

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5521-1991

NGŨ CỐC

Phương pháp xác định dư lượng Linden(γ-666)

HÀ NỘI

NGŨ CỐC

Phương pháp xác định dư lượng Lindan

Cereals - Method for determination
of residue Lindan

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định dư lượng Lindan (γ-666) trong ngũ cốc bằng phương pháp sắc ký khí.

1. Nguyên lý :

Dư lượng Lindan bị nhiễm lẫn trong ngũ cốc được chiết tách khỏi mẫu bằng Axeton, sau đó làm sạch bằng cách cho qua cột Florisil đã làm mất hoạt tính và phản hấp phụ bằng hệ dung môi rửa giải (3-2-11). Xác định dư lượng Lindan trên máy sắc ký khí với detector cộng kết điện tử ECD. Giới hạn phát hiện là 0,004 mg/kg mẫu (0,004 ppm).

2. Lấy mẫu:

Lấy mẫu theo TCVN 5139-90 (CAC-PR5-1984).

3. Dụng cụ và hóa chất:

3.1. Dụng cụ

3.1.1. Máy nghiền mẫu hoặc cối chày sứ

3.1.2. Máy lắc

3.1.3. Máy cắt quay chân không

3.1.4. Bom hút chân không

3.1.5. Máy sắc ký khí

3.1.6. Detector cộng kết điện tử ECD

3.1.7. Cột sắc ký 2000 x 3mm nhồi 10% DC 200 Chromasorb
Q 100 - 120 Mesh.

3.1.8. Cầu bình đáy tròn 250; 500 ml

3.1.9. Bình tam giác nút mài 300; 500 ml

3.1.10. Bình định mức 10; 50; 100 ml

3.1.11. Bình gạn 250; 500; 1000 ml.

3.1.12. Bình hút ẩm

3.1.13. Cột sắc ký có khóa 400 x 20mm

3.1.14. Ống đong 10; 50; 100 ml

- 3.1.15. Phễu thủy tinh 18 x 20 mm
- 3.1.16. Phễu Buchner
- 3.1.17. Giấy lọc
- 3.1.18. Bơm tiêm vi lượng 10; 25; 50 μ l
- 3.1.19. Bình quả lê 25 ml

3.2. Hóa chất

Tất cả hóa chất phải là loại tinh khiết phân tích (TKPT).

- 3.2.1. Lindan chuẩn
- 3.2.2. Axeton
- 3.2.3. n-Hexan
- 3.2.4. Natri sunfat khan
- 3.2.5. Florisil cỡ hạt 60 - 100 mesh
- 3.2.6. Ete etylic
- 3.2.7. Ete dầu hỏa (30 - 60°C)
- 3.2.8. Natri clorua
- 3.2.9. Khí nitơ sạch 99,98%
- 3.2.10. Pha dung dịch Lindan chuẩn (0,025 μ g/ml):

Cân 2,5 mg lidan chuẩn cho vào bình định mức 100 ml, hòa tan bằng n-hexan đến vạch định mức (Dung dịch A nồng độ là 2,5 μ g/ml). Lấy 1 ml dung dịch A, thêm n-hexan vừa đủ đến vạch trong bình định mức 100 ml, (dung dịch B nồng độ 0,25 μ g/ml). Bảo quản trong bình kín ở điều kiện lạnh. Trước khi bơm mẫu vào máy lấy 10 ml dung dịch B pha vào vừa đủ 100ml n-hexan bằng dung dịch C (nồng độ 0,025 μ g/ml).

3.2.11. Pha hệ dung môi rửa giải:

Đong 150ml ete etylic và 850ml ete dầu hỏa, cho vào bình nút mài 1 lít, đậy nắp và lắc đều.

4. Chuẩn bị cột Florisil:

Cân 20g Florisil vào trong bình tam giác nút mài 300ml, đem sấy ở nhiệt độ 150°C trong 4 giờ rồi sấy qua đêm ở 130°C. Để nguội ở trong bình hút ẩm. Thêm 0,4 ml nước cất, lắc đều trong 30 phút trên máy lắc để florisil ngậm đều nước, được florisil ngậm 2% nước.

