

TỐI ƯU HÓA PHƯƠNG PHÁP QUENCHERS TRONG PHÂN TÍCH BẰNG SẮC KÍ LỎNG HIỆU NĂNG CAO PHÁT HIỆN TỒN DƯ TETRACYCLINE TRONG MỘT SỐ LOẠI THỊT BÀN Ở CHỢ TẠI THÀNH PHỐ HỒ CHÍ MINH

Nguyễn Thị Lan Anh¹, Dư Thanh Vũ¹, Nguyễn Trần Xuân Phương²

TÓM TẮT

Trong nghiên cứu này, tồn dư kháng sinh tetracycline trong thịt được xác định bằng phương pháp sắc kí lỏng hiệu năng cao (HPLC) với quy trình xử lý mẫu QuENCHERS. Kết quả cho thấy, nếu áp dụng quy trình này sẽ giảm thời gian xử lý mẫu một cách đáng kể, từ 7 giờ xuống còn 4 giờ cho hoạt phân tích đồng thời 10 mẫu. Giới hạn phát hiện LOD và giới hạn định lượng LOQ thấp, nằm trong giới hạn phát hiện theo TCVN 8748:2011. Khoảng tuyến tính và đường chuẩn cho hệ số tương quan cao $R^2 = 0,9998$, độ chụm, độ đúng, độ lặp lại ANOVA, độ tái lập tốt, hiệu suất thu hồi đạt 87,65% cho thấy HPLC phù hợp để phân tích tetracycline trong thịt. Mẫu thịt heo, thịt bò và thịt gà được thu mua tại 10 chợ trên địa bàn thành phố Hồ Chí Minh để xác định tồn dư tetracycline trong thịt. Kết quả cho thấy, phát hiện tồn dư tetracycline trong tất cả các loại thịt với tỉ lệ dương tính ở heo, bò và gà lần lượt là 60%, 38% và 41,33%. Tuy nhiên, số mẫu vượt quá giới hạn cho phép của Bộ Y tế không đáng kể, có 1,33% mẫu thịt heo dương tính vượt giới hạn cho phép của Bộ Y tế.

Từ khóa: *Tetracycline, HPLC, tồn dư kháng sinh.*

1. BẬT VẤN ĐỀ

Ở Việt Nam thường sử dụng kháng sinh để phòng và trị bệnh cho gia súc nên tình trạng tồn dư kháng sinh trong thịt và sữa là phổ biến. Điều tra tình hình sử dụng kháng sinh trong chăn nuôi heo quy mô hộ gia đình tại tỉnh Thái Bình đã cho thấy kiến thức, thái độ và thực hành thực tế liên quan tới tình trạng sử dụng kháng sinh trong chăn nuôi heo, gà của người chăn nuôi là còn hạn chế. Sự lựa chọn loại kháng sinh, quyết định về liều lượng kháng sinh và thời gian ngừng thuốc chủ yếu dựa trên kinh nghiệm của người chăn nuôi, chiếm tỷ lệ tương ứng là 68,3%, 35,0% và 60,0%. Tình trạng tồn dư kháng sinh vượt quá ngưỡng cho phép vẫn còn xảy ra [7].

Trong tổng số 80 mẫu thịt heo và 70 mẫu thịt gà được thu thập ở thành phố Hồ Chí Minh (TP. HCM) trong 4 tháng cuối năm 2015 để kiểm tra dư lượng một số kháng sinh. Kết quả cho thấy tình hình tồn dư kháng sinh còn vượt ngưỡng giới hạn cho phép [10].

Tetracycline là một loại kháng sinh phổ rộng, có tác dụng với nhiều vi khuẩn gram âm (-) và gram dương (+), được sản xuất bởi một loại vi khuẩn. Thuốc có khả năng gắn vào và ức chế ribosom của vi khuẩn. Do đó, tetracycline ngăn cản quá trình gắn

aminoacyl t – RNA, làm ức chế tổng hợp protein làm vi khuẩn không thể sinh trưởng và phát triển.

