

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.082 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/03/2018 Trang: 1/16
---	----------------------------------	--

ĐỊNH LƯỢNG ĐA DƯ LƯỢNG
HÓA CHẤT BẢO VỆ THỰC VẬT TRONG TIÊU
BẢNG SẮC KÝ LÒNG ĐẦU DÒ KHỐI PHỔ BA TỬ CỰC VÀ
SẮC KÝ KHÍ ĐẦU DÒ KHỐI PHỔ (LC/MS/MS - GC/MS)

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
TỪ HIẾU HẬU	DIỆP THỊ HỒNG TƯƠI	TRẦN THÁI VŨ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1	Mục A. I Phạm vi áp dụng	Bổ sung chỉ tiêu được đánh giá	30/03/2018

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

Phương pháp này được áp dụng để xác định hàm lượng hóa chất bảo vệ thực vật (HCBVTV) (theo danh sách) trong tiêu. Quy trình xác nhận giá trị sử dụng tham khảo theo SANTE/11945/2015. Giới hạn phát hiện của phương pháp là 0.05 mg/kg và Giới hạn định lượng là 0.15 mg/kg.

STT	Hợp chất	Thiết bị phân tích	STT	Hợp chất	Thiết bị phân tích
1	*Bendiocarb	LC/MS/MS	48	Terbutryn	LC/MS/MS
2	*Carbofuran	LC/MS/MS	49	Thiabendazole	LC/MS/MS
3	*Ethiofencarb	LC/MS/MS	50	Thiacloprid	LC/MS/MS
4	*Fenobucarb	LC/MS/MS	51	Thiamethoxam	LC/MS/MS
5	*Iprovalicarb	LC/MS/MS	52	Tricyclazole	LC/MS/MS
6	*Isoprocarb	LC/MS/MS	53	Trifloxystrobin	LC/MS/MS
7	*Methiocarb	LC/MS/MS	54	@ alpha-HCH	GC/MS
8	*Methomyl	LC/MS/MS	55	2,4-DDD	GC/MS
9	*Pirimicarb	LC/MS/MS	56	2,4-DDE	GC/MS
10	*Propamocarb	LC/MS/MS	57	4,4-DDD	GC/MS
11	*Propoxur	LC/MS/MS	58	4,4-DDE	GC/MS
12	*Thiodicarb	LC/MS/MS	59	Alachlor	GC/MS
13	@Azinphos-methyl	LC/MS/MS	60	Bifenthrine	GC/MS
14	@Cadusafos	LC/MS/MS	61	Chlodane{cis}	GC/MS
15	@Dimethoat	LC/MS/MS	62	Chlodane{trans}	GC/MS
16	@Ethoprofos	LC/MS/MS	63	Chlorobenzilate	GC/MS
17	@Fenamiphos	LC/MS/MS	64	Chlorpyrifos	GC/MS
18	@Methidathion	LC/MS/MS	65	Chlorthal-dime	GC/MS
19	@Mevinphos	LC/MS/MS	66	Dimethenamid P	GC/MS
20	@Phosmet	LC/MS/MS	67	Endrin aldehyde	GC/MS
21	@Propetamphos	LC/MS/MS	68	Endrin ketone	GC/MS

22	@Pyrazophos	LC/MS/MS	69	Ethion	GC/MS
23	@Quinalfos	LC/MS/MS	70	Heptachlor	GC/MS
24	Acetamiprid	LC/MS/MS	71	Heptachloro epoxide	GC/MS
25	Atrazine	LC/MS/MS	72	Kresoxim-me	GC/MS
26	Azoxystrobin	LC/MS/MS	73	Methacrifos	GC/MS
27	BAP (6-Benzylaminopurin)	LC/MS/MS	74	Methoxychlor	GC/MS
28	Benalaxyl	LC/MS/MS	75	Permethrin	GC/MS
29	Carbendazim	LC/MS/MS	76	Phenothrine	GC/MS
30	Clothianidin	LC/MS/MS	77	Phenthoate	GC/MS
31	Cyprodinil	LC/MS/MS	78	Profenofos	GC/MS
32	Cypromazine	LC/MS/MS	79	Quintozene	GC/MS
33	Dimethomorph	LC/MS/MS	80	Vinclozolin	GC/MS
34	Diniconazole	LC/MS/MS	81	2,4-DDT	GC/MS
35	Fenbuconazole	LC/MS/MS	82	Brommopropylate	GC/MS
36	Imazalil	LC/MS/MS	83	Fenitrothion	GC/MS
37	Imidacloprid	LC/MS/MS	84	Fenpropathrine	GC/MS
38	Isoprothiolan	LC/MS/MS	85	Fipronil	GC/MS
39	Metalaxyl	LC/MS/MS	86	Parathion methyl	GC/MS
40	Methoxyfenozide	LC/MS/MS	87	Pentachloroanisole	GC/MS
41	Myclobutanil	LC/MS/MS	88	Pirimifos ethyl	GC/MS
42	Penconazol	LC/MS/MS	89	Pirimifos methyl	GC/MS
43	Piperonyl butoxide	LC/MS/MS	90	Quinalphos	GC/MS
44	Prometryn	LC/MS/MS	91	Terbuphos	GC/MS
45	Propiconazole	LC/MS/MS	92	Trifluralin	GC/MS
46	Tebuconazole	LC/MS/MS			
47	Tebufenozide	LC/MS/MS			

