



DOI:10.22144/ctujos.2023.164

NGHIÊN CỨU XÂY DỰNG PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH ABAMECTIN TRÊN NỀN MẪU THỦY SẢN VÀ SẢN PHẨM THỦY SẢN BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỒNG GHÉP HAI LẦN KHỐI PHỔ

Trịnh Công Chức¹, Nguyễn Quốc Châu Thanh², Nguyễn Trọng Tuân² và Đặng Huỳnh Giao^{3*}

¹Học viên cao học Trường Bách Khoa, Trường Đại học Cần Thơ

²Khoa Khoa học Tự nhiên, Trường Đại học Cần Thơ

³Trường Bách Khoa, Trường Đại học Cần Thơ

*Người chịu trách nhiệm về bài viết: Đặng Huỳnh Giao (email: dhgiao@ctu.edu.vn)

Thông tin chung:

Ngày nhận bài: 24/02/2023

Ngày nhận bài sửa: 01/04/2023

Ngày duyệt đăng: 06/04/2023

Title:

Developing a method to analyze abamectin in aquatic samples and aquatic products by ultraperformance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

Từ khóa:

Abamectin, phân tích, sắc ký lỏng ghép khối phổ, thủy sản

Keywords:

Abamectin, analysis, aquatic product, ultraperformance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ABSTRACT

The study develops a method to determine the content of abamectin, an anti-parasitic drug, on aquatic samples and aquatic products to serve the quality control and inspection needs of farmed marine animals. In this work, abamectin in raw shrimp, pangasius and breaded shrimp matrices was extracted using QueChERS method (Quick-Easy-Cheap-Effective-Rugged-Safe) and analyzed by Ultraperformance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC/MS/MS). Necessary parameters such as linear range, the limit of detection (LOD), the limit of quantitation (LOQ), sensitivity, selectivity, repeatability, reproducibility, and accuracy were investigated based on the criteria standards of domestic and international organizations. The developed method has met the needs of analyzing and controlling residues in aquaculture and post-processed products.

TÓM TẮT

Nghiên cứu xây dựng phương pháp xác định hàm lượng abamectin, một loại thuốc chống ký sinh trùng trên các nền mẫu thủy sản và sản phẩm thủy sản nhằm mục đích phục vụ nhu cầu kiểm tra, kiểm soát chất lượng, sản phẩm trên đối tượng thủy sản nuôi. Trong nghiên cứu này, abamectin trong các nền mẫu tôm nguyên liệu, cá tra và tôm tẩm bột được chiết bằng kỹ thuật QueChERS (Quick-Easy-Cheap-Effective-Rugged-Safe) và phân tích bằng phương pháp sắc ký lỏng ghép hai lần khối phổ (UPLC/MS/MS). Các thông số cần thiết như khoảng tuyến tính, giới hạn phát hiện (LOD), giới hạn định lượng (LOQ), độ nhạy, độ chọn lọc, độ lặp lại, độ tái lập và độ đúng được tiến hành khảo sát dựa trên các tiêu chí của các tổ chức trong nước và quốc tế. Phương pháp được xây dựng đã đáp ứng tốt nhu cầu phân tích, kiểm soát dư lượng trên thủy sản nuôi và sản phẩm sau chế biến.

1. GIỚI THIỆU

Việt Nam là nước nông nghiệp với thế mạnh về nhiều loại cây trồng, vật nuôi. Trong đó, thủy sản là một trong những mặt hàng chủ lực mang lại giá trị kinh tế cao trong cơ cấu ngành nông nghiệp. Giá trị xuất khẩu thủy sản cả nước đạt 8,89 tỉ USD với sản lượng 8,73 triệu tấn năm 2021 (Huong, 2021). Nhằm tăng năng suất nuôi trồng trước tình hình dịch bệnh, đa số hộ nông dân đã sử dụng nhiều kháng sinh hay thuốc trừ sâu, dẫn đến tình trạng tồn dư hóa chất trong thủy sản và sản phẩm thủy sản. Điều này đã tồn tại nhiều năm qua làm ảnh hưởng nghiêm trọng đến sức khỏe người tiêu dùng và uy tín chất lượng sản phẩm thủy sản Việt Nam trên thị trường thế giới (Mai, 2022). Abamectin là thành phần chính trong nhiều loại thuốc diệt côn trùng vì nó có khả năng diệt tất cả côn trùng mà không cần kết hợp với nhiều loại hoạt chất khác (Quỳnh, 2022). Hoạt chất abamectin được dùng nhiều trong trồng trọt, nhưng thời gian gần đây hoạt chất abamectin xuất hiện trong một số sản phẩm tôm đông lạnh xuất khẩu ra thị trường Châu Âu của một vài doanh nghiệp trên địa bàn các tỉnh Đồng bằng sông Cửu Long.