Việc bổ sung kháng sinh với liều lượng thấp giúp cải thiện về khối lượng vật nuôi, giảm lượng thức ăn cho vật nuôi, giúp vật nuôi chống lại bệnh tật. Tuy nhiên, theo PGS.TS. Ngô Tiến Hiến, Hội Khoa học và Công nghệ lương thực, thực phẩm Việt Nam, việc sử dụng kháng sinh không hợp lý hoặc sai nguyên tắc trong chăn nuôi và nuôi trồng thủy sản đã gây hiện tượng kháng kháng sinh. Mặt khác, tồn dư thuốc trong sản phẩm động vật gây ảnh hưởng xấu đến sức khỏe cộng đồng, môi trường cũng như hiệu quả điều trị bệnh [1]. Chính vì vậy, để tăng cường kiểm soát dư lượng thuốc, các nước phát triển đã có những quy định rất chặt chẽ và kiểm soát nghiêm ngặt. Ngày 22/12/2009 EU đã ban hành Quyết định số 37/2010 thay cho Quyết định số 2377/90 EC quy định giới hạn tồn dư thuốc thú y cho phép trong sản phẩm động vật [8]. Trong nghiên cứu này, tetracycline trong thịt động vật được khảo sát tại một số chợ trên địa bàn thành phố Hồ Chí Minh, giúp hiểu rõ thực trạng tồn dư kháng sinh tetracycline.

TCVN 8748:2011 đã quy định về việc xác định tetracycline trong thịt và sản phẩm thịt bằng phương pháp sắc kí lỏng hiệu năng cao (High Performance Liquid Chromatography – HPLC) [3]. Tuy nhiên, quy trình xử lý mẫu tồn dư khá nhiều thời gian. Do đó, nghiên cứu này sử dụng phương pháp xử lý mẫu

¹ Trường Đại học Công nghệ TP. Hồ Chí Minh (HUTECH)

² Trường Đại học Quốc tế Hồng Bàng

QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe), nhằm nâng cao hiệu quả phân tích mẫu.

Kỹ thuật QuEChERS hiện nay là cơ sở cho các phương pháp thử được thừa nhận rộng rãi trên thế giới như AOAC 2010 (2001.07), EN 15662 và đang được các phòng thí nghiệm hiện đại ở Việt Nam áp dụng.

2. NGUYÊN VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Nguyên vật liệu

Thịt heo, thịt bò và thịt gà được thu mua tại 10 chợ trên địa bàn TP. HCM.

Chất chuẩn tetracycline sản xuất bởi Công ty Sigma. Các hóa chất Acetonitrile (ACN) grade HPLC, Methanol (MeOH) for analysis $\geq 99\%$, CH_3COONa 99%, MgSO_4 99%, Na_2HPO_4 khan 99,5%, KH_2PO_4 khan 99,5%, CH_3COOH 99,5%, Triplex III $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 99%, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ khan 99,5%, TFA (Axit Trifluoroacetic) 98%, axit citric 99% do Merck sản xuất. C18 và PSA do công ty Agilent cung cấp.

Chất chuẩn gốc tetracycline 1000 mg/L pha trong MeOH được bảo quản ở 5°C, dung trong chai sẫm màu, bền trong 6 tháng. Dãy chất chuẩn 20-500 $\mu\text{g/L}$ được pha trong pha động (10 mM TFA/MeOH 5%).

2.2. Quy trình xử lý mẫu

Cán 5 g mẫu cho vào ống nghiệm 50 mL, thêm 5 mL nước cất, 15 mL CH_3COOH 1%/acetonitrile. Vortex 1 phút, siêu âm như khảo sát ở mục 2.3.1. Thêm 2,0 g MgSO_4 khan, 1,2 g CH_3COONa vào, lắc mạnh 1 phút, vortex 5 phút. Ly tâm 3500 vòng/10 phút, 10°C. Hút 5,0 mL dung dịch cho vào ống nghiệm chứa sẵn PSA, C18 như khảo sát ở mục 2.3.2 và 0,5 g MgSO_4 khan. Vortex 2 phút và ly tâm 3500 vòng/phút trong 5 phút ở 10°C. Lấy toàn bộ dịch chiết thổi khô bằng khí N_2 ở 40°C. Hòa tan mẫu bằng 1 mL pha động (10 mM axit TFA/MeOH 5%). Lọc rồi tiến hành HPLC/PDA.

