

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 Pendimethalin 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 các kết quả của Liên thực nghiệm JE - 25 (các mẫu do V. KOZUMPLIK, Tobacco Institute, Zagreb, Yugoslavia cung cấp) và JE - 27 (các mẫu do Len Toet, Tobacco research Board, Harare, Zimbabwe cung cấp).

Thuốc lá – Xác định dư lượng thuốc diệt cỏ Pendimethalin (Accotab, Stomp)

*Tobacco – Determination of residues of the sukercide Pendimethaline
(Accotab, Stomp)*

1 Phạm vi áp dụng

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

2 Cách tiến hành

- 2.1 Cân 10 g lá thuốc đã nghiền và chiết bằng hexan trong vòng 6 h trong bộ chiết Soxhlet (dung tích lớn hơn 100 ml). Làm khô mẫu bằng cách cho mẫu đi qua 10 g natri sunfat (Na_2SO_4) và sợi bông nhỏ.
- 2.2 Cho bay hơi trên thiết bị bay hơi quay (nhiệt độ 60 °C) đến khi còn lại 50 ml.
- 2.3 Cho 25 ml mẫu vào phễu chiết và chiết ba lần bằng 15 ml axetonitril (metyl xyanua, CH_3CN).
- 2.4 Cho bay hơi đến khô trên thiết bị bay hơi quay (nhiệt độ 60 °C).
- 2.5 Thêm 10 ml hexan và chuyển vào ống đong có nắp đậy.
- 2.6 Rửa cho đến khi tổng thể tích còn lại là 20 ml.
- 2.7 Lấy 10 ml và cho đi qua cột Florisil gắn chưa xử lý.
- 2.8 Rửa giải bằng 2 × 10 ml hexan và loại bỏ phần dung dịch rửa. Sau đó rửa giải tiếp bằng 50 ml hỗn hợp hexan/ diethylene (9+1) và thu lấy chất rửa giải.
- 2.9 Cho bay hơi đến khô và thêm hexan đến 50 ml. Đối với các nồng độ thấp có thể chỉ thêm đến 5 ml, nếu cần.
- 2.10 Bơm 5 μl lên cột sắc ký khí. Các điều kiện chạy sắc ký khí thích hợp xem điều 3 dưới đây.

TCVN 6942 : 2001

Đánh giá 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 của cổng bơm:		235 °C
Loại detector:		ECD
Nhiệt độ của detector:		300 °C

Tốc độ dòng khí: 50 ml / min (N₂ hoặc hỗn hợp Ar/CH₄ 95+5).

Nồng độ các chất chuẩn hiệu chuẩn phải nằm trong khoảng 10⁻⁷ g/ml. Thể tích bơm từ 1 µl đến 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:	175 kPa

Kiểu cổng bơm:	Chia dòng/không chia dòng
Phương thức bơm:	Chia dòng
Nhiệt độ:	280 °C
Dòng chia:	60 ml/ min

Loại detector	ECD
Khí phụ trợ:	Nitơ
Dòng khí phụ trợ :	30 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 min.

4 Thông tin về đánh giá phương pháp thử

4.1 Việc đánh giá này sử dụng tất cả 35 kết quả do năm phòng thử nghiệm cung cấp.

4.2 Độ thu hồi

Độ thu hồi có thể thay đổi từ 82% đến 105 % (trung bình của năm phòng thử nghiệm: 87 %) và luôn được xác định trong quá trình phân tích mỗi mẻ mẫu.

4.3 Giá trị thử mẫu trắng

Dựa trên 11 kết quả của 4 phòng thử nghiệm, giá trị thử mẫu trắng 0,3 ppm Pendimethalin trên các lá thuốc chưa xử lý đã xác định được (hệ số biến động 29,0 %). 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 trong dải xác định 1 ppm dư lượng. Có thể bằng cách xử lý này (1 x và 3 x nồng độ khuyến cáo) thì không phát hiện được dư lượng cao hơn.

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) cho thấy có sự phụ thuộc vào mức dư lượng. Hệ số này được ước tính là 30/70 % đối với mức 0,1 - 0,5 ppm, 20 % đối với mức 0,5 ppm - 1,0 ppm, và 15 % đối với mức trên 1,0 ppm.