

NGHIÊN CỨU ĐỘNG HỌC PHÂN HỦY CỦA THUỐC TRỪ SÂU FIPRONIL TRÊN LÁ HÀNH (*Allium fistulosum*)

Nguyễn Đăng Giáng Châu*, Trần Thị Lan Anh

Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

*Email: titan.envi@gmail.com

Ngày nhận bài: 20/5/2017; ngày hoàn thành phần biên: 27/5/2017; ngày duyệt đăng: 27/10/2017

TÓM TẮT

Fipronil là một thuốc trừ sâu thế hệ mới được sử dụng rộng rãi trong canh tác rau củ quả. Hệ canh tác hành lá quy mô phòng thí nghiệm đã được xây dựng trong 45 ngày với nồng độ fipronil phun lên lá hành là 45 ppm (theo đúng chỉ dẫn trên chai thuốc) để xác định sự phân hủy fipronil trong lá hành. Quy trình phân tích fipronil trong lá hành sử dụng phương pháp chiết pha rắn và định lượng bằng phân tích sắc ký khí ghép nối khối phổ đã được kiểm chứng với độ đúng và độ lặp lại tốt. Tốc độ phân hủy của fipronil trong lá hành đã được xác định. Phương trình động học phân hủy của fipronil tuân theo động học bậc 1 với hệ số tương quan tốt ($R^2 = 0,9562$), trong đó thời gian bán hủy được tính vào khoảng 3,1 ngày. Để đạt được mức dư lượng tối đa cho phép của fipronil trong rau (0,02 mg/kg) thời gian cách ly ước tính lên đến 26 ngày.

Từ khóa: động học phân hủy, GC-MS, fipronil, lá hành.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Hóa chất bảo vệ thực vật (từ đây được viết tắt là HCBVTV) từ lâu đã trở nên không thể thiếu trong sản xuất nông nghiệp. Kể từ sau sự tổng hợp thành công thuốc trừ sâu diclodiphenyltricloetan (DDT) (năm 1948) của nhà khoa học người Thụy Sĩ Paul Hermann Müller [1], HCBVTV tổng hợp được sử dụng rộng rãi để phòng trừ, tiêu diệt các loài sâu bệnh, bảo vệ mùa màng, tăng sản lượng, giảm giá thành sản phẩm. Theo thời gian, số lượng HCBVTV được tổng hợp ngày càng đa dạng, nhiều chủng loại. Việt Nam là một quốc gia có nền kinh tế nông nghiệp, trong đó ngành canh tác rau củ quả rất phát triển. Song song với điều đó, nhiều nghiên cứu đã chỉ ra việc lạm dụng cũng như sử dụng, thải loại không đúng quy cách các HCBVTV trong canh tác [2, 3, 4] dẫn đến nguy cơ cao phơi nhiễm trực tiếp hoặc gián tiếp HCBVTV cho con người.

Sau khi được phun lên đối tượng (rau, củ, quả), HCBVTV một phần sẽ đi vào môi trường, phần còn lại sẽ lưu giữ trên cây và phân hủy theo thời gian. Chính liều dùng và sự phân hủy HCBVTV trên cây sẽ quy định dư lượng HCBVTV trong sản phẩm. Đã có nhiều nghiên cứu về sự phân hủy HCBVTV ở các kiểu khí hậu khác nhau trên thế giới, ví dụ ở Canada [5], ở Tây Ban Nha [6], hoặc ở các loại rau củ quả khác nhau như cải thảo [7], xoài [8], đậu bắp [9], cà chua [10], quả lựu [11]. Nghiên cứu của Chai và cs. [12] ở Malaysia chứng minh được ở các vùng có khí hậu khác nhau thì tốc độ phân hủy của HCBVTV trên cải cay (mustard greens) là khác nhau với cùng một cách thức phun thuốc. Các phương trình động học phân hủy sẽ giúp dự đoán được thời điểm phun thuốc, ước lượng thời gian cách ly hợp lý hoặc tính toán được nồng độ thuốc trừ sâu tại một thời điểm xác định để ngăn ngừa các nguy cơ rủi ro đến sức khỏe người tiêu dùng. Tuy nhiên, cho đến nay số lượng các nghiên cứu về động học phân hủy của các HCBVTV trên rau củ quả rất hạn chế, đặc biệt là ở khu vực nhiệt đới. Ở Việt Nam, chưa thấy có nghiên cứu nào tập trung xác định động học phân hủy của HCBVTV trên đối tượng rau, củ, quả.

