

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 dư lượng Flumetralin 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 Len Toet của Ban nghiên cứu thuốc lá, Hazare, Zimbabwe về sự cần thiết của công việc này. Các chi tiết quan trọng đã được các thành viên của Nhóm bổ sung (như Norman Lorton, Rothmans UK). Các số liệu trong báo cáo này là kết quả của Liên thực nghiệm JE-24 (các mẫu do A. BEUCHAT, Deltafina, Italy cung cấp).

Thuốc lá – Xác định dư lượng thuốc diệt cỏ Flumetralin (prime plus, CGA-41065)

Tobacco – Determination of residues of the sukericide Flumentralin (Prime plus, CGA -41065)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định dư lượng thuốc diệt cỏ Flumetralin trên thuốc lá.

2 Cách tiến hành

2.1 Cân 10 g thuốc lá đã nghiền nhỏ và cho vào bình trộn (bộ trộn kiểu Waring), thêm 200 ml hỗn hợp methanol/ nước (9+1) và 3 thìa xelit hoặc BDH Hyflo Super Cell. Trộn đều trong năm phút (ở tốc độ cao).

2.2 Không rửa lưỡi dao trộn trong bình. Để cho mẫu lắng xuống.

2.3 Lọc qua giấy lọc gấp nếp số 540 chứa 3 thìa xelit (phương pháp thích hợp khác sử dụng phễu lọc Buchner được gắn màng sợi thủy tinh thiêu kết, giấy lọc và Hyflo Super Cell).

2.4 Chuyển 40 ml chất lỏng vào phễu chiết 500 ml. Thêm 160 ml dung dịch natri clorua (NaCl) bão hoà, 160 ml nước cất (tương đương với 320 ml dung dịch NaCl 15 %) và 50 ml metylen clorua. Khuấy kỹ và giải áp trong bình chiết. Để cho tách pha. Lấy pha đáy (metylen clorua) ra qua phễu chứa natri sunfat (Na_2SO_4). Lặp lại lần chiết với 2 x 50 ml metylen clorua.

2.5 Rửa phễu chứa Na_2SO_4 bằng 15 ml metylen clorua.

2.6 Cho bay hơi đến khô (nhiệt độ nổi cách thuỷ 40 °C).

2.7 Chuẩn bị cột Florisil (5 g chất nhồi, độ ẩm Florisil là 8 %) và rửa sơ bộ bằng 50 ml ete dầu mỏ (pentan).

2.8 Hoà tan phần thu được sau khi bay hơi (2.6) vào 10 ml ete dầu mỏ và cho lên đỉnh cột Florisil (sử dụng phễu chiết nhồi bông thủy tinh nếu mẫu chứa các hạt rắn).

2.9 Tráng bình hai lần nữa, mỗi lần bằng 10 ml ete dầu mỏ và cho các dung dịch tráng lên cột Florisil.

TCVN 6949 : 2001

2.10 Rửa giải thêm bằng 30 ml ete dầu mỏ và loại bỏ phần ete dầu mỏ.

2.11 Rửa giải bằng 50 ml hỗn hợp ete dầu mỏ / ete dietyl (9+1). Thu lấy phần này vào bình định mức 100 ml.

2.12 Cho bay hơi đến gần khô.

2.13 Thêm 10 ml ete dầu mỏ và sau đó nếu cần thì pha loãng theo tỷ lệ 1:10 đối với các mẫu có nồng độ cao hơn phạm vi hiệu chuẩn. Mẫu đã sẵn sàng cho phân tích sắc ký khí. Các điều kiện thích hợp xem điều 3 sau đây.

Đánh giá mức độ thu hồi: Độ thu hồi của phương pháp này có thể được kiểm tra trên mẫu thuốc lá có nồng độ biết trước ở mức 1 ppm (1 µg/g).

3 Các điều kiện sắc ký khí thích hợp

3.1 Cột nhồi:

Chiều dài cột :	1 m
Vật liệu nhồi:	11% OV17 - QF1 (1+1)
Nhiệt độ của cột:	225 °C
Nhiệt độ cổng bơm:	235 °C
Loại detector:	ECD
Nhiệt độ của detector:	300 °C
Tốc độ dòng khí:	50 ml/ min (N ₂ hoặc hỗn hợp Ar/CH ₄ 95+5).

Các nồng độ chuẩn để hiệu chuẩn phải nằm trong khoảng 10⁻⁷ g/cm³. Thể tích bơm 1 µl – 5 µl.

3.2 Cột mao quản

Kích thước:	50 m x 0,32 mm đường kính trong
Loại:	WCOT fused silica
Pha tĩnh:	CP-SIL-19 CB
Độ dày màng phim:	0,19 µm
Khí mang:	Heli
Áp suất đầu cột:	170 kPa
Kiểu cổng bơm:	Chia dòng/ không chia dòng

Phương thức bơm:	Chia dòng
Nhiệt độ:	250 °C
Dòng chia:	30 ml/ min
Loại detector	ECD
Khí phụ trợ :	Nitơ
Dòng khí phụ trợ:	50 ml/ min
Nhiệt độ	300 °C

Chương trình lò: Bắt đầu ở 150 °C với tốc độ tăng 10 °C/min cho đến 280 °C, sau đó giữ ở 280 °C trong 11 phút.

4 Thông tin về đánh giá phương pháp thử

4.1 Việc đánh giá này sử dụng tất cả 81 kết quả do sáu phòng thử nghiệm cung cấp.

4.2 Độ thu hồi

Độ thu hồi có thể dao động từ 66% đến 100 % (trung bình của năm phòng thử nghiệm: 84 %) và luôn được xác định trong quá trình phân tích mỗi mẻ mẫu.

4.3 Giá trị thử mẫu trắng

Dựa trên 27 kết quả của 4 phòng thử nghiệm, giá trị thử mẫu trắng 2,8 ppm Flumetralin trên các lá chưa xử lý đã được xác định (hệ số biến động là 15,0 %). Các kết quả này có thể gồm cả khả năng bị nhiễm từ đất hoặc từ việc xử lý các cánh đồng sát cạnh.

4.4 Dải xác định

Phương pháp này đã được thử nghiệm đối với dải xác định từ 0 ppm (hoàn toàn chưa xử lý) đến khoảng 110 ppm dư lượng.

4.5 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) là 16,7 %. Không phát hiện được sự phụ thuộc vào mức dư lượng.