Xác định đồng thời dư lượng kháng sinh nhóm phenicol trong một số loại thực phẩm tươi sống trên địa bàn Hà Nội bằng phương pháp sắc ký lỏng khối phổ (LC/MS/MS) : Luận văn ThS. Hóa học: 60 44 29 Vũ Thị Ngân ; Nghd. : PGS.TS. Nguyễn Xuân Trung

Tóm tắt luận văn

Để kiểm soát dư lượng hóa chất nói chung và kháng sinh nói riêng, đã có nhiều phương pháp phân tích được khuyến cáo sử dụng. Nhưng với những đặc điểm ưu việt và độ chính xác nên chỉ các phương pháp phân tích sắc ký khối phổ (GC-MS, LC-MS) được coi là phương pháp phân tích khẳng định, có giá trị pháp lý để phát hiện và định lượng nồng độ các chất tồn dư, đặc biêt đối với nhóm chất cấm hoặc cần được kiểm soát ở lượng vết hay siêu vết. Tuy nhiên, do tích chất phức tạp, tính đặc hiệu của phương pháp nên việc ứng dụng, vận hành ổn định và giá thành phân tích luôn là thách thức đối với người làm công tác phân tích. Để giảm thiểu chi phí phân tích xu hướng chung của các nước là phát triển và chuẩn hóa các phương pháp phân tích có khả năng phát hiện và định lương đồng thời nhiều chất trong một lần phân tích. Vì vậy, để góp phần nâng cao năng lực phân tích và chiến lược kiểm soát dư lượng kháng sinh ở nước ta, việc nghiên cứu tối ưu và chuẩn hóa các phương pháp phân tích nói chung và phương pháp khẳng định lý hóa nói riêng như phương pháp sắc ký lỏng khối phổ là rất cần thiết. Xuất phát từ thực tế đó, đề tài này được thực hiện nhằm tối ưu hóa phương pháp sắc ký lỏng khối phổ LC/MS/MS có khả năng xác định đồng thời hai chất trong nhóm Phenicol (Chloramphenicol và Florfenicol) tồn dư trong một số thực phẩm tươi sống chính được bán trên thị trường Hà Nội.

Luận văn đã thu được những kết quả như sau:

1. Nghiên cứu và tối ưu hóa được các điều kiện chạy sắc ký lỏng khối phổ như: pha động, cột sắc ký, detector.

- ***Cột Symestry C18 của Water (150mm x 4,6mm x 5mm).***
- ***Tiền cột Symestry C18 của Water (20 mm x 3,9 mm x 5mm).***
- ***Thành phần pha động: Kênh A là dung dịch acid axetic 0,1% trong nước, kênh B là dung môi MeOH.***
- ***Chương trình chạy gradient***
- ***Tốc độ dòng 0,4ml/phút.***

2. Nghiên cứu và đánh giá được khoảng tuyến tính, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của Chloramphenicol và Florfenicol, độ lặp lại và độ thu hồi của phương pháp.

   CAP : LOD 0,009ng/g; LOQ 0,03ng/g

   FF: LOD 0,003ng/g; LOQ 0,009ng/g

   – Phần trăm sai số và hệ số biến thiên CV của phép đo tại 3 mức nồng độ 10ppb, 100ppb và 300ppb đối với FF và 0,1; 1; 3 có giá trị từ 1,2 7,6% đều nằm trong giới hạn cho phép của AOAC.

   Kết quả độ thu hồi R_{tb}% ở 3 mức nồng độ với mỗi chất đều cao hơn 83%, nằm trong giới hạn cho phép của AOAC. Độ lặp lại CV(%) khá tốt, nhỏ hơn 4,31%.

3. Nghiên cứu và đưa ra điều kiện để tách chiết CAP và FF trong một số loại thịt làm thực phẩm.
4. Đưa ra quy trình phân tích xác định đồng thời tồn dư kháng sinh CAP và FF trong một số loại thực phẩm tươi sống bằng phương pháp sắc ký lỏng khối phổ.

