

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8405:2010

Xuất bản lần 1

**THỊT VÀ CÁC SẢN PHẨM THỊT –
XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG TRICHLORFON**

Meat and meat products – Determination of trichlorfon residue

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 8405:2010 do Cục Thú y biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và công nghệ công bố.

Thịt và các sản phẩm thịt – Xác định dư lượng trichlorfon

Meat and meat products – Determination of trichlorfon residue

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định dư lượng trichlorfon trong thịt và sản phẩm thịt.

Giới hạn xác định của phương pháp là 0,005 mg/kg.

2 Nguyên tắc

Dư lượng trichlorfon trong mẫu được chiết bằng ete dầu hỏa sau đó được làm sạch bằng cột Florisil. Sử dụng sắc ký khí với detector NPD để xác định dư lượng trichlorfon có trong mẫu.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích, trừ khi có quy định khác.

3.1 Ete dầu hỏa, có dải sôi từ 30 °C đến 60 °C.

3.2 Ete.

3.3 Axetonitril.

3.4 *n*-hexan.

3.5 Axetonitril bão hòa ete dầu hỏa

Axetonitril bão hòa ete dầu hỏa với nồng độ bão hòa.

3.6 Dung môi 15 %

Hòa tan 150 ml ete (3.2) trong 850 ml ete dầu hỏa (3.1).

3.7 Florisil, Cỡ hạt 60/100 mesh được hoạt hóa bằng lò nung ở 650 °C trong vòng 1 h. Sau đó nung ở 130 °C trong vòng 5 h trước khi sử dụng.

TCVN 8405:2010

3.8 Natri sulfat khan (Na_2SO_4), dạng hạt.

3.9 Natri clorua.

3.10 Chất chuẩn trichlorfon.

3.11 Khí nitơ, khí mang có độ tinh khiết 99,999 %.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Máy xay phòng thử nghiệm.

4.2 Cột thủy tinh, dài 400 mm, đường kính trong 22 mm có khóa Teflon.

4.3 Cột thủy tinh, dài 50 mm, đường kính trong 25 mm.

4.4 Phễu chiết, dung tích 125 ml và 1 000 ml.

4.5 Bình cầu, dung tích 25 ml, 50 ml, 100 ml, 250 ml và 500 ml.

4.6 Bộ cô quay chân không.

4.7 Thiết bị chiết Soxhlet, dung tích 250 ml.

4.8 Máy sắc ký khí, có detector NPD và các phụ kiện kèm theo.

4.9 Lò nung.

5 Cách tiến hành

5.1 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo thỏa thuận của các bên có liên quan. Mẫu phải đại diện, không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

5.2 Chuẩn bị mẫu thử

5.2.1 Mẫu được xay nhuyễn bằng máy xay phòng thử nghiệm (4.1).

5.2.2 Cân 5 g mẫu, trộn đều với 50 g natri sulfat khan (3.8) và dùng 250 ml ete dầu hỏa chiết hỗn hợp này bằng thiết bị chiết Soxhlet (4.7) trong khoảng 8 h.

5.2.3 Dịch chiết thu được cho bay hơi bằng bộ cô quay chân không (4.6) đến còn 15 ml. Chuyển dịch chiết đã cô trên vào phễu chiết 125 ml (4.4), thêm 30 ml axetonitri bão hòa ete dầu hỏa (3.5) và lắc đều trong 1 min, chờ tách thành 2 pha: pha ete dầu hỏa (pha trên) và pha axetonitri (pha dưới).

5.2.4 Chuyển pha axetonitri (pha dưới) vào phễu chiết 1 000 ml (4.3) (phễu chiết thứ nhất) có chứa 650 ml nước cất, 40 ml dung dịch NaCl bão hòa và 100 ml ete dầu hỏa.

5.2.5 Chiết ete dầu hỏa (pha trên) còn lại trong phễu chiết 125 ml ba lần, mỗi lần với 30 ml axetonitri bão hòa ete dầu hỏa (3.5). Toàn bộ pha axetonitri (pha dưới) sau ba lần chiết được gom vào phễu chiết thứ nhất.