Hành lá là một loại gia vị rất phổ biến trong bữa ăn người Việt. Ở Tỉnh Thừa Thiên Huế, hành lá được canh tác với diện tích lớn ở xã Hương An, huyện Hương Trà. Với phương pháp canh tác truyền thống, mỗi vụ hành lá số lượng HCBVTV được dùng khá nhiều, trong đó fipronil là một thuốc trừ sâu phổ rộng thuộc nhóm phenylpyrazole được dùng phổ biến. Độc tính của fipronil được phân loại mức II theo WHO (là mức khá độc – moderately hazardous, [13]). Ở điều kiện thường fipronil tồn tại ở thể rắn không màu, tan ít trong nước, tan tốt trong acetone và một số dung môi hữu cơ khác, bền vững trong nước ở độ pH từ 5 đến 7, thủy phân ở độ pH > 9, bền vững ở nhiệt độ cao [14].

Nghiên cứu này nhằm xác định phương trình động học phân hủy của thuốc trừ sâu fipronil trên lá hành trong điều kiện bán thực địa nhiệt đới.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Thiết bị và hóa chất

– Thiết bị phân tích sắc ký khí GC/MS - 2010 Plus (Shimadzu, Nhật Bản) cột mao quản DB-5 (độ dài cột 60 cm, đường kính trong 0,25 mm, độ dày lớp pha tĩnh 0,25 μm , Agilent, Mỹ); máy xay cầm tay bằng kim loại (Philips, Hà Lan); máy siêu âm (Power Sonic 420, Hàn Quốc); thiết bị cô đuổi dung môi dùng khí N_2 (Eyela MG 2200, Nhật Bản);

– Các hóa chất sử dụng đều thuộc loại tinh khiết dùng cho phân tích sắc ký của các hãng Merck (Đức), Sigma Aldrich (Mỹ), J.T. Baker (Hà Lan), bao gồm: n-hexane, toluene, acetone, Na_2SO_4 khan, than hoạt tính, cột chiết pha rắn fipronil (1 g/6mL), giấy lọc sợi thủy tinh Whatman cỡ 47 mm, cỡ lỗ 1,6 μm . Các chất chuẩn

fipronil và chất đồng hành p,p'-DDT độ tinh khiết >97% được mua của Sigma Aldrich (Mỹ). Các dung dịch chuẩn gốc (1000 µg/mL) được chuẩn bị trong acetone, các dung dịch làm việc được chuẩn bị trong toluene và bảo quản ở -20°C.

2.2. Thiết kế hệ thí nghiệm

Hệ canh tác được tiến hành ở quy mô phòng thí nghiệm tại khoa Hóa học, Đại học Khoa học, Đại học Huế (16° 27' 28,32" N, 107° 35' 29,98" E). Hệ được đặt ngoài trời để chịu tác động bởi các điều kiện khí hậu nhiệt đới như ánh sáng, nhiệt độ, độ ẩm, gió, v.v.

Hệ thí nghiệm được thiết kế bao gồm: 3 thùng xốp (60 cm x 45 cm x 30 cm) với tổng diện tích 0,72 m², có lỗ thoát nước, được đặt sát nhau và được đổ gần đầy đất mùn đã được xới tơi xốp. Lớp đất mặt khoảng 3 cm được trộn với phân bón NPK (khoảng 10 g/thùng). Hành lá giống khỏe với thân xanh, mập mạp và gốc trắng dài từ 4 đến 7 cm, được trồng thành nhiều hàng, mỗi hàng cách nhau khoảng 10 cm, mỗi hốc trồng khoảng 3 tép, trồng với độ sâu vừa phải khoảng 3 cm. Hàng ngày tưới nước đủ ẩm cho cây và làm cỏ kịp thời để không lấy hết chất dinh dưỡng của hành.

