

BỘ NÔNG NGHIỆP VÀ PHÁT TRIỂN NÔNG THÔN

10TCN

TIÊU CHUẨN NGÀNH

10TCN 936 - 2006

**THỊT VÀ CÁC SẢN PHẨM CỦA THỊT
XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG FENCHLORFOS**

HÀ NỘI - 2006

TIÊU CHUẨN NGÀNH

10 TCN 936-2006

THỊT VÀ CÁC SẢN PHẨM CỦA THỊT

XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG FENCHLORFOS

Meat and meat products - Determination of fenchlorfos content

(Ban hành kèm theo Quyết định số /QĐ-BNN-KHCN
ngày tháng 12 năm 2006 của Bộ trưởng Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông
thôn)

1. Đối tượng và phạm vi áp dụng.

Quy trình này áp dụng để xác định dư lượng fenchlorfos trong thịt và các sản phẩm của thịt.

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

2. Giải thích thuật ngữ.

Fenchlorfos: Là một loại hóa chất bảo vệ thực vật, có tên hóa học là 0,0-Dimetyl-0-(2,4,5-triclophenyl)-phosphorothioate, công thức hóa học $C_8H_8Cl_3O_3PS$.

Dư lượng fenchlorfos trong thịt: Lượng fenchlorfos còn sót lại trong thịt chưa bị phân hủy hoặc chưa biến đổi thành dạng khác.

3. Nguyên tắc:

Dư lượng fenchlorfos trong mẫu được chiết vào Petroleum Ether (pet ether) sau đó được làm sạch bằng cột Florisil. Sử dụng sắc ký khí với Detector NPD để xác định hàm lượng fenchlorfos có trong mẫu.

4. Hóa chất và thuốc thử.

Tất cả các loại hóa chất đều phải có độ tinh khiết dành cho sắc ký khí.

- Ethyl ether (Et ether).
- Acetonitril.
- Acetonitril bão hòa Pet ether: Acetonitril bão hòa Pet ether với nồng độ bão hòa.
- Dung môi 15%: Lắc đều 150 ml Ethyl Ether (Et ether) với 850 ml pet ether.
- Florisil: Cỡ hạt 60/100 mesh được hoạt hóa bằng lò nung ở $650^{\circ}C$ trong vòng 1 tiếng. Sau đó nung ở $130^{\circ}C$ trong vòng 5 tiếng trước khi sử dụng.
- Natri sunphat khan: Dạng hạt.
- Khí mang (Nitơ): Đạt độ tinh khiết 99,999%.

5. Thiết bị, dụng cụ:

Tất cả các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm phân tích và các thiết bị dụng cụ sau:

- Máy nghiền thịt.
- Cột Florisil: Cột thủy tinh chiều dài 20 cm, đường kính trong 22 mm với khóa Teflon.
- Bộ cô quay chân không với các bình cô quay 500ml, 250ml, 100ml, 50ml, 25ml.
- Bộ chiết Soxhlet 250 ml.
- Máy sắc ký khí với Detector NPD và các phụ kiện kèm theo.
- Lò nung.
- Cột thủy tinh 50 mm x 25 mm.

6. Lấy mẫu và bảo quản mẫu.

Theo TCVN 4833 - 1993.

7. Cách tiến hành.

7.1. Chuẩn bị mẫu thử:

- Mẫu được xay đều và đồng nhất bằng máy xay thịt. Cân 5 g mẫu, trộn đều, tơi với 50 g natri sunphat khan và được chiết bằng Soxhlet bằng 250 ml pet ether trong vòng 8 tiếng.

- Dịch chiết thu được cho bay hơi còn khoảng 15 ml. Chuyển dịch chiết trên vào phễu chiết 125 ml thêm 30 ml acetonitril bão hòa pet ether lắc đều trong 1 phút, chờ phân lớp. Chuyển pha acetonitril (pha dưới) vào phễu chiết 1 lít (phễu 1 lít thứ nhất) có chứa 650 ml nước cất, 40 ml dung dịch NaCl bão hòa, 100 ml pet ether.