Abamectin là một hoạt chất thuộc nhóm Avermectin được phân lập từ quá trình lên men của vi khuẩn *Streptomyces avermitilis* sống dưới lòng đất. Hoạt chất này tác động đến hệ thần kinh của côn trùng thông qua việc kích thích ion clorua làm ức chế acid γ -aminobutyric. Hay nói cách khác, hoạt chất này tiêu diệt côn trùng bằng cách làm gián đoạn hệ thần kinh của chúng. Điều này khiến côn trùng ngừng ăn và từ từ bị tiêu diệt. Khi được sử dụng làm thuốc trừ sâu, abamectin thể hiện hoạt tính rất hiệu quả vì tác dụng lâu dài của nó. Việc phun thuốc lặp đi lặp lại là không cần thiết, vì hoạt chất này đã tạo ra hàng rào bảo vệ sẽ tiếp tục có hiệu lực sau khi phun lần đầu tiên. Vì vậy, thuốc trừ sâu có chứa abamectin được ưa chuộng và sử dụng nhiều trên nhiều loại thực vật như: rau, hoa, chè và cà phê (Huy, 2018). Trên thế giới, đã có một số nghiên cứu về abamectin trong rau, ngũ cốc, chè, cà phê và sữa bò bằng một số phương pháp như phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC). Kỹ thuật sắc ký lỏng ghép khối phổ cũng đã được áp dụng trong phân tích abamectin trên một số nền mẫu nông sản (Regina et al., 2014). Các phương pháp đánh giá về độc chất abamectin luôn được cải tiến, nâng cao khả năng kiểm soát và hạn chế sử dụng trong nông sản hay các sản phẩm có liên quan (Kim et al., 2014). Tuy nhiên, các mẫu thủy sản và sản phẩm thủy sản đến thời điểm hiện tại vẫn chưa được nghiên cứu. Chính vì thế, nghiên cứu xây dựng phương pháp đánh giá dư lượng abamectin đối với nền mẫu trên là rất cần

thiết. Phương pháp được xây dựng dựa trên kỹ thuật chiết mẫu QueChERS (Quick-Easy-Cheap-Effective-Rugged-Safe), đây là kỹ thuật chiết an toàn, nhanh chóng, dễ thực hiện và hiệu quả cao được phát triển bởi các nhà khoa học USDA năm 2003 (Michelangel et al., 2003). Vì vậy, nghiên cứu góp phần xây dựng phương pháp phân tích abamectin trên nền mẫu thực tế với mục tiêu kiểm tra, kiểm soát tồn dư hợp chất này trên đối tượng thủy sản nuôi và sản phẩm thủy sản đã qua chế biến.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Thiết bị và hóa chất

Thiết bị phân tích sắc ký lỏng ghép hai lần khối phổ UPLC đầu dò Xevo TQ-S micro của hãng Waters. Cột C18 1,7 μ m, 2,1x50mm, phần mềm ứng dụng Masslynx. Ion hóa ở chế độ ion dương ESI (+), tỉ lệ khối lượng/điện tích ion mẹ $m/z = 890,7$ ion định lượng có $m/z = 305,1$ ion định tính $m/z = 145,1$. Năng lượng ion hóa capillary 2(kV), thế cone 25(V), collision energy lần lượt là 25 và 20 eV. Dung môi sử dụng, kênh A amonium formate 20 mM, kênh B acetonitrile.

Các thiết bị phụ trợ: cân phân tích, máy li tâm, máy lắc mẫu, máy vortex, bể điều nhiệt có hệ thống thổi khô khí nitơ.

Formic acid (CH₂O₂, 99,6%), ammonium acetate (CH₃COONH₄, 98%), amoniumformate (CH₃NO₂, 97%), Nước HPLC (H₂O), acetonitrile HPLC (C₂H₃N, 99,9%), sodium chloride (NaCl, 99,5%); Magiesium sulfate (MgSO₄, 99,5%) của Merck KGaA, Đức.