Lót dưới đáy cột sắc ký một lớp bông thủy tinh 1cm và khóa vòi lại. Rót 60ml dung môi rửa giải (3-2-15) vào cột nạp từ từ 2g natri sunfat khan vào cột sắc ký, sau đó cho florisil ngậm 2% nước. Gõ

nhẹ vào thành cột sao cho lớp florisisil phân tán đồng đều và không có bọt khí. Trên mặt phủ một lớp 2,5g natri sunfat khan. Mở khóa để dung môi rửa giải chạy chậm rồi tráng lại cột bằng một lượng dung môi rửa giải nữa sao cho cột không bị khô kể từ lớp natri sunfat khan trên.

5. Chuẩn bị mẫu:

5.1. Chiết xuất mẫu:

Cân 50g mẫu đã được nghiền nhỏ đều cho vào bình tam giác nút mài 500ml. Thêm 100ml axeton, đem lắc trên máy lắc trong vòng 30 phút, lọc qua phễu Buchner có máy nút chân không. Chiết lần hai với 80ml axeton lắc trên máy lắc trong vòng 30 phút, sau đó vẫn lọc qua phễu Buchner trên. Chiết thêm một lần nữa với 70ml axeton. Thu hồi toàn bộ dịch chiết vào một bình cầu đáy tròn 500ml. Đem cất trên máy cất quay chân không ở nhiệt độ nhỏ hơn 60°C. Tới khi dịch chiết còn khoảng 5ml.

5.2. Làm sạch mẫu:

Chuyển 5ml dịch chiết từ bình cầu vào cột sắc ký, tráng rửa bình cầu nhiều lần với dung dịch rửa giải (3-2-11) và phản hấp phụ bằng 200ml dung dịch rửa giải (3-2-11). Tốc độ chảy dung dịch rửa giải là 3 - 4ml/phút. Hứng dung dịch rửa giải vào một bình cầu đáy tròn, đem cất trên máy cất quay chân không còn khoảng 5ml. Chuyển toàn bộ dịch cất sang bình quả lê, tráng lại bình cầu 2 lần, mỗi lần 2 - 3ml. Tập trung toàn bộ vào bình quả lê. Cất đến cạn khô. Hòa tan cặn bằng 1ml n-Hexan. Dung dịch đã chuẩn bị xong để bơm vào máy sắc ký khí.

6. Xác định dư lượng Lindan trên máy sắc ký khí Shimadzu GC-9A:

Điều kiện làm việc của máy sắc ký khí Shimadzu GC-9A.

- Vận tốc khí mang (Nito) 30 ml/phút.
- Vận tốc giấy ghi 10 mm/phút.
- Thời gian lưu đối với Lindan 6 - 8 /phút.
- Nhiệt độ buồng đốt 220°C.
- Nhiệt độ cột 200°C.
- Nhiệt độ detector 230°C.
- Chất nhồi cột Chromosorb Q 100 - 120 - DC - 200 - 10%.
- Bơm vào máy 3 µl mẫu và 3 µl Linden chuẩn.

7. Xử lý kết quả:

Hàm lượng Lindan (X) tính bằng miligam trong 1kg mẫu tính theo công thức sau:

$$X = \frac{Sc \cdot Cc \cdot Vo}{Sm \cdot m}$$

Trong đó:

- m: Khối lượng mẫu dùng để phân tích tính bằng gam (50g).
- Cc: Hàm lượng lindan có trong 1ml dung dịch chuẩn, $\mu\text{g/ml}$.
- Sm: Diện tích Pic mẫu thu được trên sắc ký đồ.
- Sc: Diện tích Pic chuẩn thu được trên sắc ký đồ.
- Vo: Thể tích dịch chiết được hòa ra sau khi làm sạch, ml.

Hiệu suất thu hồi của phương pháp là $87 \pm 5\%$.