Do mỗi vụ hành lá thường kéo dài từ 40 đến 50 ngày, vì vậy hệ thí nghiệm được tiến hành từ ngày 8/02/2017, giữ trong 45 ngày trước khi phun thuốc vào ngày 20/03/2017. Các hình ảnh về hệ canh tác thí nghiệm được mô tả ở Ảnh 1 và Ảnh 2.



Ảnh 1. Hành lá 15 ngày tuổi



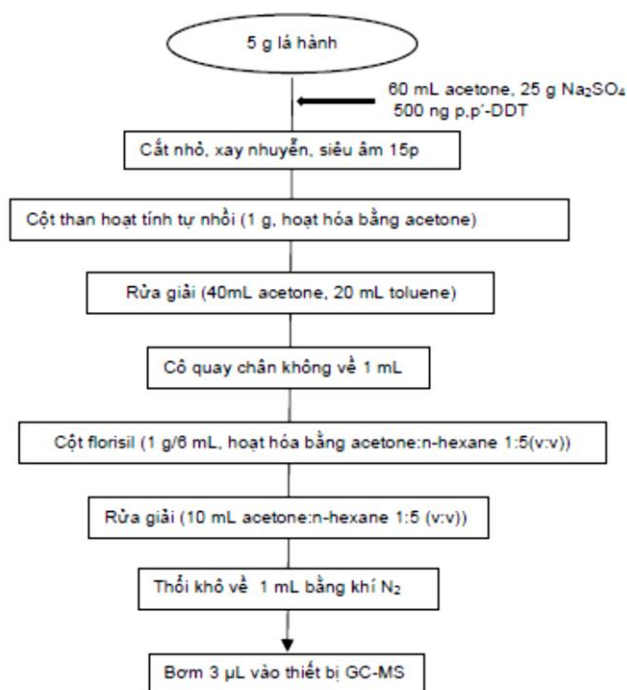
Ảnh 2. Hành lá 45 ngày tuổi, ngay trước khi phun thuốc fipronil

Liều lượng fipronil cần phun lên hệ thí nghiệm được tính toán dựa trên khuyến cáo trên nhãn chai thuốc (Tungent 5SC) cụ thể như sau: liều phun đề nghị 0,5 L/ha tương ứng 0,05 mL/m² với lượng nước cần là 400 L/ha tương ứng 40 mL/m². Sử dụng bình phun dung tích 2 L. Như vậy trong thí nghiệm này, lượng fipronil cần dùng cho lần phun ngày đầu tiên là $= 0,05 \times \frac{2000}{40} \times 0,72 = 1,8$ mL; với hành phần fipronil trong chai là 50 g/L tương ứng 50000 ppm, như vậy nồng độ fipronil phun ban đầu là 45 ppm. Ngay sau khi phun, tiến hành lấy mẫu trong vòng 7 ngày để phân tích: lấy mẫu từ ngày 0 (trước khi phun và ngay sau khi phun), các ngày tiếp theo tần suất 1 mẫu/ngày (lặp lại với n = 3) cho hết 7 ngày.

2.3. Phương pháp phân tích

Áp dụng quy trình phân tích đã được phát triển của Châu và cs [15] để phân tích fipronil trong lá hành (Hình 1).