2.3. Tối ưu hóa quy trình xử lý mẫu

2.3.1. Khảo sát thời gian siêu âm

Thêm chất chuẩn tetracycline 100 $\mu\text{g/L}$ vào mẫu, tiến hành xử lý mẫu theo quy trình 2.2. Khảo sát thời gian siêu âm 5, 10, 20, 30, 40 phút. Đánh giá kết quả khảo sát dựa theo hiệu suất thu hồi.

2.3.2. Khảo sát lượng PSA và C18

Thêm chất chuẩn tetracycline 100 $\mu\text{g/L}$ vào mẫu, tiến hành xử lý mẫu theo quy trình 2.2. Khảo sát lượng

PSA và C18 theo bảng 1. Đánh giá kết quả khảo sát dựa theo hiệu suất thu hồi.

Bảng 1. Bảng khảo sát lượng PSA và C18

Kí hiệu mẫu	PSA (g)	C18 (g)
1	0,1	0,1
2	0,2	0,2
3	0,4	0,4
4	0,6	0,6
5	0,8	0,8

Mẫu đối chứng: thực hiện theo TCVN 8748:2011.

2.4. Thẩm định quy trình phân tích tetracycline bằng HPLC

Khảo sát các thông số giới hạn phát hiện LOD, giới hạn định lượng LOQ, xây dựng khoảng tuyến tính từ 0-500 ppb, xây dựng đường chuẩn từ 20-400 ppb, xác định độ đúng, độ chụm, độ lặp lại, độ tái lập và hiệu suất thu hồi của phương pháp theo AOAC 2013 [2].

Độ đúng của phương pháp là chỉ mức độ gần nhau giữa giá trị trung bình của kết quả thử nghiệm và giá trị thực hoặc giá trị được chấp nhận là đúng. Độ đúng đạt yêu cầu khi $F < F_{\text{crit}}$ và giá trị này được tính toán bằng phần mềm Excel 2016 – Anova: Single Factor.

Độ chụm chỉ mức độ dao động của các kết quả thử nghiệm dọc lặp quanh trị giá trung bình. Độ chụm bao gồm độ lặp lại ANOVA S_R và độ tái lập R , được tính toán theo công thức (1) và (2) [12].

$$S_R = \sqrt{\frac{MS_{\text{between}} - MS_{\text{within}}}{n} + MS_{\text{wi}}} \quad (1)$$

$$R = \frac{S_R \times 100}{(\bar{X}_1 + \bar{X}_2) / 2} \quad (2)$$

Độ chụm được biểu thị bằng độ lệch chuẩn (SD) và độ lệch chuẩn tương đối ($RSD\%$) và được tính bằng công thức (3) và (4):

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (3)$$

$$RSD\% = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \quad (4)$$

Hiệu suất thu hồi ($H\%$) được tính toán theo công thức (5):

$$H\% = \frac{H_{\text{thực tế}}}{H_{\text{lý thuyết}}} \times 100 \quad (5)$$

2.5. Điều kiện vận hành HPLC

Cột: Agilent C18-5 μm (250 mm \times 4,6 mm) + cột bảo vệ.

Tốc độ dòng: 1,5 mL/phút.

Nhiệt độ cột: 30°C.

Thể tích tiêm mẫu: 20 μL .

Đầu dò PDA: bước sóng 350 nm.

Pha động: gradient nồng độ (TFA 10 mM, Methanol, Acetonitrile) theo bảng 2.

Bảng 2. Chương trình gradient nồng độ

Thời gian (phút)	% TFA 10 mM	% Methanol	% Acetonitrile
0	95	1	4
7,5	70	6	24
13,5	65	7	28
18	95	1	4

2.6. Khảo sát tồn dư kháng sinh tetracycline trong thịt ở một số chợ trên địa bàn TP. HCM

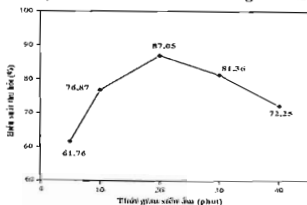
Mẫu thịt được thu mua ở 10 chợ trên địa bàn TP. HCM với quy trình lấy mẫu và bảo quản mẫu thực hiện theo hướng dẫn QCVN 01 04: 2009/BNNPTNT [4]. Mỗi chợ thu mua 5 mẫu thịt heo, 5 mẫu thịt bò và 5 mẫu thịt gà. Sau đó, mẫu được xay nhuyễn và tiến hành phân tích theo quy trình đã được khảo sát.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Tối ưu hóa quy trình xử lý mẫu

