

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9886:2013

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG THUỐC BẢO VỆ
THỰC VẬT CARBARYL – PHƯƠNG PHÁP ĐO MÀU**

Foodstuffs – Determination of carbaryl pesticide residues – Colorimetric method

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9886:2013 được xây dựng dựa trên cơ sở AOAC 964.18 *Carbaryl Pesticide Residues. Colorimetric method*;

TCVN 9886:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm – Xác định dư lượng thuốc bảo vệ thực vật carbaryl – Phương pháp đo màu

Foodstuffs – Determination of carbaryl pesticide residues – Colorimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo màu để xác định dư lượng carbaryl có trong thực phẩm.

2 Nguyên tắc

Carbaryl được chiết ra khỏi mẫu thử bằng diclometan (CH_2Cl_2) với sự có mặt của natri sulfat. Dung dịch chiết được tạo màu với kali hydroxit trong metanol, axit axetic (CH_3COOH) cùng với thuốc thử màu. Tiến hành đo độ hấp thụ của dung dịch thu được ở bước sóng 475 nm.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước đã loại khoáng, trừ khi có quy định khác.

3.1 Axit phosphoric (H_3PO_4), ≥ 85 % khối lượng.

3.2 Axit axetic, $\geq 99,7$ % khối lượng.

3.3 Axeton, được chưng cất lại.

3.4 Dung dịch làm đông tụ

Hòa tan 0,5 g amoni clorua (NH_4Cl) trong 400 ml nước có chứa 1 ml axit phosphoric (H_3PO_4) (3.1).

3.5 Thuốc thử màu

Hòa tan 25 mg p-nitrobenzen diazonium fluoborat trong 5 ml metanol và thêm 20 ml axit axetic (3.2).

Chuẩn bị dung dịch ngay trước khi sử dụng.

TCVN 9886:2013

3.6 Diclometan (CH_2Cl_2), được chưng cất lại.

3.7 Dung dịch kali hydroxit trong metanol, 0,1 M.

3.8 Dung dịch polyetylen glycol

Pha loãng 1 ml polyetylen glycol đến 100 ml bằng diclometan.

3.9 Dung dịch chuẩn carbaryl

3.9.1 Dung dịch chuẩn gốc, 0,5 mg/ml

Cân 50,0 mg chất chuẩn carbaryl ¹⁾ vào bình định mức 100 ml và thêm diclometan đến vạch.

3.9.2 Dung dịch chuẩn trung gian, 50 µg/ml

Chuyển 10 ml dung dịch chuẩn gốc (3.9.1) sang bình định mức 100 ml và thêm diclometan đến vạch.

3.9.3 Dung dịch chuẩn làm việc 5,0 µg/ml

Chuyển 10 ml dung dịch chuẩn trung gian (3.9.2) sang bình định mức 100 ml và thêm diclometan đến vạch.

3.10 Natri sulfat (Na_2SO_4), khan, dạng bột.

3.11 Natri sulfat (Na_2SO_4), khan, dạng hạt.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Bộ cô bay hơi (xem Hình 1)

Cột chân không được nối qua khóa vào cột chống tràn, kích thước 250 mm x 19 mm, có chứa bi thủy tinh hoặc cột Snyder, được gắn bình nón cổ mài chuẩn 24/40.

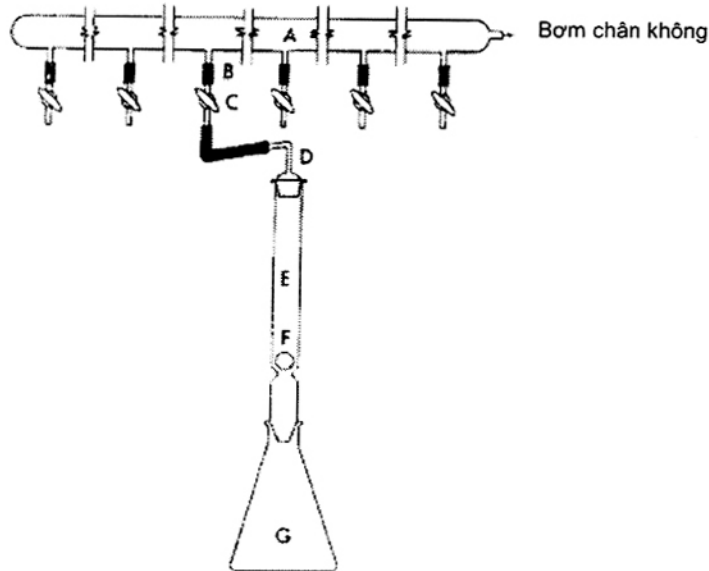
Sử dụng ống nối nơi tiếp xúc với mẫu.