Bột C18 và bột Primary Secondary Amine (PSA) có nguồn gốc từ hãng Agilent technologies, USA; Chất chuẩn abamectin (90,2%), HPC Standards GmbH-Gemany.

2.2. Vật liệu nền

Mẫu nền sử dụng: tôm sú tươi nguyên liệu, cá tra nguyên liệu, tôm tằm bột được thu mua tại thành phố Cà Mau, trong tháng 10/2021.

2.3. Phương pháp tiến hành

2.3.1. Chuẩn bị mẫu

Mẫu cá: bỏ đầu, xương và ruột chỉ lấy phần ăn được, xay nhuyễn.

Mẫu tôm: bỏ đầu, bóc vỏ xay nhuyễn thịt.

Mẫu tôm tằm bột: xay nhuyễn.

2.3.2. Pha chế hóa chất, chuẩn

Chuẩn 1000 mg/L: Cân 10 mg chuẩn abamectin vào từng bình định mức 10 mL, hòa tan chuẩn bằng acetonitrile, định mức đến vạch 10 mL (khối lượng cân hoặc nồng độ thực của chuẩn được tính toán dựa vào độ tinh khiết của chuẩn và sai số khi cân nếu có). Dung dịch chuẩn được bảo quản 2-8°C.

Chuẩn hỗn hợp làm việc 2 mg/L: Hút 20 µL chuẩn abamectin 1000 mg/L vào bình định mức 10 ml, định mức đến vạch bằng acetonitrile. Dung dịch chuẩn được bảo quản 2-8°C.

Pha động A: Dung dịch ammonium formate 20 mM: Hòa tan 1,2612 g ammonium formate vào bình định mức 1000 mL định mức đến vạch bằng nước HPLC. Dung dịch này được bảo quản trong chai thủy tinh ở nhiệt độ phòng.

Pha động B: Acetonitrile.

2.3.3. Xử lý mẫu

Cân 10 g mẫu vào ống ly tâm nhựa có nắp 50 mL, thêm vào 4 mL nước dùng cho HPLC, lắc tối mẫu. Tiếp theo, 8 mL dung dịch acetonitrile được thêm vào, trộn đều, vortex 1 phút, sau đó lắc nhẹ khoảng 5 phút trên máy lắc mẫu. Mỗi ống được thêm vào 4 g Na₂SO₄ khan, 1 g NaCl, lắc nhẹ khoảng 2 phút. Ly tâm mẫu với tốc độ khoảng 4000 vòng/phút trong 10 phút, ở điều kiện nhiệt độ phòng.

Làm sạch mẫu: Lấy dung dịch lớp trên cho vào ống nghiệm 15 mL có chứa khoảng 300 mg PSA, 300 mg bột C18, 1g Na₂SO₄ khan, lắc đều bằng tay, trộn đều trên máy vortex 5 phút. Ly tâm ≥ 3500 vòng/phút trong 10 phút ở nhiệt độ phòng (Michelangel et al., 2003).

Dung dịch phía trên sau ly tâm được hút 4 ml và cho vào ống thủy tinh thổi khô dưới dòng khí N₂ với nhiệt độ khoảng 50°C.

Sau đó, ta hòa tan với 2 mL n-Hexan, 1 mL dung dịch acetonitrile: nước 70:30 (v:v). Dung dịch lớp trên được loại bỏ, hút dung dịch còn lại lọc qua màng lọc 0,20-0,22 µm vào lọ mẫu 2 mL.

2.3.4. Điều kiện UPLC/MSMS

Điều kiện cho UPLC

Nhiệt độ cột: 30° C. Pha động: 20 mM ammonium formate trong nước (A), Acetonitrile (B). Tốc độ dòng: 0,3 mL/phút. Thể tích tiêm: 10 µL. Thời gian phân tích: 5 phút.

