu cùng với 300 ml dietyl ete vào bình nón chứa khoảng 10 g hạt thủy tinh và lắc trong 1 giờ.

2.3 Lọc hỗn hợp qua bông thủy tinh và li tâm dịch lọc ở  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  –  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  với tốc độ 10 000 vòng/phút trong 20 phút.

2.4 Cho bay hơi 225 ml dung dịch chiết, tương ứng với 15 g chất nền, trong bộ bay hơi quay đến khi còn lại khoảng  $2\text{ cm}^3$  ở áp suất khoảng 1,33 kPa và ở nhiệt độ không quá  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**Chú ý:** không để bay hơi đến khô !

2.5 Thêm 1 g xelit số 545, 4 g cát bờ biển và 6 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dạng hạt vào hỗn hợp đã cô đặc và nghiền trong cối.

2.6 Trộn 5 g Florisil (5 % nước) với n-hexan tạo thành bột nhão rồi cho vào cột sắc ký đã được nhồi bông thủy tinh. Rót hỗn hợp chảy tự do lên cột nhỏ.

2.7 Rửa giải mỗi lần bằng 150 ml các chất rửa giải sau: a) n-hexan, b) n-hexan/diclorometan (8+2).

2.8 Trộn lẫn các chất rửa giải và cho bay hơi đến khoảng 1 ml ở áp suất xấp xỉ 1,33 kPa và nhiệt độ không quá  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**Chú ý:** không để bay hơi đến khô !

2.9 Thêm diclorometan vào hỗn hợp cô đặc cho đến 2,0 ml.

2.10 Sử dụng mỗi dung dịch khoảng  $1\text{ }\mu\text{l}$  –  $5\text{ }\mu\text{l}$  để xác định bằng sắc ký khí.

### 3 Các điều kiện sắc ký khí thích hợp

Thiết bị:

Máy sắc ký khí Hewlet-Packard 5700 A (hoặc tương đương)

Detector FID

Vật liệu nhồi cột:	10% DC-200 trên nền Gaschrom Q (451)
Tốc độ dòng Hydro/không khí (FID):	40/240 ml /min
Nhiệt độ của buồng bơm:	250 °C
Nhiệt độ của detector:	300 °C
Nhiệt độ của cột:	130 °C trong 11 phút sau đó tăng đến 230 °C với tốc độ 8 °C/min
Tốc độ dòng khí mang (N <sub>2</sub> ):	25 ml /min
Kích thước cột:	1,8 m × 2 mm đường kính trong; ống xoắn thủy tinh
Bộ ghi sắc kí đồ:	1 mV, 0,635 cm/min (0,25 inch/min)
Thời gian lưu:	octan-1-ol: 2,2 phút; decan-1-ol: 6,5 phút.

### 4 Thông tin về đánh giá phương pháp thử

4.1 Việc đánh giá này sử dụng tất cả 54 kết quả do hai phòng thử nghiệm cùng thực hiện.

#### 4.2 Độ thu hồi

Độ thu hồi có thể dao động từ 85% đến 104 % và thường xuyên được xác định trong quá trình phân tích từng mẻ mẫu.

#### 4.3 Dải xác định

Phương pháp này được thử nghiệm trong phạm vi dư lượng từ 0 ppm đến 2 ppm. Có thể bằng cách xử lý này (các nồng độ khuyến cáo) thì không phát hiện được dư lượng cao hơn.

#### 4.4 Độ chụm tổng thể của phương pháp (xem phần giới thiệu):

Hệ số biến động (độ lệch chuẩn được biểu thị bằng phần trăm giá trị trung bình) do K. POLZHOFFER cung cấp, cho thấy có sự phụ thuộc vào mức dư lượng. Hệ số này được ước tính 100%, 50 %, 25 % và 12,5 % tương ứng với các mức 0,01 ppm, 0,1 ppm, 1,0 ppm và 10,0 ppm.