5.2.6 Cầm phễu chiết thứ nhất ở vị trí nằm ngang, lắc đều khoảng 30 s đến 45 s, để yên cho tách thành 2 pha: pha axetonitri (pha trên) và pha nước (pha dưới).

5.2.7 Cho pha nước (pha dưới) vào phễu chiết 1 000 ml (4.3) (phễu chiết thứ hai). Thêm 100 ml ete dầu hỏa, lắc đều trong khoảng 15 s, để yên cho tách thành 2 pha: pha ete dầu hỏa (pha trên) và pha nước (pha dưới).

5.2.8 Loại bỏ pha nước (pha dưới) ở phễu chiết thứ hai. Tập hợp tất cả phần ete dầu hỏa chiết được (ở phễu chiết thứ hai và phễu 125 ml) vào phễu chiết thứ hai, thêm 2 lần mỗi lần 100 ml nước trong vòng 1 min, để yên cho tách thành 2 pha: pha ete dầu hỏa (pha trên) và pha nước (pha dưới).

5.2.9 Loại bỏ pha nước (pha dưới) trong phễu chiết thứ hai, chuyển phần pha hữu cơ (pha trên) thu được qua cột thủy tinh có chứa natri sulfat khan, vào bình cầu 500 ml. Tráng phễu chiết và cột bằng 10 ml ete dầu hỏa ba lần vào bình cầu 500 ml. Bay hơi dịch chiết trong ete dầu hỏa đến còn khoảng 10 ml, sau đó chuyển qua cột Florisil.

5.3 Làm sạch

5.3.1 Nhồi Florisil vào cột đến khoảng 10 cm, và cho thêm 1 cm natri sulfat khan, thấm ướt cột bằng 40 ml đến 50 ml ete dầu hỏa. Để dung môi chảy với tốc độ 5 ml/min đến khi dung môi còn cách bề mặt pha rắn khoảng 1 cm thì bắt đầu đổ dịch chiết vào cột. Loại bỏ phần dung môi và dịch chiết đã chảy qua cột. Rửa giải các chất phân tích bị giữ lại trên cột bằng 200 ml dung môi 15 % (3.6), để tốc độ chảy khoảng 5 ml/min, hứng phần dịch rửa giải vào bình cầu 500 ml.

5.3.2 Dịch rửa giải được đưa vào bình cầu 500 ml của bộ cô quay chân không (4.6), cho bay hơi đến còn 1 ml.

5.4 Dụng cụ chuẩn

Pha dãy dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 $\mu\text{g/ml}$ trichlorfon trong *n*-hexan. Bơm chính xác 2 μl mỗi loại dung dịch trên vào máy sắc kí khí ở điều kiện phân tích để xây

TCVN 8405:2010

dựng đường chuẩn và xác định giới hạn phát hiện của máy. Đường chuẩn xây dựng được có dạng phương trình tuyến tính sau:

$$y = ax + b$$

Trong đó

- y chiều cao pic của chất chuẩn, tính bằng milimet (mm), (hoặc số đếm) ;
- x nồng độ tương ứng của chất chuẩn;
- a và b hệ số trong phương trình tuyến tính.

5.5 Phân tích

Bơm chính xác 2 μ l dung dịch thu được vào máy sắc ký khí ở điều kiện phân tích như sau:

- Cột: HP-5, dài 30 m, đường kính 0,33 mm, dày 0,25 μ m (hoặc tương đương).
- Nhiệt độ buồng bơm mẫu (Injector): 250 °C
- Nhiệt độ detector NPD: 290 °C
- Chương trình nhiệt độ như sau:

80 °C: 1 min

80 °C – 160 °C: tốc độ 10 °C/min

160 °C – 230 °C: tốc độ 6 °C/min

230 °C – 280 °C: tốc độ 20°C/min

280 °C: giữ nguyên trong 5 min.

Khí nitơ, áp suất đầu cột 10 psi (6,89.10⁴ Pa).

6 Tính toán và biểu thị kết quả

6.1 Tính toán

Dư lượng trichlorfon, X , được tính bằng miligam trên kilogram, theo công thức:

$$X = \frac{(H - b)V}{aP}$$