Bảng 1. Chương trình gradient dòng

Thời gian (phút)	A (%)	B (%)
0	95	5,0
0,8	95	5,0
1,2	5,0	95
3,0	5,0	95
3,2	95	5,0
5,0	95	5,0

Điều kiện cho đầu dò khối phổ

Kiểu ion hóa: ESI (+). Capillary: 2 (kV). Desolvation Temp: 500°C. Desolvation: 1000 (L/H). Cone: 25 (V)

Bảng 2. Điều kiện phân mảnh

Chỉ tiêu	Ion mẹ(m/z)	Ion con(m/z)	Năng lượng va chạm (V)
		305,1 ^(*)	25
Abamectin	890,7	145,1	20
		567	10

Ghi chú: ^(*)ion định lượng

2.3.5. Xác nhận giá trị sử dụng phương pháp

Khoảng tuyến tính: Thêm chuẩn trên từng nền mẫu trong khoảng 0-200 µg/kg để xem xét khoảng làm việc của phương pháp, đồng thời thêm chuẩn tại các giá trị dự kiến xây dựng đường chuẩn: 0, 3, 6, 12, 25, 50 µg/kg để đánh giá độ tuyến tính. Các kết quả cân đánh giá là độ lệch chuẩn tương đối của các điểm chuẩn và độ tuyến tính.

Giới hạn phát hiện (LOD): Khảo sát LOD qua 3 ngày, mỗi ngày phân tích 7 mẫu thêm chuẩn tại nồng độ 1 µg/kg. Thực hiện như nhau trên 3 nền mẫu đã chọn. Kết quả sau khảo sát cần đánh giá dấu hiệu nhận dạng sự có mặt của một chất trong phân tích sắc ký lỏng khối phổ như: tỉ lệ signal/noise (S/N), tỉ lệ ion, độ lệch thời gian lưu (RT).

Giới hạn định lượng (LOQ): Giới hạn định lượng LOQ bố trí thí nghiệm giống như thực hiện LOD, nhưng thêm chuẩn tại nồng độ 3 µg/kg. Các kết quả phân tích được cần đánh giá tín hiệu nhận dạng và độ chính xác.

Độ nhạy: Khảo sát tại LOD kiểm tra độ nhạy phương pháp tại LOD, thêm chuẩn 21 mẫu/nền mẫu tại LOD, xem xét tín hiệu phát hiện để đánh giá độ nhạy của phương pháp.

Độ chọn lọc: Khảo sát lặp lại 21 lần mẫu trắng trên mỗi nền mẫu, xem xét tất cả các mẫu có được nhận diện đúng.

Độ lặp lại: Phân tích 7 mẫu thêm chuẩn tại mỗi nồng độ, bắt đầu từ LOQ và 3 nồng độ khác nằm

trong khoảng làm việc của đường chuẩn, trong điều kiện lặp lại; tính toán độ lệch chuẩn Sr và độ lệch chuẩn tương đối RSDr trong 1 mẻ phân tích ở mỗi nồng độ.

Độ tái lập: Phân tích 7 mẫu thêm chuẩn tại một nồng độ trên mỗi nền mẫu, trong điều kiện tái lập nội bộ phòng thí nghiệm; xác định độ lệch chuẩn SR, độ lệch chuẩn tương đối RSD vào các thời điểm khác nhau.

Độ đúng: Tính toán độ thu hồi của từng loạt 21 mẫu thêm chuẩn tại cùng một nồng độ trên mỗi nền mẫu.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Khoảng tuyến tính

Kết quả khảo sát khoảng tuyến tính gồm các điểm chuẩn 0, 3, 6, 12, 25, 50, 100, 200 µg/kg qua ba ngày, hệ số hồi quy lần lượt là 0,995, 0,997, 0,998.

Bảng 3. Độ lệch các điểm chuẩn

Mẫu	Ngày 1	Ngày 2	Ngày 3
3 µg/kg	7,74%	11,2%	6,08%
6 µg/kg	6,51%	4,95%	4,87%
12 µg/kg	11,64%	8,36%	0,26%
25 µg/kg	8,25%	8,99%	6,72%
50 µg/kg	10,46%	7,70%	5,76%
100 µg/kg	1,82%	0,80%	1,24%
200 µg/kg	5,04%	3,92%	1,59%

Các điểm chuẩn được đánh giá thông qua độ lệch, sau khi lập đường chuẩn xong kiểm tra bằng phương pháp tính ngược lại nồng độ của các điểm chuẩn sử dụng để xây dựng đường chuẩn. Sau 3 ngày khảo sát lặp lại cho thấy rằng các điều kiện đánh giá đều đáp ứng yêu cầu. Các yêu cầu bao gồm $R^2 \geq 0,99$, độ lệch điểm chuẩn tại giá trị định lượng $\leq 20\%$, các điểm chuẩn còn lại được lệch không quá 15%. Kết quả trên cho thấy các nồng độ điểm chuẩn được lựa chọn phù hợp nên giá trị hệ số hồi quy tuyến tính tốt, khoảng tuyến tính của phương pháp khá rộng.