Các điều kiện phân tích trên GC-MS cụ thể như sau: nhiệt độ buồng bơm mẫu 250°C; chế độ bơm chia dòng tỉ lệ 22,5:1; áp suất đầu cột 99,8 kPa; thể tích bơm mẫu 3 µL/phút; nhiệt độ nguồn ion hóa 230°C; các mảnh phổ đặc trưng của fipronil là p,p'-DDT là 367 - 369 - 213 ở thời gian lưu 27,595 phút, và của p,p'-DDT là 235 - 237 - 165 ở thời gian lưu 30,965 phút. Chương trình nhiệt độ lò cột: nhiệt độ đầu 80°C giữ trong 2 phút, tăng lên 150°C với tốc độ 10°C/phút và giữ trong 5 phút, tiếp tục tăng lên 230°C với tốc độ 5°C/phút, lên 250°C với tốc độ 2°C/phút, và cuối cùng tăng 20°C/phút lên 280°C và giữ trong 10 phút. Tổng thời gian phân tích là 51,5 phút.



Độ tin cậy của phương pháp được đánh giá dựa vào các giá trị giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ), khoảng tuyến tính và đường chuẩn. Quy trình phân tích được kiểm soát dựa vào độ lặp lại và độ đúng. Ngoài ra, chất đồng hành p,p'-DDT được thêm vào ngay từ đầu quy trình phân tích nhằm kiểm soát hiệu quả của quy trình. Mẫu có độ thu hồi p,p'-DDT nằm ngoài khoảng 75% - 125% sẽ không được sử dụng cho các tính toán tiếp theo.

Hình 1. Quy trình phân tích fipronil trong lá hành [15]

2.4. Xây dựng phương trình động học phân hủy fipronil trong lá hành

Phương trình động học phân hủy dự đoán sẽ tuân theo động học bậc một và có dạng

$$C_t = C_0 \cdot e^{-kt} \quad [7, 11, 12]$$

Trong đó: C_t : nồng độ tại thời điểm t (mg/kg)

C_0 : nồng độ ban đầu (mg/kg)

k : hằng số tốc độ phân hủy

t : thời gian tính từ thời điểm ban đầu đến thời điểm cần xác định (ngày)

Từ đó, thời gian bán hủy (DT_{50} : thời gian cần thiết để giảm nồng độ về một nửa so với nồng độ ban đầu) được tính: $DT_{50} = \frac{\ln 2}{k}$

2.5. Phương pháp xử lý số liệu thí nghiệm

Kết quả phân tích sắc ký được xử lý bằng phần mềm GCMSsolution - Shimadzu; số liệu thực nghiệm được xử lý theo phương pháp thống kê, sử dụng phần mềm Excel 2010. Phần mềm SigmaPlot 11.0 được dùng để xây dựng phương trình động học phân hủy fipronil trong lá hành.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Kiểm soát quy trình phân tích

3.1.1. Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) của thiết bị

Các dung dịch chuẩn fipronil và p,p'-DDT với nồng độ 5 ppb được bơm 7 lần lặp lại để xác định giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của thiết bị. Kết quả cho thấy LOD của fipronil là 1,4 ppb và của DDT là 0,7 ppb; LOQ tương ứng đối với fipronil là 4,7 ppb và DDT là 2,5 ppb.

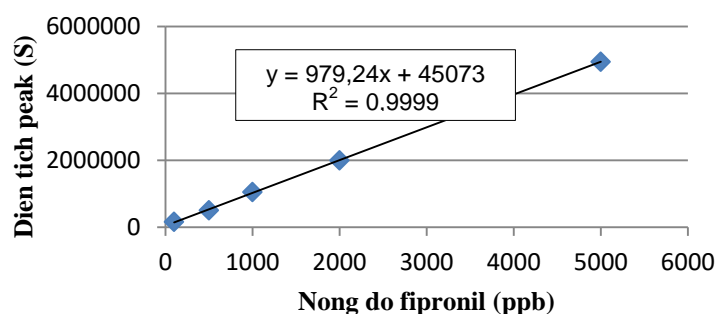
Bảng 1. LOD và LOQ của fipronil trên thiết bị GC-MS

Chất	Nồng độ đầu (ppb)	Nồng độ xác định được (ppb)							TB (ppb)	LOD (ppb)	LOQ (ppb)
		1	2	3	4	5	6	7			
Fipronil	5,0	5,1	5,4	6,0	5,2	5,6	5,7	4,6	5,37	1,4	4,7
p,p'-DDT	5,0	4,7	4,9	5,2	5,4	5,1	4,9	4,9	5,00	0,7	2,5