3.1.1. Thời gian siêu âm

Kết quả khảo sát thời gian siêu âm được thể hiện ở hình 1. Thời gian siêu âm tăng từ 10-20 phút thì hiệu suất thu hồi tăng từ 61,76-87,05%, tăng 25,29%. Điều này cho thấy, siêu âm nâng cao hiệu quả tách chiết tetracycline ra khỏi nền mẫu. Sóng siêu âm



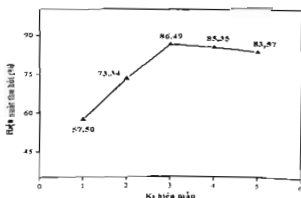
Hình 1. Kết quả khảo sát thời gian siêu âm

giúp chất phân tích hòa tan tốt hơn vào dung môi. Tuy nhiên, nếu tiếp tục tăng thời gian siêu âm, hiệu suất bắt đầu giảm vì tetracycline là chất kém bền nhiệt, sóng siêu âm làm tăng nhiệt độ dung môi tách chiết nên làm chất phân tích bị phân hủy. Bên cạnh đó, nếu siêu âm trong thời gian dài, sóng siêu âm cũng làm cắt đứt các mạch liên kết của tetracycline, làm giảm hiệu suất thu hồi còn 72,25%. Do đó, có thời gian 20 phút siêu âm cho quá trình tách chiết tetracycline trong mẫu thịt.

3.1.2. Lượng PSA và C18

Kết quả khảo sát lượng PSA và C18 trong quá trình làm sạch mẫu được thể hiện ở hình 2. Khi tăng lượng PSA và C18 từ 0,1-0,4 g thì hiệu suất thu hồi tăng từ 57,50-86,49%. PSA và C18 là những chất dùng để làm sạch axit béo, axit hữu cơ, đường... giúp giảm ảnh hưởng của nền mẫu, dung dịch phân tích sạch hơn nên tăng được tuổi thọ của cột sắc kí [9]. Vì vậy, hiệu suất thu hồi chất phân tích tăng khi lượng PSA và C18 tăng. Tuy nhiên, nếu tiếp tục tăng lượng hóa chất này thì hiệu suất thu hồi có giảm một lượng không đáng kể. Tetracycline cũng bị hấp phụ bởi C18 nên cần sử dụng một lượng vừa đủ để tránh làm giảm hiệu suất thu hồi chất phân tích. Sử dụng có định 0,4 g PSA và 0,4 g C18 để thực hiện quá trình làm sạch mẫu.

Đồng thời, mẫu đối chứng được thực hiện theo TCVN 8748:2011 thu được hiệu suất thu hồi đạt 89,21%, chênh lệch không đáng kể so với phương pháp sử dụng QuEChERS để xử lý mẫu (khoảng 87%). Tuy nhiên, quy trình xử lý mẫu phức tạp, sử dụng nhiều hóa chất, tốn nhiều thời gian gây ảnh hưởng đến chất lượng phân tích mẫu. Do đó, việc sử dụng QuEChERS là phương pháp mới giúp nâng cao hiệu quả phân tích tetracycline trong thịt.

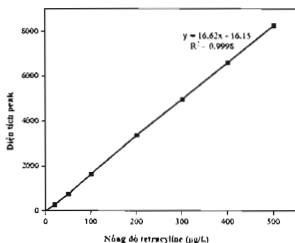


Hình 2. Kết quả khảo sát lượng PSA và C18

3.2. Thẩm định phương pháp phân tích tetracycline bằng HPLC

3.2.1. Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng

Trong nghiên cứu này, giới hạn phát hiện LOD và giới hạn định lượng LOQ được xác định dựa trên giá trị S/N bằng cách tiến hành phân tích lặp lại 6 lần mẫu thử. Kết quả thực nghiệm thu được cho thấy, LOD và LOQ lần lượt là 20 µg/kg và 50 µg/kg. Các giá trị S/N đều trong khoảng từ 3-10 đối với giá trị LOD và cao hơn 10 đối với giá trị LOQ nên cả hai



Hình 3. Khoảng tuyến tính của tetracycline

AOAC 2013 cho phép khoảng tuyến tính và đường chuẩn có hệ số tương quan $R^2 \geq 0,99$ [2, 11]. Trong nghiên cứu này, đường chuẩn được xây dựng dựa trên khoảng tuyến tính với 6 điểm từ 20-400 µg/L. Đường chuẩn có độ tuyến tính cao với hệ số tương quan $R^2 = 0,9997$, độ chệch chuẩn Δt không vượt quá $\pm 15\%$, đạt yêu cầu theo AOAC 2013 như thể hiện ở hình 4.