Tuy nhiên, khi thực hiện đường chuẩn đi kèm mẫu khảo sát chỉ thực hiện 6 điểm, từ điểm chuẩn 0 đến điểm chuẩn 50 µg/kg, nhằm giảm bớt thời gian, chi phí và nhân lực khi thực hiện phương pháp. Điều này cũng tránh hạn chế về khoảng cách quá xa giữa điểm chuẩn đầu và điểm chuẩn cuối trong một đường chuẩn, nhưng vẫn phù hợp với yêu cầu đường chuẩn có tối thiểu 5 điểm kể cả điểm chuẩn 0 (European Union law, 2021).

3.2. Giới hạn phát hiện (LOD)

Các tiêu chí nhận diện một chất theo qui định của Cộng đồng chung Châu Âu (European Union law, 2021) bao gồm:

- Tỷ lệ S/N ≥ 3 .
- Tỷ lệ ion được phép dao động $\pm 40\%$ so với chuẩn.
- Độ lệch thời gian lưu cho phép $\pm 0,1$ phút so với chuẩn

Bảng 4. Kết quả khảo sát các thông số đánh giá LOD trên các nền mẫu tôm, cá tra, tôm tằm bột

Nền tôm thêm chuẩn 1 µg/kg	RT	Ti lệ ion	S/N
N=21	3,29-3,36	0,42-0,62	>3
Nền cá tra thêm chuẩn 1 µg/kg			
N=21	3,30-3,39	0,40-0,60	>3
Nền tôm tằm bột thêm chuẩn 1 µg/kg			
N=21	3,24-3,27	0,41-0,56	>3

Qua khảo sát thực nghiệm và đánh giá, 100% mẫu thêm chuẩn tại LOD, phương pháp đều phát hiện đúng. Các tín hiệu phát hiện rất rõ ràng, diện tích peak lớn khác biệt so với nền mẫu thể hiện qua tỉ lệ S/N khá lớn, hình ảnh tín hiệu sắc ký đồ sắc nhọn. Tỷ lệ ion tất cả các mẫu khảo sát tại LOD đều đạt so với chuẩn theo qui định trên. Thời gian lưu lệch rất nhỏ so với chuẩn và nằm trong giới hạn cho phép.

Nhìn chung, tại giá trị 1 µg/kg, kết quả phân tích đã đáp ứng đầy đủ các tiêu chí về nhận diện một chất trong kỹ thuật sắc ký lỏng ghép khối phổ. Giá trị LOD này cũng đáp ứng được mục đích sử dụng phương pháp trong phân tích dư lượng abamectin trong thủy sản và sản phẩm thủy sản theo yêu cầu của các cơ quan quản lý.

3.3. Giới hạn định lượng (LOQ)

Bảng 5. Kết quả khảo sát các thông số đánh giá LOQ trên nền tôm nguyên liệu, cá tra, tôm bột

Thông số	Tôm	Cá tra	Tôm bột
RSDR(%) (N=21)	15,62	21,00	15,87
R(%) (N=21)	67-115	65-115	61-113

Kết quả sau khi phân tích ngoài xem xét về các yếu tố định danh thì đánh giá về độ chính xác của kết quả cần đặc biệt quan tâm. Độ chính xác đánh giá thông qua độ thu hồi và độ lệch chuẩn tương đối

các mẫu thêm chuẩn. Kết quả sau khảo sát, tính toán các thông số và so sánh với các tiêu chí qui định của các tổ chức chuyên môn, hiệp hội, các cơ quan quản lý trong và ngoài nước. Cả 3 nền mẫu sau nhiều loạt phân tích kết quả tính toán thống kê cho thấy độ lặp lại, độ tái lập và thu hồi đều đạt yêu cầu so với qui định của Hiệp hội phân tích hóa học .