3.1.2. Xây dựng đường chuẩn

Đường chuẩn cho phương pháp phân tích các HCBVTV trên hành lá được xây dựng trên nền mẫu hành lá sạch (tự trồng ở nhà). Mẫu hành lá sạch được chiết, làm sạch theo quy trình phân tích ở Hình 1. Dịch chiết này được dùng để chuẩn bị các dung dịch chuẩn ở 05 nồng độ khác nhau (bao gồm 100 ppb, 500 ppb, 1000 ppb, 2000 ppb, và 5000 ppb) nhằm đảm bảo nền mẫu của các mẫu chuẩn tương đồng với nền mẫu của mẫu thật.

Kết quả đường chuẩn thu được có phương trình $y = 979,24x + 45073$ với hệ số tương quan rất tốt ($R^2 = 0,9999$), trong đó, giá trị x là nồng độ fipronil tính bằng ppb, giá trị y là diện tích peak của fipronil (Hình 2).



Hình 2. Đồ thị đường chuẩn của fipronil

3.1.3. Độ lặp lại và độ đúng của phương pháp

Khảo sát này đã sử dụng cùng một mẫu hành sạch trồng tại nhà (ký hiệu là RE) và phân tích lặp lại 3 lần theo quy trình Hình 1 với lượng fipronil và chất đồng hành p,p'-DDT thêm chuẩn là 500 ng, tương ứng 100 ng/g (khối lượng hành lá lấy phân tích khoảng 5 g, xem Bảng 2).

Độ lặp lại của phương pháp phân tích được đánh giá qua độ lệch chuẩn tương đối (RSD) trong đó nếu $RSD\% < 21\%$ đối với mức nồng độ từ 10 đến 100 ng/g là đạt yêu cầu theo quy định của AOAC (Association of Official Analytical Chemists) [16]. Độ đúng được đánh giá qua độ thu hồi, được xác định theo công thức:

$$\text{Độ thu hồi (\%)} = \frac{\text{lượng chất phân tích xác định được}}{\text{lượng chất chuẩn thêm vào}} \times 100$$

Bảng 2. Độ lặp lại và độ thu hồi của quy trình phân tích fipronil trong lá hành

Mẫu	RE1	RE2	RE3
Khối lượng mẫu (g)	5,254	5,434	5,002
Nồng độ fipronil và p,p'-DDT thêm vào (ng/g)	100	100	100
Nồng độ Fipronil tìm thấy (ng/g)	115,2	115,1	106,0
Fipronil			
Độ thu hồi fipronil (%)	115,2	115,1	106,0
RSD _{fipronil} (%) (n = 3)		4,7	
Nồng độ p,p'-DDT tìm thấy (ng/g)	89,3	98,1	87,0
p,p'-DDT			
Độ thu hồi p,p'-DDT (%)	89,3	98,1	87,0
RSD _{p,p'-DDT} (%) (n = 3)		6,4	

Kết quả ở Bảng 2 cho thấy phương pháp phân tích có độ lặp lại tốt ($RSD\% < 21\%$ đối với cả fipronil và chất đồng hành DDT). Đồng thời độ thu hồi tương đối tốt (dao động từ 106% đến 115% đối với fipronil, và 87% đến 98% đối với p,p'-DDT).

3.2. Phương trình động học phân hủy của fipronil

Hành lá canh tác trong hệ thí nghiệm được lấy mẫu và phân tích liên tục trong vòng 7 ngày ngay sau khi phun thuốc. Kết quả được biểu diễn ở Bảng 3.

