

BỘ Y TẾ**BỘ Y TẾ****CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM**Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

Số: 10/2005/QĐ-BYT

Hà Nội, ngày 25 tháng 3 năm 2005

QUYẾT ĐỊNH CỦA BỘ TRƯỞNG BỘ Y TẾ
Về việc ban hành Tiêu chuẩn ngành Y tế**BỘ TRƯỞNG BỘ Y TẾ**

Căn cứ Nghị định số 49/2003/NĐ-CP ngày 15/5/2003 của Chính phủ về việc Quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Y tế;

Căn cứ Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm số 12/2003/PL-UBTVQH ngày 26/7/2003 của Ủy ban Thường vụ Quốc hội và Nghị định số 163/2004/NĐ-CP ngày 07/9/2004 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm;

Căn cứ Pháp lệnh chất lượng hàng hóa số 18/1999/PL-UBTVQH ngày 24/12/1999 của Ủy ban Thường vụ Quốc hội và Nghị định số 179/2004/NĐ-CP ngày 21/10/2004 của Chính phủ Quy định quản lý nhà nước về chất lượng sản phẩm, hàng hóa;

Căn cứ Biên bản họp Hội đồng đánh

giá thường quy kỹ thuật xác định 1,3-dichloropropane-2-ol (1,3-DCP) trong thực phẩm và thường quy kỹ thuật xác định 3-monochloropropane-1,2-diol (3-MCPD) trong thực phẩm họp ngày 30/6/2004;

Theo đề nghị của Vụ trưởng Vụ Khoa học và Đào tạo, Vụ trưởng Vụ Pháp chế Bộ Y tế và Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm,

QUYẾT ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo Quyết định này Tiêu chuẩn ngành Y tế 52 TCN-TQTP 0010: 2005 - Thường quy kỹ thuật xác định 3-monoclo propan-1,2-diol (3-MCPD) trong một số loại nước chấm gia vị.

Điều 2. Quyết định này có hiệu lực sau 15 ngày, kể từ ngày đăng Công báo.

Điều 3. Các Ông, Bà: Chánh Văn phòng, Chánh Thanh tra Bộ Y tế, Vụ trưởng các Vụ: Khoa học và Đào tạo, Pháp chế - Bộ Y tế, Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm, Giám đốc Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc Trung ương và

Thủ trưởng các đơn vị trực thuộc ngành Y tế chịu trách nhiệm thi hành Quyết định này./.

KT. BỘ TRƯỞNG BỘ Y TẾ
Thủ trưởng

Trần Chí Liêm

TIÊU CHUẨN NGÀNH Y TẾ
52 TCN - TQTP 0010: 2005

THƯỜNG QUY KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH 3-MONOCLO PROPAN 1,2-DIOL (3-MCPD) TRONG MỘT SỐ LOẠI NƯỚC CHẤM GIA VỊ

Lời nói đầu

52 TCN - TQTP 0010: 2005 do Viện Vệ sinh y tế công cộng biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm đề nghị, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 10/2005/QĐ-BYT ngày 25 tháng 3 năm 2005.

BỘ Y TẾ	TIÊU CHUẨN NGÀNH Y TẾ	NHÓM TQTP 52 TCN-TQTP 0008: 2005
	THƯỜNG QUY KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH 3-MONOCLO PROPAN 1,2-DIOL (3-MCPD) TRONG MỘT SỐ LOẠI NƯỚC CHẤM GIA VỊ	<i>Thời hạn có hiệu lực theo Quyết định ban hành</i>

I. PHẠM VI ÁP DỤNG

Phương pháp này để xác định hàm lượng 3-monoclo propan-1,2-diol (3-MCPD) trong magi, xì dầu, nước tương và dầu hào.

II. NGUYÊN LÝ

Mẫu được cho hấp phụ qua cột extrelut, giải hấp 3-MCPD bằng dietyl ête. Sau đó cho tạo dẫn xuất với dung dịch acid toluen-4-sulfonic trong aceton

thành 4-(clometyl)-2,2-dimetyl-1,3-dioxolan, phản ứng này được thực hiện tại 40°C, trong 90 phút. Sau đó đo trên máy sắc ký khí với detector khối phổ (GC/MS).

Giới hạn phát hiện của phương pháp: 4,01 ppb; Giới hạn định lượng: 13,37ppb.

III. THIẾT BỊ, DỤNG CỤ, HÓA CHẤT VÀ THUỐC THỬ

1. Dụng cụ

- Cân phân tích (chính xác đến mg)
- Bình định mức 100 ml, 50 ml, 20 ml, 10 ml
- Bình cầu cất 250 ml
- Cốc thủy tinh 10 ml, 50 ml, 100 ml
- Pipet 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml
- Ống thủy tinh có nắp vặn 5 ml, 10 ml
- Xylanh, Đũa thủy tinh
- Phễu lọc, giấy lọc.