Theo qui định của AOAC (2016) về độ chính xác trong khoảng nồng độ từ 1-10 µg/kg là $RSD_R(\%) \leq 32\%$, %R (60-115%). Số liệu cho thấy tại mức nồng độ 3 µg/kg phương pháp định lượng tốt, kết quả có độ chính xác phù hợp trên cả ba nền mẫu thực hiện. Abamectin hiện là chất hạn chế sử dụng, mức tồn dư cho phép trong các mặt hàng nông sản, thủy sản dao động từ 10 đến 80 µg/kg tùy từng loại, từng quốc gia (European Union law, 2018).

Giới hạn định lượng của phương pháp 3 µg/kg là phù hợp với mục đích sử dụng để phân tích dư lượng có trong thủy sản nuôi xuất khẩu sang các thị trường quốc tế.

3.4. Độ nhạy

Kết quả khảo sát tại giá trị LOD qua 21 lần lặp lại trên mỗi nền, tất cả đều phát hiện đúng (kết quả thực nghiệm đã trình bày trong mục đánh giá LOD). Do vậy, phương pháp có độ nhạy đạt 100% tại giới hạn phát hiện.

Kết quả này cho thấy phương pháp đạt độ nhạy cao, tất cả các mẫu dương tính đều phát hiện đúng.

3.5. Độ chọn lọc

Độ chọn lọc được đánh giá thông qua khảo sát mẫu trắng (mẫu không chứa chất phân tích). Dựa vào kết quả phát hiện đúng mẫu âm tính trong loạt mẫu phân tích để đánh giá độ chọn lọc. Qua khảo sát một loạt 21 mẫu trắng trên 3 nền tôm nguyên liệu, cá tra, tôm tằm bột tất cả đều không phát hiện chất phân tích. Điều này cho thấy rằng độ chọn lọc phương pháp rất tốt.

3.6. Độ chính xác của phương pháp (độ chụm và độ đúng)

Phân tích 7 mẫu thêm chuẩn tại 3 nồng độ khác nhau nằm trong khoảng làm việc của đường chuẩn, phân tích trong 3 ngày liên tục/nền mẫu.

Các kết quả này được dùng để tính toán độ lặp lại, độ tái lập (độ chụm) và độ đúng (thông qua tính toán thu hồi trên mẫu thêm chuẩn).

Độ lặp lại được đánh giá qua rất nhiều loạt mẫu (12 loạt) trải dài từ LOQ đến điểm có nồng độ cao trong đường chuẩn (40 µg/kg). Thông qua kết quả khảo sát cho thấy nền tôm nguyên liệu có độ chụm

tốt nhất, các nền cá tra và tôm tằm bột có kết quả phân tán hơn. Nguyên nhân có thể là do sự phức tạp của nền mẫu cá và bột tằm.

Bảng 6. Kết quả khảo sát độ chính xác qua 3 nồng độ trên các nền mẫu tôm, cá tra, tôm bột thêm chuẩn

Mẫu thêm chuẩn	Tôm	Cá tra	Tôm bột
10 µg/kg			
RSDR(%) (N=21)	17,34	17,02	17,57
R(%) (N=21)	63-110	69-114	64-114
20 µg/kg			
RSDR(%) (N=21)	9,35	10,17	8,61
R(%) (N=21)	85-109	84-109	84-108,9
40 µg/kg			
RSDR(%) (N=21)	7,80	9,62	7,09
R(%) (N=21)	82-109	81-106	84-107

Độ tái lập của phương pháp trên 3 nền mẫu đều rất tốt, kết quả khá chụm sau 3 ngày khảo sát. Những dữ liệu trên cho thấy phương pháp ổn định khi phân tích vào những thời điểm khác nhau.

Độ đúng là thông số quan trọng trong định lượng một chất, nó phản ánh mức độ gần nhau giữa giá trị thực và nồng độ phân tích được. Độ thu hồi hay độ chụm tại các khoảng nồng độ khác nhau có tiêu chí chấp nhận khác nhau. Nồng độ càng cao thì giá trị sai lệch cho phép càng nhỏ. Do đó, không có gì bất ngờ khi kết quả thống kê cho thấy ở các nồng độ thấp các giá trị thu hồi phân tán và lệch nhiều hơn. Tuy nhiên, tất cả kết quả tính toán thống kê độ đánh giá độ chính xác đều đạt yêu cầu, kết quả khảo sát phương pháp cho độ chính xác tốt. Đồng thời, các tiêu chí đều đạt theo qui định của Hiệp hội phân tích hóa học AOAC (2016) về độ chính xác trong khoảng nồng độ từ lớn hơn 10 µg/kg đến 100 µg/kg là $RSD_R(\%) \leq 22\%$, %R (80-110%).