II. Tài liệu tham khảo.

1. Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate; AOAC Official Method 2007.01

2. Multiresidue determination of 29 pesticide residues in pepper through a modified QuEChERS method and gas chromatography–mass spectrometry; Biomed. Chromatogr. 2016 Oct;30(10):1686-95.

3. Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed, SANTE/11945/2015.

III. Nguyên tắc.

Phương pháp này dựa trên quá trình chiết HCBVTV từ nền mẫu tiêu lên dung môi hữu cơ Acetonitril (ACN), sử dụng hỗn hợp muối QuEChERS. Sau đó mẫu được làm sạch và phân tích trên thiết bị sắc ký khí đầu dò khối phổ (GC/MS) và sắc ký lỏng cột, đầu dò khối phổ ba tứ cực (LC/MS/MS).

VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

- a. Tuân thủ các nguyên tắc hoạt động trong phòng thí nghiệm.
- b. Báo cáo tất cả các vấn đề gây tổn thương tới con người và các sự cố gây đổ vỡ hóa chất.
- c. Dung môi hữu cơ ACN, và các chất thải từ pha động chạy máy sau khi phân tích được thu hồi vào trong thùng chứa có dán nhãn và lưu giữ chúng như các chất thải độc hại.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

1. Thiết bị cơ bản.
 - Pipet thủy tinh (thể tích 5 ± 0.1 mL và 10 ± 0.1 mL)
 - Cân phân tích, độ chính xác 0.1mg,
 - Máy ly tâm cho ống 50ml và 15mL
 - Bình định mức 10 mL
 - Micropipet các loại 20 μ L, 200 μ L, 1000 μ L.
 - Pipet các loại 1 mL, 2 mL, 5mL, 10 mL.

- Ống ly tâm 50 mL, 15 mL.
 - Màng lọc 0.45 μ m, vial và xy lanh.
2. Thiết bị phân tích
- Hệ thống sắc ký lỏng ghép khối phổ ba tứ cực TSQ Quantum Ultra hoặc tương đương.
 - Hệ thống sắc ký khí ghép khối phổ một tứ cực GC 6890 – MS 5973 hoặc tương đương.

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- Hỗn hợp muối QuEChERS: Cân 4g muối $MgSO_4$ và 1g muối CH_3COONa vào ống ly tâm 50 ml.
- Hỗn hợp muối clean up 1: Cân 800 mg $MgSO_4$, 400 mg PSA, 400 mg C18 và 800 mg Silica vào ống ly tâm 15 ml.
- Hỗn hợp muối clean up 2: Cân 400 mg $MgSO_4$, 200 mg PSA, 200 mg C18 và 400 mg Silica vào ống ly tâm 15 ml.
- Bột clean up EMR (1g)– Agilent
- Dung dịch chiết ACN (1% acetic acid): Pha 40 ml acetic acid vào 4L dung môi ACN

2. Chất chuẩn.

a. Chuẩn gốc:

- Các hóa chất chuẩn HCBVTV dạng rắn và lỏng từ chuẩn của Sigma Aldrich hoặc tương đương.
- Nội chuẩn Carbendazim-D3, nội chuẩn alpha Lindane-D6 (α -HCH-D6) , chuẩn surrogate Triphenylphosphate (TPP) của Sigma Aldrich hoặc tương đương
- Bảo quản và lưu trữ: Các chuẩn rắn được lưu trữ theo đúng nhiệt độ khuyến cáo của nhà sản xuất. Cụ thể có 3 vị trí lưu trữ: chuẩn lưu tủ đông ($-18^{\circ}C$), chuẩn lưu tủ mát ($8^{\circ}C$) và chuẩn lưu ở nhiệt độ phòng ($20^{\circ}C$).