2. Thiết bị

2.1. Bộ cất quay chân không

2.2. Hệ thống máy sắc ký khí khối phổ

2.2.1. Yêu cầu đối với hệ thống sắc ký khí khối phổ (GC/MS):

Có thể sử dụng hệ thống Trace GC-Trace MS Plus (Hãng sản xuất Thermo Finigan) hoặc các hệ thống máy sắc ký khí khối phổ tương đương với cấu hình kỹ thuật tối thiểu:

- Đầu dò khối phổ
- Bộ phận tiêm mẫu chia/không chia dòng (Split/Splitless Injector), chương trình nhiệt độ (PTV Injector: Programmed Temperature Vaporation Injector)
- Cột sắc ký mao quản SPB - 1701, dài 30 m, đường kính 0,25 mm, lớp film 0,25 μ m
- Máy tính điều khiển thiết bị và xử lý dữ liệu.

2.2.2. Điều kiện chạy máy

Điều kiện sắc ký:

- Chương trình nhiệt độ cột:
 - + Nhiệt độ đầu 45°C, giữ ở 1 phút;
 - + Sau đó tăng lên 120°C với tốc độ gia nhiệt 6°C/phút;
 - + Tiếp tục tăng nhiệt độ lên đến 250°C; với tốc độ gia nhiệt 15°C/phút, giữ ở nhiệt độ này 5 phút.
- Tiêm mẫu: Tiêm mẫu với chế độ không chia dòng
 - + Nhiệt độ bộ phận tiêm mẫu: 250°C
 - + Thể tích mẫu tiêm: 2 μ l

- Tốc độ khí mang He: 1,5 ml/phút

Điều kiện khối phổ:

* MS Tune file:

+ Nguồn Ion hóa: EI

+ Năng lượng ion hóa: 70eV

+ Nhiệt độ nguồn ion: 180°C

+ Nhiệt độ Interface: 200°C

+ Giá trị của bộ khuếch đại Multiplier:
300 - 500V.

* MS method

- Chế độ quét Fullscan

+ Thời gian quét: 5 - 15 phút

+ Khoảng khối quét: 35 - 150 amu

- Chế độ quét Ion chọn lọc SIM (Selected Ion Monitoring)

+ Số khối lựa chọn để quét: 135

+ Thời gian quét: 6 - 10 phút.

3. Hóa chất, thuốc thử

3.1. Hóa chất, thuốc thử

Hóa chất sử dụng có độ tinh khiết phân tích (TKPT); dung môi là dung môi dùng cho sắc ký.

a) Chất chuẩn 3-MCPD

b) Diethyl ete loại dùng cho sắc ký

c) Aceton loại dùng cho sắc ký

d) Acid toluen-4-Sulfonic

đ) Ethyl acetat loại dùng cho sắc ký

e) Cột Extrelut: Dùng xylanh 60ml, nhồi bông thủy tinh vào đầu ống xylanh. Sau đó cho từ từ 10g hạt Extrelut vào xylanh, dùng đũa thủy tinh gõ nhẹ vào thành ống cho hạt xuống đều và chặt.

g) Natri clorua: Dung dịch bão hòa trong nước

h) Khí Nitơ 99,999%

i) Khí Hêli 99,999%

3.2. Pha chế dung dịch

a) Dung dịch acid toluen - 4 - sulfonic trong Aceton (1g/L): Cân chính xác 0,1000 g acid toluen - 4 - sulfonic (3.3.1.d) cho vào bình định mức 100 ml, định mức đến vạch bằng aceton, lắc đều.

b) Dung dịch chuẩn 3-MCPD 100ppm: Cân chính xác 0,0100g 3-MCPD cho vào bình định mức 100 ml, định mức đến vạch bằng ethyl acetat, lắc đều.

c) Dung dịch chuẩn 3-MCPD 10ppm: Hút 1ml dung dịch 3-MCPD 100ppm vào bình định mức 10ml. Định mức đến vạch bằng ethyl acetat, lắc đều.

d) Dung dịch chuẩn 3-MCPD 200ppb: Hút 1ml dung dịch 3-MCPD 10ppm vào bình định mức 50 ml. Định mức đến vạch bằng ethyl acetat, lắc đều.

đ) Dung dịch chuẩn 3-MCPD 20ppb: Hút 2 ml dung dịch 3-MCPD 200ppb vào bình định mức 20 ml. Định mức đến vạch bằng ethyl acetat, lắc đều.

Các dung dịch chuẩn này được bảo quản trong tủ lạnh.

IV. TIẾN HÀNH XÁC ĐỊNH

1. Chuẩn bị mẫu

Cân 4g mẫu, chính xác đến 0,001g vào cốc thủy tinh 50 ml. Thêm vào 8g dung dịch NaCl bão hòa (3.3.1.g), khuấy đều.