4. KẾT LUẬN

Phương pháp phân tích abamectin trong các nền mẫu thủy sản và sản phẩm thủy sản vừa xây dựng qua thực nghiệm chứng minh có giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng thấp đáp ứng tốt nhu cầu phân tích, kiểm soát dư lượng trên thủy sản nuôi và sản phẩm sau chế biến. Các kết quả đánh giá về độ chính xác của phương pháp đều đáp ứng theo yêu cầu các tổ chức quốc tế về kiểm tra, xác nhận giá trị sử dụng phương pháp phân tích. Độ chụm khá cao trong cùng một thí nghiệm và qua các thời điểm khác nhau. Độ thu hồi trên các mẫu thêm chuẩn đều đạt tốt. Qui mô cỡ mẫu thống kê tương đối lớn, các

thông số đều được khảo sát chi tiết, kỹ lưỡng. Các nền mẫu thực hiện khảo sát mang tính đại diện cao trong thực tiễn. Tuy nhiên, nghiên cứu này chỉ dừng lại ở nhóm nền mẫu phổ biến, chưa thể thực hiện đa

dạng trên nhiều đối tượng thủy sản. Vì vậy, đề xuất hướng nghiên cứu tiếp theo là thử nghiệm trên nhiều nền mẫu khác nhau để thu được kết quả bao quát hơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- AOAC. (2016). *Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements*. https://www.aoac.org/wp-content/uploads/2019/08/app_f.pdf
- Regina, F., Fernanda, G., Silvia, T., & Monica, C. (2014). *Development of analytical method for determination of antiparasitics residues in Milk using QuEChERS and analysis by LC-MS/MS*. Agilent Technologies
- European Union law. (2018). *Commission Regulation (EU) 2018/1514 of 10 October 2018 amending Annexes II, III and IV to Regulation (EC) No 396/2005 of the European Parliament and of the Council as regards maximum residue levels for abamectin, acibenzolar-S-methyl, clopyralid, emamectin, fenhexamid, fenpyrazamine, fluazifop-P, isofetamid, Pasteuria nishizawae Pn1, talc E553B and tebuconazole in or on certain products*. <https://www.legislation.gov.uk/eur/2018/1514/data.pdf>
- European Union law. (2021). *Commission Implementing Regulation (EU) 2021/808 of 22 March 2021 on the performance of analytical methods for residues of pharmacologically active substances used in food-producing animals and on the interpretation of results as well as on the methods to be used for sampling and repealing* *Decisions 2002/657/EC and 98/179/EC*. http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2021/808/oj
- Quỳnh, H. (2022). *Hoạt chất abamectin*. <https://vietnong.vn/hoat-chat-abamectin>
- Hương, Đ. (2021). *Xuất khẩu thủy sản ước đạt 8,89 tỉ USD năm 2021*. <https://baohinhphu.vn/xuat-khau-thuy-san-uoc-dat-889-ty-usd-nam-2021-102306108.htm>
- Kim, S. W., Abd El-Aty, A. M., Choi, J. H. (2014). Analysis of abamectin residues in green tea using QuEChERS method and liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *J Korean Soc Appl. Biol. Chem.* 57, 783–787. <https://doi.org/10.1007/s13765-014-4209-7>
- Mai, P. S. (2022). *Nhiều lô hàng bị trả về, xuất khẩu cần thận trọng*. <https://thuisanvietnam.com.vn/nhieu-lo-hang-bi-tra-ve-xuat-khau-can-than-trong/>
- Michelangel A., Steven J. L., (2003). Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe approach for the determination of pesticide. 18th Annual Waste Testing & Quality Assurance Symposium (pp. 231-241).
- Huy, N. (2018). *Hoạt chất abamectin là gì*. <https://vietnamnongnghiepsach.com.vn/2018/05/08/hoat-chat-abamectin-la-gi/>