5. Tiến hành phân tích trên 22 mẫu thịt và mẫu trắng đối chứng trên địa bàn Hà Nội, xác định độ thu hồi trên các nền mẫu khác nhau.

Trong số 22 mẫu khảo sát thì phát hiện thấy 6/22 mẫu dương tính với Chloramphenicol tuy nồng độ định lượng được không cao 0,02 đến 0,46ng/g mẫu; và 3/22 mẫu dương tính với FF đặc biệt mẫu DAL6 có hàm lượng FF rất cao vượt giới hạn tồn dư cho phép của EU. Các nền mẫu khác nhau ở mức thêm chuẩn 1ng/ml đều lớn hơn 80%.

TIẾNG ANH

Official thesis title:

" Determining antibody contanminant of Phenicol group in fresh food in Hanoi area by Liquid Chromatography – Mass Spectrophotometry (LC/MS/MS)"

Summary of the thesis:

To control residues of antibiotics in general and in particular, many analytical methods are recommended. But with Vietnamese characteristics and accuracy advantages, only the analytical methods of chromatography mass spectrometry (GC-MS, LC-MS) is considered the method of analysis confirmed that there validity to detect and quantify the concentrations of residues, especially for groups of substances should be banned or controlled in ultra trace amounts or traces. However, due to the complexity analysis, the specificity of the method to the application, stable operation and cost analysis is always a challenge for people working in the analysis. To reduce the cost of analyzing the general trend is the development and standardization of analytical methods capable of detecting and quantifying simultaneously in a single substance analysis. So, in order to improve the analysis and control strategy antibiotic residues in our country, the study of optimization and standardization of analytical methods in general and physico-chemical methods in particular claims as liquid chromatography mass spectrometry is needed. Starting from the fact that this topic was conducted to

optimize methods of liquid chromatography mass spectrometry LC / MS / MS can determine simultaneously the two substances in the group Phenicol (Chloramphenicol and florfenicol) residues in a of fresh food sold in the Hanoi market.

1. Study and optimize the conditions for running liquid chromatography mass spectrometry as the mobile phase, column chromatography, detector.

- Column of Water Symestry C18 (150 mm x 4.6 mm x 5 mm).
- Pre-C18 column Symestry of Water (20 mm x 3.9 mm x 5 mm).
- Composition of mobile phase: A channel is a 0.1% solution of acetic acid in water, solvent B was MeOH channel.
- The program runs gradient
- Flow rate 0.4 ml / min.

2. Research and evaluate linear range, detection limit and limit the amount of chloramphenicol and florfenicol, and repeatability of the method of recovery.

CAP: LOD 0.009 ng / g; LOQ 0.03 ng / g

FF: LOD 0.003 ng / g; LOQ 0.009 ng / g

The percent error and coefficient of variation CV of the measurements at three concentration levels of 10ppb, 100ppb and 300ppb for FF and 0.1, 1 and 3 with values from 1.2 to 7.6% are in the world permitted by AOAC.

The result of RTB% recovery in 3 levels for each substance concentration is higher than 83%, are in the limits of the AOAC. Reproducibility CV (%) is quite good, less than 4.31%.

3. Research and provide conditions to extract the CAP and FF in some kind of meat as food.

4. Provide process analysis and determination of residues of antibiotics in CAP and FF some fresh food by liquid chromatography mass spectrometry.

5. Conduct analysis on 22 samples of meat and white pattern for the area of Hanoi, determine the recovery on the different samples.

Of the 22 samples surveyed, found that 6 / 22 samples positive for Chloramphenicol but not quantifiable concentrations higher 0.02 to 0.46 ng / g sample, and 3 / 22 samples positive for specific FF samples DAL6 FF very high levels of residues beyond the limit allowed by EU. The different patterns in the more standard levels are greater than 80% 1ng/ml.