b. Dung dịch chuẩn gốc

- Dung dịch chuẩn gốc các chất HCBVTV: Cân chính xác khoảng 10 mg các chất chuẩn thuộc các họ nói trên vào các bình định mức 10 mL riêng biệt, hoà tan bằng Acetonitril và định mức đến vạch bằng Acetonitril. Lưu ý đến độ tinh khiết của chất chuẩn. Khi đó nồng độ chất chuẩn trong dung dịch được tính được theo công thức sau:

$$C(mg/L) = \frac{m(mg) \times 1000}{V(ml)} \times P$$

Trong đó: C là nồng độ chất chuẩn có trong dung dịch (mg/L).

m là khối lượng cân của chất chuẩn (mg).

V là thể tích định mức (mL).

P: Độ tinh khiết của chất chuẩn (%).

- Nội chuẩn Carbendazim-D3, alpha Lindane-D6 (α -HCH-D6) và chuẩn Triphenylphosphate (TPP) được pha và tính toán nồng độ tương tự như dung dịch chuẩn gốc HCBVTV.
- Bảo quản và lưu trữ theo SANTE/11945/2015: Các dung dịch chuẩn gốc sau khi chuẩn bị được lưu trữ trong các ống thủy tinh, dán nhãn, bảo quản ở nhiệt độ lạnh (-18°C), sử dụng trong thời gian 3 năm.

c. Dung dịch chuẩn hỗn hợp làm việc

- Tất cả các dung dịch chuẩn làm việc đều được pha trong dung môi ACN tinh khiết phân tích.
- Chuẩn hỗn hợp (10 mg/L): Từ mỗi dung dịch gốc trên (1000 mg/L) tương ứng lấy 100 μL cho vào bình định mức 10 mL, định mức đến vạch với Acetonitril. Chuẩn hỗn hợp được pha theo các họ HCBVTV.
 - Hỗn hợp chuẩn 10 mg/L HCBVTV nhóm Pyrethroids.
 - Hỗn hợp chuẩn 10 mg/L HCBVTV nhóm Organophosphorus
 - Hỗn hợp chuẩn 10 mg/L HCBVTV nhóm Carbamat
 - Hỗn hợp chuẩn 10 mg/L HCBVTV nhóm Organochlor
 - Hỗn hợp chuẩn 10 mg/L HCBVTV nhóm Acylalanine, Benzimidazol, Phenylpyrazole, Pyridinecarboxamide, Strobilurin, Reductase, Triazole, Triazine.

- Chuẩn hỗn hợp (1 mg/L): Rút 1.00 mL mỗi loại hỗn hợp chuẩn 10 mg/L ở trên vào bình mức 10 mL, định mức tới vạch bằng Acetonitril.
- Dung dịch nội chuẩn α -HCH-D6 10 mg/L. Từ dung dịch gốc (1000 mg/L) rút 100 μ L cho vào bình định mức 10 mL, định mức đến vạch với Acetonitril.
- Dung dịch hỗn hợp surrogate TPP 20 mg/L , Carbendazim-D₃ 2mg/L (SS). Rút 200 μ L TPP 1000mg/L và 20 μ L Carbendazim-D₃ 1000mg/L vào bình định mức 10mL. Sau đó định mức lại bằng Acetonitril
- Bảo quản và lưu trữ theo SANTE/11945/2015: Dung dịch chuẩn hỗn hợp làm việc sau khi chuẩn bị được lưu trữ trong các ống thủy tinh, dán nhãn, bảo quản ở nhiệt độ mát (8°C), sử dụng trong thời gian 1 năm.
- Pha dãy chuẩn làm việc:
 - o Định tính: Sử dụng 1 điểm chuẩn định tính ở hàm lượng LOQ
 - o Định lượng:

LC/MS/MS: Pha các điểm chuẩn có nồng độ 1 μ g/L, 2 μ g/L, 5 μ g/L, 10 μ g/L, 20 μ g/L, 40 μ g/L trong dung môi ACN-DI (2-8).