Bảng 4. Độ chệch, độ đúng, độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp

Nồng độ (µg/L)	%RSD ngày 1	%RSD ngày 2	F	F _{crit}	S _R	R
100	4,63	2,52	0,17	4,96	2,96	3,60
200	1,33	1,68	0,37	4,96	2,44	1,47
300	3,16	2,64	1,02	4,96	2,91	1,14

Theo bảng 4, giá trị $F < F_{crit}$; %RSD, S_R và R không vượt quá $\pm 5\%$, đạt yêu cầu theo AOAC 2013 [2, 11]. Do đó, phương pháp sử dụng trong nghiên cứu này có độ tin cậy cao.

3.2.4. Hiệu suất thu hồi

Kết quả khảo sát cho thấy hiệu suất thu hồi của tetracycline đạt 87,65%, đáp ứng yêu cầu theo AOAC 2013 [2]. Điều này cho thấy, QuEChERS là phương pháp phù hợp có thể thay thế việc sử dụng dung dịch

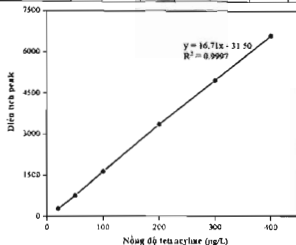
giá trị này đều có độ tin cậy cao và đạt yêu cầu AOAC 2013 [2, 11].

3.2.2. Khoảng tuyến tính và đường chuẩn

Xây dựng đồ thị biểu thị khoảng tuyến tính giữa tỉ lệ diện tích peak sắc kí (S_{Tetracycline}) với nồng độ chất phân tích tương ứng. Kết quả thu được thể hiện trong bảng 3 và hình 3.

Bảng 3. Khoảng tuyến tính và đường chuẩn của tetracycline

C (µg/L)	20	50	100	200	300	400	500
S _{Tetracycline}	291	763	1653	3384	4987	6617	8217



Hình 4. Đường chuẩn của tetracycline

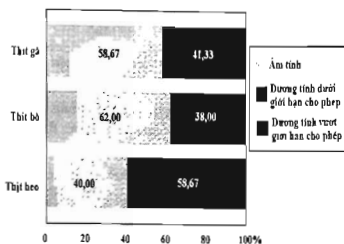
3.2.3. Độ chệch, độ đúng, độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp

Thực hiện phân tích 6 lần lặp lại các mẫu thêm chuẩn có nồng độ 100, 200, 300 µg/L để đánh giá độ chệch (%RSD), độ đúng (F), độ lặp lại ANOVA (S_R) và độ tái lập (R) của phương pháp. Kết quả thu được ở bảng 4.

đệm McIlvaine-EDTA để tách chiết và cột SPE để làm tinh sạch mẫu phân tích.

3.3. Tình hình tồn dư kháng sinh tetracycline trong thịt ở một số chợ trên địa bàn TP. HCM

Kết quả khảo sát tồn dư kháng sinh trên 50 mẫu thịt heo, 50 mẫu thịt bò và 50 mẫu thịt gà được thu mua ở 10 chợ trên địa bàn TP. HCM được thể hiện ở hình 5.



Hình 5. Tình hình tồn dư kháng sinh tetracycline trong thịt trên địa bàn TP. HCM

Theo hình 5, kháng sinh tetracycline trong thịt đều dương tính trên ba loại thịt heo, thịt bò và thịt gà được khảo sát. Tồn dư trong thịt heo chiếm tỉ lệ phát hiện cao nhất với 60%, trong đó có 1,33% mẫu dương tính vượt giới hạn cho phép của Bộ Y tế, 2013 (quy định mức giới hạn tối đa cho phép trong sản phẩm thịt heo, thịt bò và thịt gà là 200 µg/kg) [5]. Trong 1,33% đó, 1 mẫu có sự chênh lệch khá cao so với giới hạn cho phép (trên 1000 µg/kg). Trong thịt bò, có 62% âm tính, 38% dương tính và không có mẫu nào vượt giới hạn cho phép. Trong thịt gà, có 58,67% âm tính, còn lại là mẫu dương tính dưới giới hạn cho phép. Qua đó cho thấy, việc sử dụng tetracycline nói riêng và kháng sinh nói chung cho vật nuôi ở các trang trại, hộ chăn nuôi đã có phần chấp hành quy trình sử dụng thuốc của nhà sản xuất hơn.