Bảng 3. Sự phân hủy của fipronil trên lá hành

Ngày sau khi phun	Nồng độ fipronil tìm thấy (mg/kg) \pm SD (n = 3)	Mức độ phân hủy fipronil (%) (n = 3)	Độ thu hồi p,p'-DDT (%) (n = 3)
0	8,3 \pm 2,8	-	78,1
1	6,4 \pm 1,4	23,4	78,4
2	4,3 \pm 0,1	48,3	75,2
3	3,6 \pm 0,6	56,3	80,6
4	2,9 \pm 1,1	65,3	89,9
5	2,8 \pm 1,1	66,3	81,0
6	2,6 \pm 1,3	69,2	103,5

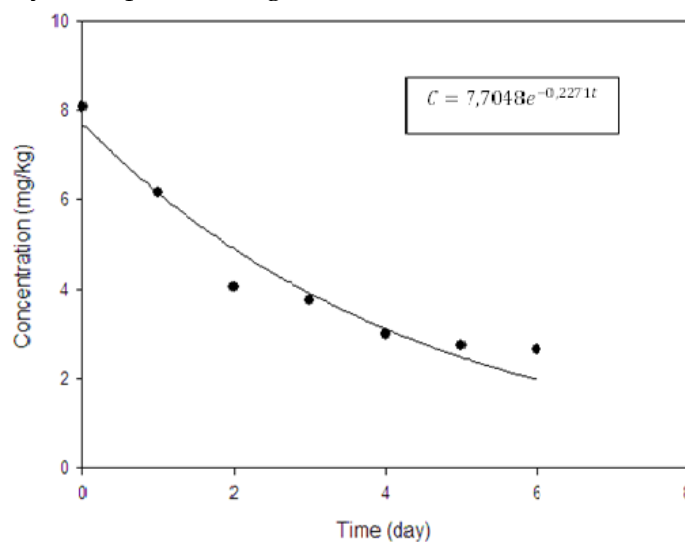
Chất đồng hành p,p'-DDT được thu hồi tốt trong tất cả các mẫu phân tích với độ thu hồi trung bình dao động từ 75,2% đến 103,5%.

Kết quả ở Bảng 3 cho thấy dư lượng fipronil trong lá hành ban đầu từ 8,3 mg/kg đã giảm xuống 2,6 mg/kg sau 7 ngày với mức độ phân hủy đạt 69,2%, được tính theo công thức:

$$\text{Mức độ phân hủy} = \frac{C_t - C_0}{C_0} \cdot 100\%$$

Trong đó: C_0 : nồng độ fipronil ban đầu ở thời điểm $t = 0$
 C_t : nồng độ fipronil ở thời điểm t

Sự phân hủy của fipronil trong lá hành được mô tả ở Hình 3.

**Hình 3.** Đồ thị biểu diễn sự phân hủy của fipronil trên lá hành

Động học phân hủy của fipronil tuân theo phương trình động học phân hủy bậc 1, được mô tả bằng phương trình sau: $C = 7,7048e^{-0,2271t}$ (*)

Phương trình có hệ số tương quan rất tốt $R^2 = 0,9562$ ($p = 0,0001$) chứng tỏ phương trình mô tả phù hợp sự phân hủy của fipronil theo thời gian trong lá hành.

Thời gian bán hủy của fipronil trong lá hành được tính tương ứng là: $DT_{50} = 3,1$ ngày.

So sánh với các nghiên cứu trước đây, Pei và cs [7] đã xác định được thời gian bán hủy của fipronil trong cải cay là 2,6 ngày và đề cập đến nguyên nhân chính của sự phân hủy là do quá trình oxy hóa và thủy phân fipronil. Trong khi đó, nghiên cứu của Kadam và cs [11] khảo sát sự phân hủy của fipronil trên quả lựu ở hai liều lượng phun thuốc khác nhau - mức khuyến cáo dùng và mức cao - đã báo cáo thời gian bán hủy của fipronil trong vỏ tương ứng là 3 và 5 ngày, và trong hạt lựu là 7 và 10 ngày.

