

TỐI ƯU PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ MẪU THỰC PHẨM CHỨA HÀM LƯỢNG BÉO CAO TRONG PHÂN TÍCH THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT

Vương Quốc Phương, Nguyễn Ánh Mai
Khoa Hóa học, Đại học Khoa học Tự nhiên-ĐHQG TP.HCM

Tóm tắt

Việc phân tích dư lượng thuốc bảo vệ thực vật trong các thực phẩm chứa hàm lượng béo cao, đặc biệt là các mẫu sữa, luôn nhận được sự quan tâm đặc biệt do ảnh hưởng của nền mẫu đối với việc phân tích. Trong nghiên cứu này, chúng tôi tiến hành phân tích 55 hợp chất thuốc bảo vệ thực vật trong sữa trên thiết bị HPLC-MS/MS và GC-MS/MS với phương pháp chiết QuEChERS theo tiêu chuẩn EN 15662:2018 và phương pháp chiết trong môi trường acid được tối ưu lại trên cơ sở phương pháp QuEChERS hiện tại. Mẫu trắng thêm chuẩn được chiết với 10mL acetonitrile (phương pháp QuEChERS tiêu chuẩn) hoặc 10mL acetonitrile 1% acid formic (phương pháp chiết acid). Dung môi chiết được làm sạch bằng kỹ thuật chiết pha rắn phân tán (dSPE) với các chất hấp phụ khác nhau. Đồng thời, đề tài cũng tiến hành phê duyệt giá trị sử dụng tại giá trị LOQ và một nồng độ cao hơn từ 2 – 10 lần LOQ của cả hai phương pháp, kết quả cho thấy cả hai đều đạt yêu theo SANTE/12682/2019, với các quy định như là hiệu suất thu hồi nằm trong khoảng 70-120%, độ tái lập nhỏ hơn 20% và độ không đảm bảo đo được nhỏ hơn 50%.

Từ khóa: thuốc trừ sâu, mẫu nhiều béo, sữa, HPLC-MS/MS, GC-MS/MS, QuEChERS

OPTIMIZATION OF SAMPLE TREATMENT FOR HIGH FAT-CONTAINING FOOD IN PESTICIDE ANALYSIS

Vương Quốc Phương, Nguyễn Ánh Mai

Faculty of Chemistry, University of Science-VNU HCMC

Abstract

Analysis of pesticide residues in high-fat matrices, especially milk, always gain great attention due to the influence of the matrix on the analysis. In this study, we optimized the sample treatment for the analysis of 55 pesticides in milk samples using LC-MS/MS and GC-MS/MS as quantitation techniques. The QuEChERS extraction method according to EN 15662:2018 and the acidic extraction method modified from the QuEChERS method were investigated. Spiked blank samples were extracted with 10mL acetonitrile (QuEChERS method) and acetonitrile 1% formic acid (the modified method). The solvent extract was cleaned up by dispersive solid phase extraction (dSPE) with different adsorbents. Method validation was carried out at LOQ and a higher levels of both methods according to SANTE/12682/2019. All criteria met the regulations *e.g.* recovery was in the range of 70-120%, the reproducibility was less than 20% and the uncertainty is less than 50%.

Key words: pesticide, high fat content, milk, HPLC-MS/MS, GC-MS/MS, QuEChERS

