

ABSTRACT

A simple and rapid method has been developed for the determination of organophosphorus (OP), organochlorine (OC), and pyrethriod (PY) pesticides in vegetables using solid-phase extraction (SPE) cleanup. The results obtained were compared with the established routine method without cleanup for OP pesticides and silica gel cleanup for OC and PY pesticides. Residues were extracted with acetone and methylene chloride. Extracts were cleanup up by SPE mixed-mode column using quaternary amine and aminopropyl (SAX/NH₂) or octadecyl (C₁₈) sorbents. The pesticides were determined by gas chromatography with flame photometric detector for OP pesticides and micro-electron capture detector (u-ECD) for OC and PY pesticides. The results from the SAX/NH₂ study showed that the recoveries obtained for the eleven OP pesticides tested except for the polar one such as methamidophos and dimethoate (depending on the matrix) were within the acceptable range of 70 % to 120 %. This method offers a cleaner extract than the routine method which do not requires cleanup. The extract obtained can be injected directly into the ECD for the OC and PY determination. Recoveries obtained for the six OC pesticides using the same method were comparable with the silica gel method. For the five PY pesticides tested, the recoveries obtained were also corresponding to the silica gel method. For the C₁₈ cleanup method, the recoveries obtained for eleven OP pesticides tested except methamidophos were within the acceptable range. However, the recoveries obtained for the nine OC pesticides using the C₁₈ method were lower than those obtained from silica gel method. For the five PY pesticides tested, the recoveries obtained using this method were comparable to the silica gel method. In spite of the limited range of this study, it can be predicted that the SPE C₁₈ and SAX/NH₂ cleanup

methods can be extrapolated to a wider range of other OP, OC and PY pesticides. These methods can also be used for other fruits and vegetables. The benefits of the SPE method compared to the routine method were the use of organic solvents is reduced, possibility of concentration of the samples, less sorbent used, no cross-contamination, shorter analysis time and the technique is easy to automate.

Metode ini dibandingkan dengan kaedah yang biasa digunakan di dalam makmal tanpa pemBERSIHAN iaitu untuk racun perosak OP dan dengan kaedah pemBERSIHAN menggunakan gel silika untuk racun perosak OC and PY. Sebagai racun perosak OP, ekstrak dengan meton dan trichlorena klorida. Ekstrak yang diperolehi dihasilkan dengan menggunakan SPE mod bercampur iaitu amina quaterner dan aminopropil (NH₂) atau oktildiol. Racun-racun perosak ditentukan dengan menggunakan kromatografi gas yang dilengkapi dengan pengesanan fotometrik nyala (untuk OP) dan pengesanan tangkapan electron mikro (untuk OC dan PY). Keupayaan yang diperolehi dengan kaedah SAX/NH₂ menunjukkan bahawa perolehan semula untuk 11 racun perosak OP kecuali metamidofos dan dimetquat (bergantung pada jenis matriks) adalah di atas 70% yang dapat diterima iaitu di antara 70% dan 120%. Ekstrak yang dihasilkan dengan kaedah ini adalah lebih bersih berbanding dengan kaedah yang biasa digunakan di dalam makmal ini tanpa pemBERSIHAN. Di samping itu, ekstrak ini boleh dimasukkan ke dalam ECD untuk penentuan racun perosak OC dan PY. Keupayaan perolehan semula untuk racun perosak OC menggunakan kaedah ini adalah sama dengan kaedah gel silika. Untuk racun perosak PY, perolehan semula yang diperolehi juga adalah sama dengan kaedah gel silika. Untuk kaedah C₁₈, perolehan semula untuk racun perosak OP adalah di paras yang dapat diterima kecuali metamidofos. Walaupun demikian, perolehan semula untuk racun perosak OC adalah lebih rendah dan kaedah ini tidak sesuai untuk racun perosak PY, penentuan semula

ABSTRAK

Satu kaedah yang ringkas and cepat telah dihasilkan untuk menentukan racun perosak jenis organofosfat (OP), organoklorin (OC) and piretroid (PY) di dalam sayur-sayuran dengan menggunakan ekstraksi fasa pepejal (SPE). Keputusan yang diperolehi dari kaedah ini dibandingkan dengan kaedah yang biasa digunakan di dalam makmal tanpa pembersihan iaitu untuk racun perosak OP dan dengan kaedah pembersihan menggunakan gel silika untuk racun perosak OC and PY. Sisabaki racun perosak diekstrak dengan aseton dan metilena klorida. Ekstrak yang diperolehi dibersihkan dengan menggunakan SPE mod bercampur iaitu amina quaterner dan aminopropil (SAX/NH₂) atau oktadisil. Racun-racun perosak ditentukan dengan menggunakan kromatografi gas yang dilengkapi dengan pengesan fotometrik nyala (untuk OP) dan pengesan tangkapan electron mikro (untuk OC dan PY). Keputusan yang diperolehi dari kaedah SAX/NH₂ menunjukkan bahawa perolehan semula untuk 11 racun perosak OP kecuali metamidofos dan dimetoat (bergantung pada jenis matriks) adalah di paras yang dapat diterima iaitu di antara 70 % dan 120 %. Ekstrak yang dihasilkan melalui kaedah ini adalah lebih bersih berbanding dengan kaedah yang biasa digunakan di dalam makmal iaitu tanpa pembersihan. Di samping itu, ekstrak ini boleh dimasukkan ke dalam ECD untuk penentuan racun perosak OC dan PY. Keputusan perolehan semula untuk racun perosak OC menggunakan kaedah ini adalah sama dengan kaedah gel silika. Untuk racun perosak PY, perolehan semula yang didapati juga adalah sama dengan kaedah gel silika. Untuk kaedah C₁₈, perolehan semula untuk racun perosak OP adalah di paras yang dapat diterima kecuali methamidofos. Walaupun demikian, perolehan semula untuk racun perosak OC adalah lebih rendah dari kaedah gel silika. Untuk racun perosak PY, perolehan semula

yang diperolehi adalah sama dengan kaedah gel silica. Walau kajian ini adalah terhad kepada beberapa racun perosak and sayur-sayuran, adalah dijangkakan kaedah pembersihan menggunakan SPE SAX/NH₂ and C₁₈ boleh digunakan untuk racun perosak OP, OC dan PY yang lain memandangkan sifat-sifat kimianya yang sama. Kaedah ini juga boleh digunakan untuk sayur-sayuran dan buah-buahan yang lain. Faedah-faedah kaedah SPE berbanding dengan kaedah yang biasa digunakan termasuklah penggunaan pelarut yang berkurangan, pemekatan sampel, penggunaan bahan kimia berkurangan, tidak ada pencemaran, masa analisis yang lebih pendek dan kebolehan untuk diautomasikan.