Theo FAO, dư lượng tối đa cho phép của fipronil (MRL) trong các loại rau ăn lá là 0,02 mg/kg [17]. Vậy, nếu người dân phun thuốc theo đúng liều lượng ở nhãn chai (xem mục 2.2) thì để đạt được dư lượng tối đa cho phép cần thời gian cách ly lên đến 26 ngày. Thông thường, thời gian cách ly trung bình của các thuốc sau khi phun HCBVTV là 7 ngày, tại thời điểm đó dư lượng của fipronil tính theo phương trình (*) là 1,44 mg/kg, cao hơn gấp 7 lần so với dư lượng tối đa cho phép của FAO [17]. Lý do thuốc được phun với nồng độ cao như vậy được giải thích một phần là để tránh rửa trôi do mưa. Đồng thời fipronil thuộc loại thuốc trừ sâu, thường được phun vào lúc xuất hiện sâu hại – là giai đoạn hành lá khoảng 25 đến 30 ngày tuổi, vì vậy tính đến thời điểm thu hoạch cũng mất một khoảng thời gian khá xa.

4. KẾT LUẬN

Việc xác định sự phân hủy của HCBVTV trong rau củ quả làm tiền đề để đánh giá độc học và nguy cơ rủi ro sức khỏe cho người tiêu thụ thực phẩm, đồng thời giúp các nhà sản xuất có những khuyến cáo hợp lý về cách thức sử dụng thuốc. Hệ canh tác hành lá ở quy mô phòng thí nghiệm đã giúp xác định được sự phân hủy của thuốc trừ sâu fipronil trong hành lá dưới điều kiện khí hậu nhiệt đới. Thời gian bán hủy của fipronil được xác định là 3,1 ngày với nồng độ thuốc phun ban đầu là 45 ppm. Là một thuốc trừ sâu thuộc độc tính nhóm II (khá độc) và mức dư lượng cho phép trong rau ăn lá nói chung thấp (0,02 mg/kg), để đảm bảo an toàn đối với người tiêu thụ hành lá cần khuyến cáo nông dân giảm liều lượng phun ban đầu của fipronil hoặc tăng thời gian cách ly sau khi phun thuốc.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Nobelprize.org. Nobel Media AB 2014.
http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/medicine/laureates/1948/press.html
- [2]. Berg H., Tam N.T. (2012). Use of pesticides and attitude to pest management strategies among rice and rice-fish farmers in the Mekong Delta, Vietnam, *International Journal of Pest Management*, Vol. 58(2), pp 153–164.