- Chiết pet ether trong phễu chiết 125 ml 3 lần, mỗi lần với 30 ml bằng acetonitril bão hòa pet ether. Toàn bộ pha acetonitril được chiết vào phễu chiết 1 lít thứ nhất.

- Cầm phễu 1 lít ở vị trí nằm ngang, lắc đều khoảng 1 phút, để yên cho phân lớp, cho pha nước vào phễu chiết 1 lít thứ hai.

- Thêm 100 ml pet ether vào phễu 1 lít thứ 2, lắc đều trong khoảng 15 giây, để yên cho phân lớp.

- Loại bỏ pha nước (pha dưới), tập hợp tất cả phần pet ether chiết được, thêm 2 lần mỗi lần 100 ml nước trong vòng 1 phút, để yên cho phân lớp.

- Loại bỏ pha nước (pha dưới) trong phễu chiết 1 lít thứ hai, cho phần dung môi thu được vào cột chuyển qua cột 50 x 25 mm chứa Na_2SO_4 khan. Tráng phễu chiết và cột bằng 10 ml pet ether ba lần. Bay hơi dịch chiết đến còn khoảng 10 ml, sau đó chuyển qua cột Florisil.

7.2. Làm sạch

Nhồi Floisil vào cột đến khoảng 10 cm, và cho thêm 1 cm Na_2SO_4 khan, thấm ướt cột bằng 40-50 ml pet ether. Để dung môi chảy với tốc độ 60 giọt/phút đến khi dung môi còn cách bề mặt pha rắn khoảng 1 cm thì bắt đầu đổ dịch chiết vào cột. Loại bỏ dung môi có trong cột. Rửa giải bằng 200 ml dung môi 15%, để tốc độ chảy khoảng 5ml/phút, hứng phần dịch dung môi vào bình cầu 500 ml.

Bình cầu 500 ml được đưa vào bộ cô quay chân không, cho bay hơi đến còn 1 ml.

7.3. Xây dựng đường chuẩn

Pha dãy dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 g/ml fenchlorfos trong hexan. Bơm chính xác 2 l mỗi loại dung dịch trên vào máy sắc ký khí ở điều kiện phân tích như mục 7.4 của quy trình này để xây dựng đường chuẩn và xác định giới hạn phát hiện của máy.

7.4. Phân tích sắc ký.

Bơm chính xác 2 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 (hoặc tương đương).

Nhiệt độ Injector: 250°C.

Nhiệt độ Detector NPD: 290°C.

Chương trình nhiệt độ như sau:

80°C: 1 phút.

80°C - 160°C: 10°C/phút.

160°C - 230°C: 6°C/phút.

230°C - 280°C: 20°C/phút.

280°C: giữ nguyên trong 5 phút.

Khí mang nitơ, áp suất đầu cột 10 psi (6,89.105 Pa).

8. Tính toán và biểu thị kết quả.

8.1. Tính toán.

Hàm lượng fenchlorfos (X) tính bằng miligam trên kilogam, tính theo công thức:

$$X = \frac{AVH_2V_2}{H_1V_1P}$$

Trong đó:

A: Nồng độ chất chuẩn tính bằng miligam trên mililit;

V: Thể tích chất chuẩn bơm vào máy, tính bằng mililit;

H_2 : Là chiều cao của pic mẫu, tính bằng milimet (hoặc số đếm);

V_2 : Là thể tích cuối cùng của mẫu, tính bằng mililit;

H_1 : Là chiều cao của pic chuẩn, tính bằng milimet (hoặc số đếm);

V_1 : Là thể tích bơm vào máy, tính bằng mililit;

P: Là trọng lượng mẫu cân tính bằng kilogam.

8.2. **Biểu thị kết quả:** mg/kg đến 3 chữ số theo dấu phẩy.

9. Tài liệu tham khảo: AOAC 970.52.1997.

KT. BỘ TRƯỞNG
THỨ TRƯỞNG

TaiLieu.vn