Nồng độ dãy chuẩn (μ g/L)	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0	40
TPP 20mg/L(μ l)	20					
Thể tích HCBVTV 1mg/L (μ l)	10	20	50	100	200	400
Thể tích định mức (ml) ACN-DI	10ml					

GC/MS : Pha các điểm chuẩn có nồng độ 10 μ g/L, 25 μ g/L, 50 μ g/L, 100 μ g/L, 200 μ g/L

V (μ L) Chuẩn HCBVTV 1mg/L	ST1 (10 μ g/L)	ST2 (25 μ g/L)	ST3 (50 μ g/L)	ST4 (100 μ g/L)	ST5 (200 μ g/L)
	10	25	50	100	200

V (µL) SS - CB-D3 (20mg/L - 2mg/L)	10				
V (µL) IS – apha Lindane (20mg/L)	20				
V (µL) nền mẫu	770				
V (µL) ACN	190	175	150	100	0

- Bảo quản và lưu trữ: Dây chuẩn làm việc sau khi chuẩn bị được lưu trữ trong các ống thủy tinh, dán nhãn, bảo quản ở nhiệt độ mát (8°C), sử dụng trong thời gian 3 tháng.

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
- Mẫu QC: Mẫu spike trên nền mẫu blank với nồng độ kiểm soát: 0.15 mg/kg

a. Mẫu Blank matrix: Mẫu blank tiêu không phát hiện chất phân tích hoặc phát hiện ở nồng độ nhỏ hơn LOD

b. Mẫu thêm chuẩn (QC)

- Phân tích 01 mẫu thêm chuẩn với nồng độ thêm là 0.15 mg/kg sau khi phân tích 20 mẫu hoặc một mẻ mẫu. Mẫu thêm chuẩn được thực hiện cùng lúc với lô mẫu phân tích.
- Tính toán độ thu hồi theo phương trình

$$R(\%) = \frac{C_s - C}{S} \times 100$$

Trong đó:

R = Độ thu hồi

C_s = Nồng độ mẫu thêm chuẩn

C = Nồng độ của mẫu nền

S = Nồng độ của chất phân tích thêm vào mẫu

IV. Xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu:

Theo “ Hướng dẫn công việc đồng nhất mẫu trong phòng thí nghiệm – HD.KT.022”

2. Phương pháp tiến hành.

- Cân 2 ± 0.02 g mẫu đã đồng nhất vào ống ly tâm 50 mL, thêm 100 μ L chuẩn SS 20 mg/L.
- Mẫu QC-spike: Thêm 300 μ L dung dịch chuẩn HCBVTV nồng độ 1mg/L vào mẫu blank
- Thêm vào 20 mL ACN (1% CH₃COOH), đậy nắp, lắc mạnh trong 1 phút. Siêu âm 30 phút
- Thêm tiếp vào hỗn hợp MgSO₄ (4 ± 0.2 g) và NaCl (1 ± 0.05 g), lắc mạnh trong 1 phút, ly tâm 3000 vòng /phút trong 5 phút.
- Làm sạch EMR: Rút 10 mL dịch chiết thô ACN vào ống ly tâm clean up bằng EMR, vortex 1-2 phút, ly tâm 3-5 phút.
- Làm sạch với hỗn hợp muối 1: Rút 5 mL dịch chiết làm sạch EMR vào ống ly tâm 15 mL chứa sẵn hỗn hợp muối clean up 1 , vortex 1-2 phút, ly tâm 3000 vòng /phút (3-5phút).
- Làm sạch với hỗn hợp muối 2: Rút 2 mL dịch chiết làm sạch với hỗn hợp muối 1 vào ống ly tâm 15 mL chứa sẵn hỗn hợp muối clean up 2 , vortex 1-2 phút, ly tâm 3000 vòng /phút (3-5phút).
- Dịch chiết sạch sau ly tâm được chia thành 2 phần:
 - + Xác định trên GC/MS: Rút 490 μ L dịch chiết vào vial có chứa sẵn 10 μ L nội chuẩn α -HCH-D6 10 mg/L.
 - + Xác định trên LC/MS/MS: Rút 200 μ L dịch chiết cho vào ống ly tâm 15mL. Đuổi dung môi đến khô, định mức lại với 800 μ L nước cất khử ion và 200 μ L ACN, vortex 10-15 giây, lọc mẫu qua màng lọc 0.45 μ m vào vial 1.8 mL.