So với báo cáo thống kê của Chi cục Thú y TP. HCM trong năm 2015, tỉ lệ vượt giới hạn cho phép của Bộ Y tế đối với tetracycline trong thịt heo có phần giảm đáng kể, giảm từ 23,27% xuống còn 1,33% trong nghiên cứu này. Đây là thay đổi tích cực cho thấy người chăn nuôi có ý thức hơn trong việc dùng kháng sinh so với trước đây [6].

4. KẾT LUẬN

Áp dụng quy trình xử lý mẫu bằng phương pháp QuEChERS giúp nâng cao hiệu quả phân tích tetracycline trong thịt. Dùng sóng siêu âm 20 phút hỗ trợ việc chiết tách chất phân tích và thay thế cột chiết pha rắn SPE bằng 0,4 g PSA và 0,4 g C18 giúp giảm thời gian phân tích mẫu một cách đáng kể, từ 7 giờ xuống còn 4 giờ cho loạt phân tích đồng thời 10 mẫu. Giới hạn phát hiện LOD = 20 µg/kg và giới hạn định lượng LOQ = 50 µg/kg, khoảng tuyến tính

và đường chuẩn cho hệ số tương quan cao $R^2 > 0,99$, các giá trị thẩm định phương pháp đều đạt yêu cầu theo AOAC 2013. Điều này cho thấy, áp dụng QuEChERS và HPLC là phù hợp để phân tích tetracycline trong thịt.

Số liệu khảo sát tồn dư kháng sinh tetracycline trong thịt ở 10 chợ trên địa bàn TP. HCM có chuyển biến tích cực hơn so với năm 2015, mặc dù có phát hiện tồn dư nhưng tỉ lệ vượt giới hạn cho phép của Bộ Y tế thấp.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Alali. W. Q., Scott. H. M., Christian. K. L., Fajt. V. R., Harvey. R. B., Lawhorn. D. B., 2009. Relationship between level of antibiotic use and resistance among *Escherichia coli* isolates from integrated multi-site cohorts of humans and swine, *Prev Vet Med*, 90: 160-167.
- AOAC Official Methods of Analysis, 2013. Appendix K: Guidelines for Dietary Supplements and Botanicals.
- Bộ Khoa học và Công nghệ, 2011. TCVN 8748:2011, Thịt và sản phẩm thịt. Phương pháp xác định dư lượng tetracycline bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao.
- Bộ NN và PTNT, 2009. QCVN 01 - 04: 2009/ BNNPTNT: Kỹ thuật lấy và bảo quản mẫu thịt tươi từ các cơ sở giết mổ và kinh doanh thịt để kiểm tra vi sinh vật, Hà Nội.
- Bộ Y tế, 2013. Thông tư số 24/2013/TT-BYT "Quy định mức giới hạn tối đa dư lượng thuốc thú y trong thực phẩm", Hà Nội.
- Chi cục Thú y TP. HCM, 2015. Báo cáo số 1108/BC-CCTY: Kết quả công tác an toàn thực phẩm nguồn gốc động vật giai đoạn 2011 - 2015 và đề xuất kế hoạch giai đoạn 2016 - 2020, thành phố Hồ Chí Minh.
- Chữ Văn Tuất, Trần Thị Mai Thảo, Vũ Dũng Minh, Phạm Thị Trang, Khúc Thị San, Trần Thị Hà, Nguyễn Trường Linh, Nguyễn Thị Kim Chung, Đỗ Văn Tĩnh và Nguyễn Thị Thu Hằng, 2016. Nghiên cứu tồn dư một số kháng sinh và beta-agonist trong thịt tươi (heo, gà) và nước tiểu heo tạt lại mổ ở một số tỉnh miền Bắc Việt Nam. *Tạp chí Khoa học Kỹ thuật thú y* 5(23): 76-84.
- European Commission, 2010. Commission Regulation No 37/2010 of 22 December 2009 on pharmacologically active substances and their classification regarding maximum residue limits in foodstuffs of animal origin, *Official Journal*, 15.1-72.