4.2 Bình định mức một vạch, dung tích 100 ml.

4.3 Bình nón cổ mài chuẩn, dung tích 250 ml và 500 ml.

¹⁾ Có thể sử dụng sản phẩm của Rhone-Poulenc AG Co., 2 T.W. Alexander Dr, PO Box 12014, Research Triangle Park, NC 27709, USA. Thông tin này đưa ra để thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn, tiêu chuẩn này không ấn định phải sử dụng sản phẩm nêu trên. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

4.4 Pipet, có thể phân phối các thể tích thích hợp.



CHÚ DẪN:

- A ống góp bằng thủy tinh
- B ống chịu lực
- C van khóa
- D bộ chuyển đổi cổ mài chuẩn 24/40
- E cột chống tràn, chiều dài 25 cm, đường kính ngoài 19 mm
- F bi thủy tinh
- G bình nón cổ mài chuẩn 24/40, dung tích 250 ml

Hình 1 – Bộ cô bay hơi

4.5 Máy đo quang phổ, có thể hoạt động ở bước sóng 475 nm, được trang bị cuvet có chiều dài đường quang 1 cm.

4.6 Máy trộn tốc độ cao, có thể đạt tốc độ quay từ 10 000 r/min đến 12 000 r/min.

4.7 Phễu lọc Buchner, No. 1 hoặc loại tương đương.

4.8 Giấy lọc Whatman No. 1 hoặc tương đương, được phủ một lớp trợ lọc dày 3 mm (ví dụ: Hyflo Super-cel hoặc tương đương).

4.9 Phễu chiết, dung tích 125 ml.

TCVN 9886:2013

4.10 Nồi cách thủy, có thể duy trì ở nhiệt độ từ 25 °C đến 30 °C.

4.11 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này.

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 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử được trộn đều và được bảo quản thích hợp cho đến khi phân tích.

6.2 Chiết mẫu

6.2.1 Cân 50 g phần mẫu thử đã chuẩn bị (6.1), chính xác đến 0,1 mg, cho vào máy trộn tốc độ cao (4.6), thêm 150 ml diclometan (3.6) và 100 g bột natri sulfat khan (3.10). Trộn ở tốc độ cao trong 2 min và để yên cho lắng xuống trong 1 min. Gạn dung môi sang phễu lọc (4.7) có giấy lọc được phủ lớp trợ lọc (4.8). Thận trọng dùng chân không cho đến khi lọc hết dung môi.

Lặp lại việc chiết hai lần mỗi lần dùng 100 ml diclometan. Gộp các phần dịch lọc thu được vào bình nón cổ mài chuẩn 500 ml (4.3).

6.2.2 Xử lý các dịch lọc thu được theo 6.2.2.1 hoặc 6.2.2.2.

6.2.2.1 Thêm 1 ml dung dịch polyetylen glycol (3.8) vào dịch lọc trong bình nón. Nối bình nón với bộ cô bay hơi (4.1), đặt bình vào nồi cách thủy (4.10) để ở 25 °C đến 30 °C và cẩn thận giảm áp lực đến khoảng 2,7 kPa. Sau khi dung môi bay hơi, ngắt ngay kết nối cột chống tràn với bộ cô bay hơi.

Dùng pipet tráng thành cột và bình nón bằng 5 ml axeton (3.3), xoay bình và làm ẩm nhẹ dưới vòi nước nóng trong 30 s. Cho 50 ml dung dịch làm đông tụ (3.4) đi qua cột và xoay đều. Tháo cột ra, để yên hỗn hợp 30 min và lọc trong chân không qua lớp giấy lọc tráng Super-Cel (4.8) trong phễu Buchner No.1 (4.7). Rửa bình và miếng đệm bằng hai phần mỗi phần 15 ml dung dịch làm đông tụ (3.4).