- [3]. Chi T.T.N., Hossain M., Palis F. (2004). Impact of integrated pest management-farmer field school (IPM-FFS) on farmers' insect pest management belief, attitude and practices (KAP) in Vietnam, *Omonrice*, Vol. 12, pp. 109 – 119.
- [4]. Chau N. D. G., Sebesvari Z., Amelung W., and Renaud F. G. (2015). Pesticide pollution of multiple drinking water sources in the Mekong Delta, Vietnam: evidence from two provinces, *Environmental Science and Pollution Research*, Vol. 22, pp. 9042 - 9058.
- [5]. Ripley B. D., Ritcey G. M., Harris C. R., Denomme M. A., Brown P. D. (2001). Pyrethroid insecticides on vegetable crops, *Pest Management Science*, Vol. 57, pp. 683–687.
- [6]. Chavarri M. J., Herrera A. and Arino A. (2004). Pesticide residues in field-sprayed and processed fruits and vegetables, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, Vol. 84, pp. 1253–1259.
- [7]. Pei Z., Yitong L., Baofeng L., Gan J. J. (2004). Dynamics of fipronil residue in vegetable-field ecosystem, *Chemosphere*, Vol. 57, pp. 1691–1696.
- [8]. Bhattacharjee A. K. and Dikshit A. (2016). Dissipation kinetics and risk assessment of thiamethoxam and dimethoate in mango, *Environmental Monitoring and Assessment*, 188:165 DOI 10.1007/s10661-016-5160-3.
- [9]. Nath P., Kumari B., Yadav P., RandKathpal T. S. (2005). Persistence and dissipation of ready mix formulations of insecticides on okra fruits, *Environmental Monitoring and Assessment*, Vol. 107, pp. 173–179 .
- [10]. Preito A., Molero D., Gonzalez G., Buscema I., Ettiene G., Medina D. (2002). Persistence of methamidophos, diazinon, and malathion in tomato, *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology Journal*, Vol. 69, pp. 479–485.
- [11]. Kadam D. R., Deore B. V., Umate S. M. (2014). Residues and dissipation of fipronil and metabolites in pomegranate fruits, *International journal of plant protection*, Vol. 7(2), pp. 456-461.
- [12]. Chai L., Mohd-Tahir N., Hansen H. C. B. (2009). Dissipation of acephate, chlorpyrifos, cypermethrin and their metabolites in a humid-tropical vegetable production system, *Pest Management Science*, Vol. 65, pp. 189–196.
- [13]. WHO (World Health Organization) (2010). The WHO recommended classification of pesticides by hazard and guidelines to classification 2009, *Geneva: International Program on Chemical Safety (IPCS) & World Health Organization (WHO)*. Website: http://www.who.int/ipcs/publications/pesticides_hazard_2009.pdf.
- [14]. IUPAC (International of pure and applied chemistry) (2009). Website: <http://sitem.herts.ac.uk/aeru/iupac/index.htm>
- [15]. Chau N.D.G., Quang H.M., Long H.T.. (2017). Study on gas chromatographic quantification of currently used pesticides in onion leaves, *Analytica Conference proceeding 2017, Hà Nội*, pp. 221 – 230.
- [16]. Association of Official Analytical Chemists (AOAC) International (1993). Manual on policies and procedures. *Peer Verified methods Program*. Arlington, VA.
- [17]. Codex alimentarius (2016). Pesticide Residues in Food and Feed. Website: <http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/standards/pestres/pesticides/en/>

DISSIPATION STUDY OF THE INSECTICIDE FIPRONIL IN ONION LEAVES (*Allium fistulosum*)

Nguyen Dang Giang Chau, Tran Thi Lan Anh

Faculty of Chemistry, University of Sciences, Hue University

*Email: titan.envi@gmail.com

ABSTRACT

The new generation insecticide fipronil has been used frequently in vegetable cultivation. A laboratory-scale dissipation study was conducted for 45 days, in which the initial spraying concentration of fipronil on onion leaves was 45 ppm (following the instruction on the container label) to identify the degradation of fipronil in onion leaves. The analytical method to quantify fipronil residues in onion leaves was validated with good repeat and correctness. The dissipation rate of fipronil in onion leaves was defined. The decay equation fit well the first order kinetics with good correlation coefficient ($R^2 = 0,9562$), in which the calculated half-life was around the day 3.1. To meet the permitted maximum residue level of fipronil in vegetables (0,02 mg/kg), the estimated quarantine time was up to 26 days.

Keywords: dissipation study, GC-MS, fipronil, onion leaves.



Nguyễn Đăng Giáng Châu sinh ngày 20/09/1985 tại Huế. Bà tốt nghiệp cử nhân chuyên ngành Hóa Phân tích vào năm 2007 tại Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế. Năm 2015, bà nhận học vị tiến sĩ chuyên ngành Khoa học Nông nghiệp tại Trường Đại học Bonn, CHLB Đức. Bà hiện là giảng viên khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Phát triển phương pháp phân tích sắc ký để phân tích các hợp chất hữu cơ; Phân tích và đánh giá dư lượng hóa chất bảo vệ thực vật, thuốc kháng sinh trong các đối tượng môi trường khác nhau; Quan trắc và đánh giá chất lượng nước; Đánh giá rủi ro môi trường và rủi ro sức khỏe con người.



Trần Thị Lan Anh sinh năm 1995 tại tỉnh Gia Lai. Bà tốt nghiệp cử nhân chuyên ngành Hóa phân tích vào năm 2017 tại Trường Đại học khoa học, Đại học Huế.

Lĩnh vực nghiên cứu: Phân tích môi trường; Phân tích sắc ký.