9. In-Seek J., Jang-Hyuk A., Byung-Man K., and Seung-Hwan J., 2012. Determination of Pesticide Residues in Milk using a QuEChERS-Based method developed by response surface methodology. *Food Chemistry* 133(2): 473-481.

10. Lê Văn Du và Hồ Thu Kim Hoa, 2017. Tình hình tồn dư chất tạo nạc, kháng sinh và nhiễm *Salmonella* trong thịt heo và gà tiêu thụ tại thành phố Hồ Chí Minh. *Tạp chí Khoa học Kỹ thuật Nông Lâm nghiệp* 5: 46-55.

11. Nguyễn Thị Thu Hằng, Cao Công Khánh và Lê Thị Hồng Hào, 2017. Nghiên cứu xác định hàm lượng một số chất nhóm Silymarin trong thực phẩm chức năng bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC). *Tạp chí Phân tích Hóa, Lý và Sinh học* 22(4): 62 – 69.

12. Trần Cao Sơn, 2010. Thẩm định phương pháp trong phân tích hóa học và vi sinh vật. NXB Khoa học và Kỹ thuật Hà Nội, 25 – 59.

APPLYING A MODIFIED QuEChERS METHOD IN USING HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY FOR DETERMINATION OF TETRACYCLINE RESIDUES IN MEATS SELLING IN SOME MARKETS OF HO CHI MINH CITY

Nguyen Thi Lan Anh¹, Du Thanh Vu¹, Nguyen Tran Xuan Phuong²

¹*Ho Chi Minh City University of Technology (HUTECH)*

²*Hong Bang International University*

Summary

In this study, tetracycline residues in meat were determined by high-performance liquid chromatography (HPLC) with QuEChERS sample processing. The results showed that, if applying this procedure will significantly reduce sample processing time, from 7 hours to 4 hours for a series of simultaneous analysis of 10 samples. LOD of this research was similar LOD of TCVN 8748:2011. The linear range and the calibration curve had the high correlation coefficient with $R^2 = 0.9998$, RSD of 87.65%. Therefore, HPLC is suitable for determination of tetracycline residues meat. Pork, cows and chickens meat samples were collected from 10 local markets in HCM city for determination of tetracycline residues in meat. The results showed that Tetracycline residues are detected in all kinds of meat samples gathered with 60%, 38% and 41.33% for pork, cows and chickens, respectively. We found 1,33% pork meat samples having the tetracycline residues passed the unacceptable threshold of antibiotic-residue levels while the rests are at lower its threshold.

Keywords: *Tetracycline, HPLC, antibiotic residues.*

Người phản biện: GS.TS. Nguyễn Công Khẩn

Ngày nhận bài: 4/10/2019

Ngày thông qua phản biện: 5/11/2019

Ngày duyệt đăng: 12/11/2019

ĐÍNH CHÍNH

Tạp chí Nông nghiệp và Phát triển nông thôn, số 2 (số 353), kỳ 2 tháng 01 năm 2019, trang 139 - 148 có đăng bài báo “Thực trạng và giải pháp phát triển các mô hình sinh kế bền vững tại lưu vực sông Đà” tác giả: Trịnh Hải Vân, Trần Văn Chử, Phạm Minh Toại, Cao Quốc An (Trường Đại học Lâm nghiệp). Trong quá trình soạn thảo do sơ xuất đã viết thiếu lời cảm ơn trong bài báo, nay xin được bổ sung như sau: Tập thể tác giả cảm ơn Chương trình Tây Bắc, Văn phòng Chương trình Tây Bắc đã cấp kinh phí cho đề tài “Nghiên cứu xây dựng các mô hình phát triển bền vững lưu vực sông Đà” Mã số KHCN-TB.22C/13-18. Cảm ơn các cơ quan chức năng và người dân ở các tỉnh thuộc lưu vực sông Đà đã giúp đỡ và hợp tác để thu thập dữ liệu cho bài báo này.

Thành thật xin lỗi quý bạn đọc!

Nhóm tác giả bài báo