Tiếp tục thực hiện theo 6.2.3.

6.2.2.2 Thêm 1 ml dung dịch polyetylen glycol (3.8) vào dịch lọc trong bình nón. Đậy nắp bình nón, cẩn thận giảm áp lực hút đến khoảng 20,25 kPa và làm ẩm trên nồi cách thủy. Khi thể tích đạt khoảng 5 ml, lấy bình ra khỏi nồi cách thủy và xoay bình cho đến khô. Tắt chân không, mở nắp và để nguội.

Dùng pipet tráng bình nón bằng 5 ml axeton, xoay bình và làm ấm nhẹ dưới vòi nước nóng trong 30 s. Cho 50 ml dung dịch làm đông tụ (3.4) vào bình và xoay đều. Để yên hỗn hợp 30 min và lọc trong chân không qua lớp giấy lọc tráng Super-Cel (4.8) trong phễu Buchner No.1 (4.7). Rửa bình và miếng đệm bằng hai phần mỗi phần 15 ml dung dịch làm đông tụ (3.4).

Tiếp tục thực hiện theo 6.2.3.

6.2.3 Chuyển dịch lọc sang phễu chiết 125 ml (4.9), thêm 25 ml diclometan (3.6), lắc đều và để tách lớp hoàn toàn. Tháo lớp phía dưới vào bình nón cổ mài chuẩn 250 ml (4.3). Lặp lại bước chiết lớp nước với 25 ml diclometan, cho dịch chiết vào bình nón trên. Nếu dịch chiết bị đục thì thêm 5 g đến 10 g natri sulfat khan dạng hạt (3.11) và lắc. Gạn dung môi sang bình nón cổ mài chuẩn 250 ml sạch, dùng một lượng nhỏ diclometan để tráng. Nếu dư lượng dự kiến lớn hơn 2 µg/g thì pha loãng dịch chiết trong bình định mức 100 ml và sử dụng một lượng thích hợp.

6.3 Dụng đường chuẩn

Dùng pipet lấy 0 ml, 1 ml, 3 ml, 5 ml và 10 ml dung dịch chuẩn làm việc (3.9.3) cho vào các bình nón cổ mài chuẩn 500 ml (4.3), thêm vào mỗi bình 300 ml diclometan (3.6), sau đó tiến hành theo 6.2.2 và 6.2.3.

Dụng đường chuẩn của độ hấp thụ A thu được so với số microgam carbaryl.

6.4 Xác định

Bổ sung 1 ml dung dịch polyetylen glycol (3.8) vào dung dịch đựng trong bình nón cổ mài chuẩn 250 ml (xem 6.2.3), nối bình nón với cột chống tràn và với bộ cô bay hơi (4.1). Cho bay hơi dung môi như trong 6.2, ngắt kết nối ngay và tháo cột chống tràn ra.

Dùng pipet tráng thành bình nón bằng 2 ml dung dịch kali hydroxit 0,1 M (3.7), xoay tròn để tiếp xúc được hết. Để yên 5 min, thêm chính xác 17 ml axit axetic (3.2) và vừa thêm 1 ml thuốc thử màu (3.5) vừa xoay bình. Để yên đúng 1 min và xác định độ hấp thụ A trong cuvet 1 cm ở bước sóng 475 nm, sử dụng máy đo quang phổ (4.5), so với mẫu trắng thuốc thử được xử lý đồng thời với dịch chiết.

Từ đường chuẩn, xác định nồng độ carbaryl trong dịch chiết.

7 Tính kết quả

Hàm lượng carbaryl có trong phần mẫu thử, X, biểu thị bằng microgam trên gam (µg/g), tính theo công thức sau:

$$X = C \times \frac{V}{w}$$

TCVN 9886:2013

Trong đó:

- C là nồng độ carbaryl trong dịch chiết cuối cùng, xác định từ đường chuẩn (xem 6.4), tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);
- V là thể tích các dung môi đã bổ sung vào dịch chiết sau khi cô cạn (xem 6.4), tính bằng mililit (trong trường hợp này $V = 20 \text{ ml}$);
- w là khối lượng phần mẫu thử đã lấy, tính bằng gam (g).

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 về 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 chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - e) kết quả thử nghiệm thu được.
-