V. Phân tích

1. Thông số thiết bị

 Điều kiện LC/MS/MS:

a. Điều kiện LC

- Cột C-18 (150 x 2.1 mm, 5µm)
- Pha động: methanol (0.1% HCOOH) và H₂O khử ion (0.1% HCOONH₄)
- Tốc độ dòng: 350 µl/phút
- Thể tích tiêm 20µL

Thời gian, phút	H ₂ O (0.1 %HCOONH ₄) %	MeOH (0.1 % HCOOH) %
0	90	10
1.5	90	10
5	20	80
8	10	90
9	0	100
11	0	100
11.5	90	10
13	90	10

b. Điều kiện MS

- Nguồn ion hóa: ESI+
- Chế độ: SRM
- Ion định tính, định lượng

Hợp chất	Ion mẹ m/z	Ion định lượng m/z	Colision Energy	Ion định tính m/z	Colision Energy
*Bendiocarb	224.1	167.0	8	109.0	18
*Carbofuran	222.1	165.1	16	123.0	16
*Ethiofencarb	226.1	107.0	17	164.0	8

*Fenobucarb	208.0	94.9	14	152.0	8
*Iprovalicarb	321.1	119.1	16	203.1	10
*Isoprocarb	194.1	95.1	14	137.1	8
*Methiocarb	226.0	121.0	22	169.0	10
*Methomyl	163.0	88.0	10	106.0	10
*Pirimicarb	239.1	72.0	18	182.1	15
*Propamocarb	189.1	102.0	17	144.0	12
*Propoxur	210.0	111.0	16	168.0	10
*Thiodicarb	355.0	87.9	16	107.9	16
@Azinphos-methyl	318.0	160.0	8	261.0	8
@Cadusafos	271.1	159.0	16	131.0	22
@Dimethoat	230.1	125.0	20	199.0	10
@Ethoprosfos	243.2	97.0	31	131.0	20
@Fenamiphos	304.1	217.1	24	202.1	36
@Methidathion	303.0	85.1	20	145.0	10
@Mevinphos	225.1	127.1	15	193.1	8
@Phosmet	318.0	160.0	22	77.0	46
@Properthion	282.0	138.0	20	156.0	12
@Pyrazophos	374.0	222.1	22	194.0	32
@Quinalfos	299.0	162.9	24	96.9	30
Acetamiprid	223.0	126.0	20	56.1	15
Atrazine	216.1	174.1	18	96.1	23
Azoxystrobin	404.0	372.0	15	329.0	30
Benalaxyl	326.1	148.0	20	91.0	34
Carbendazim	192.1	160.1	18	132.1	28

Clothianidin	250.0	169.0	12	132.0	18
Cyprodinil	226.0	93.0	33	108.0	25
Cypromazine	167.0	60.2	19	108.1	19
Dimethomorph	388.1	300.9	20	165.0	30
Diniconazole	326.1	70.2	25	159.0	34
Fenbuconazole	337.0	70.1	20	125.0	36
Imazalil	297.0	159.0	22	69.0	22
Imidacloprid	256.1	175.1	20	209.1	15
Isoprothiolan	291.1	188.8	22	230.9	12
Metalaxyl	280.1	220.1	13	192.1	17
Methoxyfenozide	369.1	149.1	18	313.2	8
Myclobutanil	289.1	70.2	18	125.1	32
Penconazol	284.0	70.1	16	159.0	34
Piperonyl butoxide	356.3	176.9	11	119.0	37
Prometryn	242.0	158.0	25	200.1	17
Propiconazole	342.0	69.0	22	159.0	34
Tebuconazole	308.0	70.1	22	125.0	40
Tebufenozide	353.1	133.0	20	297.1	8
Terbutryn	242.1	186.1	20	91.0	28
Thiabendazole	202.0	175.0	25	131.0	30
Thiacloprid	253.0	126.0	20	90.1	40
Thiamethoxam	292.0	211.2	12	132.0	22
Tricyclazole	190.0	163.0	22	136.0	27
Trifloxystrobin	409.0	186.0	16	145.0	40