Cho toàn bộ dung dịch trên vào cột extrelut (3.3.1.f). Để ổn định 15 phút cho toàn bộ nước và chất trong dung dịch phân bố đều trên bề mặt của hạt extrelut.

Rửa giải 3-MCPD bằng 150ml dietyl ête (3.3.1.b). Thu dịch rửa giải vào bình cầu cất. Sau đó đem cô quay chân không

đến gần cạn, rồi dùng khí nitơ thổi khô (3.3.1.h).

2. Dẫn xuất hóa

Dùng pipet hút chính xác 2 ml dung dịch acid Toluen-4-sulfonic trong aceton (1g/L) (3.3.2.a) vào bình cầu cất, lắc đều rồi chuyển toàn bộ dung dịch này vào ống nghiệm có nút. Đặt ống nghiệm vào bếp cách thủy ở 40°C trong 90 phút, lấy ra để nguội ở nhiệt độ phòng, sau đó chuyển vào chai 1,5 ml để đo trên máy GC/MS (dịch thử).

3. Chuẩn bị mẫu chuẩn

Các mẫu chuẩn theo từng nồng độ xác định được chuẩn bị như hướng dẫn tại phần (3.1) và (4.2), cụ thể theo các bước trong bảng sau:

Bảng 1: Chuẩn bị mẫu chuẩn

	ống 1	ống 2	ống 3	ống 4
3-MCPD chuẩn (20ppb) cho vào cột extrelut (3.3.1.f)	1 ml	2 ml	4 ml	6 ml
Dung dịch sau rửa giải bằng dietyl ête (3.3.1.b)	Cô quay chân không đến gần cạn, thổi khô bằng khí Nitơ			
Dung dịch acid Toluen-4-Sulfonic trong aceton (1g/L) (3.3.2.a)	2 ml			
	Lắc đều, đặt các ống nghiệm vào bếp cách thủy ở 40°C trong 90 phút			
	Để nguội ở nhiệt độ phòng, chuyển vào lọ 1,5 ml để đo trên máy GC/MS			
Nồng độ 3-MCPD chuẩn (ppb)	10	20	40	60

4. Xây dựng đường chuẩn

Kiểm tra thiết bị đã được chạy ổn định theo các điều kiện mô tả tại Mục (3.2.2.2), lần lượt tiêm các mẫu chuẩn đã được chuẩn bị ở Mục (4.3.) Ghi lại diện tích pic tương ứng với từng nồng độ. Dựa vào nồng độ và diện tích pic chuẩn, thiết lập phương trình biểu diễn tương quan tuyến tính giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic.

5. Tiến hành phân tích

Tiến hành tiêm mẫu phân tích vào máy, ghi lại sắc ký đồ mỗi lần tiêm mẫu. Ghi lại diện tích có thời gian lưu và phổ khối tương ứng với thời gian lưu và phổ khối của chất chuẩn.

Dựa vào phương trình biểu diễn tương quan tuyến tính giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic, tính nồng độ 3-MCPD có trong dịch thử.

V. TÍNH KẾT QUẢ

Hàm lượng 3-MCPD trong mẫu thử được tính theo công thức sau:

$$C \text{ (ppm)} = \frac{C_x \times V}{m} \times F$$

Trong đó:

C_x : nồng độ 3-MCPD trong dịch thử (ppm).

m: Khối lượng mẫu đem phân tích (g).

V: Thể tích cuối (ml).

F: Hệ số pha loãng khi đo (F = 1: không pha loãng).

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. AOAC Office Methode 2000.1
2. D.C.Meierhans, S.Bruehlmann, J.Meili, C.Taesler, Sensitive method for the determination of 3-Chloropropane - 1,2-diol and Chloropropane - 1,3-diol by capillary gas chromatography with mass spectrometric detection, Journal of Chromatography A., 325-333, 1998.
3. Sample preparation and criteria for methods of analysis used in official control of the levels of lead, cadmium, mercury and 3-MCPD in certain foodstuffs, Official Journal of the European Communities, 20 - 21, 2001.
4. Food Law News - EU - 2001 <http://www.fst.rdg.ac.uk/foodlaw/news/eu-01125.htm>
5. Nguyễn Thanh Khuyến, Giáo trình giảng dạy lý thuyết sắc ký, 1998, Trường Đại học Khoa học tự nhiên, Tp.HCM.
6. Trung Tâm Kỹ Thuật 3 - Kỹ thuật sắc ký khối phổ.

09386740
Tel: +84-8-3845 6684 * www.ThuVienPhapLuat.com
LawSoft

Phụ lục 1

Sắc ký đồ và phổ khối của chuẩn 3-MCPD