Điều kiện GC/MS

a. Điều kiện GC

- Cột HP-5MS (30 m x 0.25mm x 0.25 μ m)
- Khí mang: Heli
- Chương trình nhiệt: 90 °C (2 phút), tăng 25 °C/phút đến 150 °C (0 phút), tăng 3°C/phút đến 200 °C (0 phút), tăng 8 °C/phút đến 280 °C (11 phút).
- Chế độ tiêm: không chia dòng
- Tốc độ dòng: 2.3 ml/phút ở chế độ đẳng áp P=22.6 PSI tại 90 °C.
- Nhiệt độ buồng tiêm: 280 °C
- Nhiệt độ transferline: 280 °C

b. Điều kiện MS

- Nguồn ion hóa: EI , nhiệt độ 230 °C
- Dòng phát xạ: 34.6 μ A
- Chế độ: SIM

Hợp chất	Ion định lượng	Ion định tính		
@ 2,4-DDD	235	237	165	
@ 2,4-DDE	248	249	182	154
@ 2,4-DDT	237	165	246	
@ 4,4-DDD	235	237	165	
@ 4,4-DDE	246	248	176	
Alachlor	160	188	269	
Brommopropylate	339	343	341	
@ alpha-HCH	219	181	183	
@ Chlodane{cis}	373	375	377	
@ Chlodane{trans}	373	375	377	
@ Chlorobenzilate	251	253	139	
@ Endrin aldehyde	345	279	250	
@ Endrin ketone	317	281	319	

@ Heptachlor	272	274	337	
@ Heptachloro epoxide	353	355	351	
@ Methoxychlor	227	228	152	
Bifenthrine	181	166	165	
Pentachloroanisole	280	265	237	
Chlorpyrifos	314	316	197	
Dimethenamid P	154	230	203	
Ethion	384	231	153	
Fenitrothion	277	260	125	
Fenpropathrine	181	265	97	349
Kresoxim-me	131	206	116	
Trifluralin	306	264	290	
Fipronil	367	369	213	215
Methacrifos	180	125	240	
Phenothrine	183	184	350	
Parathion methyl	263	109	125	
Permethrin	183	163	165	
Pirimiphos - ethyl	333	318	304	
Pirimiphos - methyl	277	260	125	
Profenofos	337	374	339	
Quintozone	295	237	249	
Terbufos	231	288	153	
TPP (SS)	326	325		
Vinclozolin	212	285	198	
α -HCH-D6 (IS)	224	222		

2. Trình tự của quá trình tiêm mẫu trên thiết bị phân tích.

Dung môi trắng → Các chuẩn có nồng độ từ thấp tới cao → Dung môi trắng →
Mẫu cần kiểm nghiệm → Mẫu thêm chuẩn → Chuẩn kiểm tra.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Hàm lượng HCBVTV trong mẫu được tính toán theo công thức:

$$C = \left(\frac{C_0 \times V_{extract}}{m} \times f \right)$$

- C: nồng độ chất phân tích trong mẫu (µg/L)
- C₀: nồng độ chất phân tích trong dịch chiết tính trên đường chuẩn, (µg/L)
- V_{extract}: Thể tích dịch chiết
- f: hệ số pha loãng
- m: khối lượng cân (g)

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- ✓ Đồng thị tuyến tính ít nhất 5 điểm chuẩn với R² ≥ 0.99
- ✓ Độ thu hồi: giá trị từ XNGTSD của phương pháp.
- ✓ Tỷ số ion.

Cường độ tương đối của ion định tính so với ion định lượng phải nằm trong khoảng cho phép

Cường độ tương đối (so với ion định lượng)	Sai số cho phép GC-EI-MS	Sai số cho phép LC/MS/MS
>50%	± 10%	± 30%
20-50%	± 15%	
10%-20%	± 20%	
<10%	± 50%	

- ✓ Độ lệch của thời gian lưu không quá 2.5% cho LC và 0.5% cho GC
- ✓ Độ lệch của dung dịch chuẩn kiểm tra không quá 15%
- ✓ Biểu đồ kiểm soát xu hướng diễn biến kết quả phân tích (Control chart).

Thực hiện kiểm soát xu hướng diễn biến kết quả phân tích theo SANTE/11945/2015 với 10% số chất trong tổng số các chất HCBVTV ở mức

thêm chuẩn 0.01 mg/kg. Giá trị hiệu suất thu hồi các chất đại diện được ghi nhận vào control chart sau mỗi lô mẫu phân tích .

- Các chất thực hiện spike kiểm soát đại diện dành cho GC: Permethrin, Cis-chlordan, , Chlorpyrifos,, Fipronil.
- Các chất thực hiện spike kiểm soát đại diện dành cho LC: Pirimicarb, Dimethoate, Azoxystrobin, Carbendazim,.

Các chất HCBVTV còn lại được định kì kiểm tra sau mỗi 6 tháng ở mức thêm chuẩn 0.15 mg/kg. Các giá trị hiệu suất thu hồi được ghi nhận vào control chart.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu: BM.15.04a