

**Thesis Title** Determination and Desorption of Cypermethrin and Fenvalerate Insecticide Residues from Cabbage

**Author** Miss Rungrudee Srisomang

**Degree** Master of Science (Chemistry)

**Thesis Advisor** Asst. Prof. Dr. Orn-anong Arquero

### ABSTRACT

A study was undertaken to develop a method for analysis of cypermethrin and fenvalerate insecticides by GC-ECD, in order to determine the level of these insecticide residues in cabbages using solvent extraction.

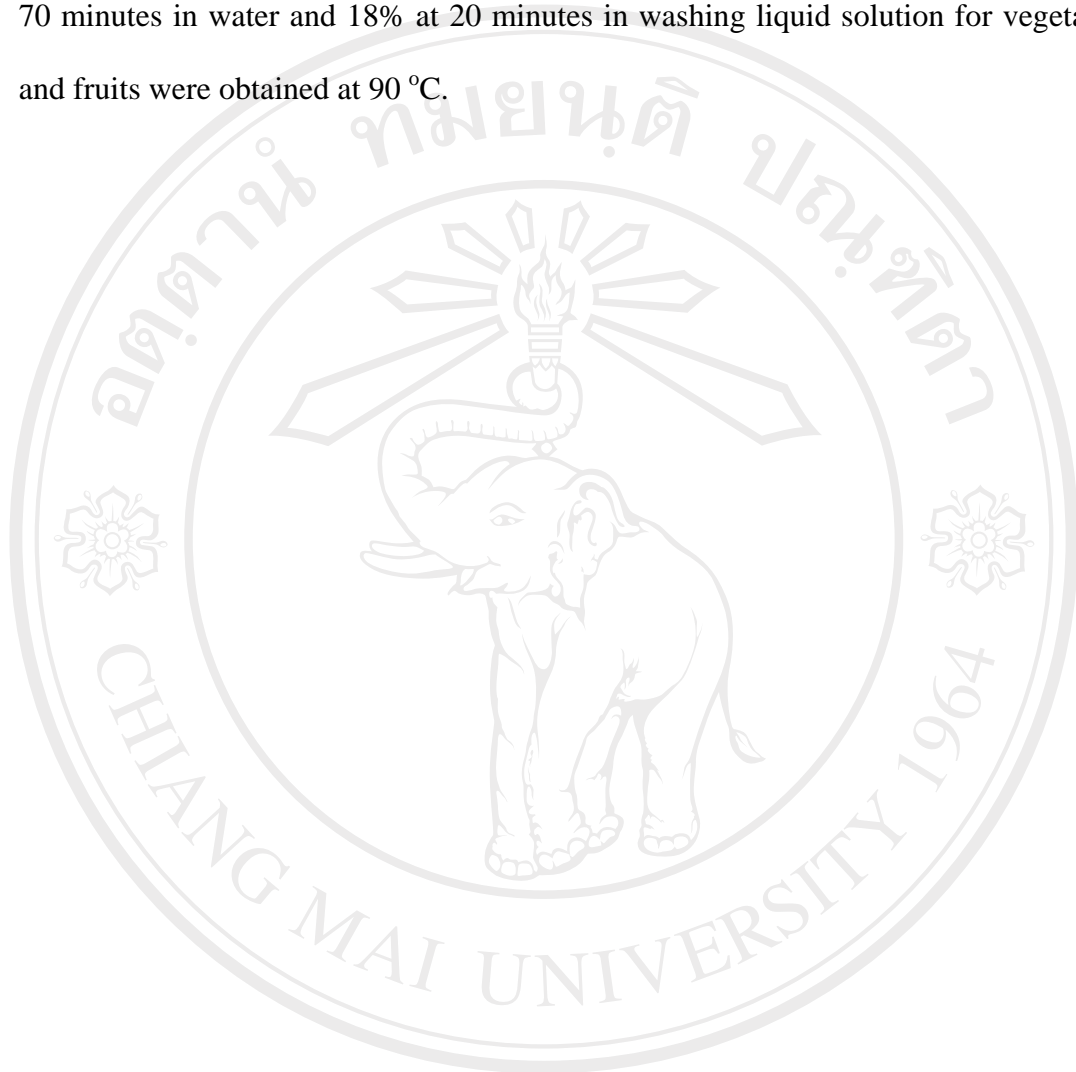
In extraction step, a method from Department of Agriculture, Ministry of Agriculture and Cooperatives, Thailand, has been modified using a solvent mixture of acetone, *n*-hexane and ethyl acetate as a solvent for extraction in place of acetone and dichloromethane mixture to reduce expenses and toxicity, and to improve extraction efficiency. The most appropriate ratio of these solvents was 1:1:1 by volume, yielding more amount of the pyrethroid extracted than the other ratios. The percentage recoveries of cypermethrin and fenvalerate insecticides obtained were in the range of 93-103% and 83-91% at 0.5 and 3.0 mg/L fortification levels with the standard deviations in the range of 0.05-0.19 and 0.05-0.36. The detection limits calculated

from the calibration curve by means of the blank signal were 0.064 mg/L for cypermethrin and 0.061 mg/L for fenvalerate. The linearity obtained over the concentration range of cypermethrin and fenvalerae were in the range of 0.3-3.0 mg/L, yielding correlation coefficients of 0.9929 and 0.9982, respectively.

Both cypermethrin and fenvalerate insecticides were found in cabbage samples. The detected amounts were in the range of 0.086 to 0.221 mg/kg for cypermethrin, and 0.093 to 0.201 mg/kg for fenvalerate. The mean values of these insecticides in cabbage samples were below the maximum residue limits (MRLs) established by the Ministry of Agriculture and Cooperatives, Thailand.

For desorption study, cypermethrin and fenvalerate insecticides at concentration of 350 and 100 mg/L were sprayed onto the cabbage sample. The rate of desorption of cypermethrin from the cabbage sample increased with increasing temperature, while, on the other hand, the rate of desorption of fenvalerate decreased at high temperature. The rate of desorption of cypermethrin and fenvalerate were respectively as follows:  $3.0 \times 10^{-4}$  and  $2.0 \times 10^{-4}$  mg kg<sup>-1</sup>.h<sup>-1/2</sup> in water, and  $4.0 \times 10^{-4}$  and  $3.0 \times 10^{-4}$  mg kg<sup>-1</sup>.h<sup>-1/2</sup> in washing liquid solution for vegetables and fruits at 28 °C, and  $8.0 \times 10^{-4}$  and  $6.0 \times 10^{-4}$  mg kg<sup>-1</sup>.h<sup>-1/2</sup> in water, and  $1.2 \times 10^{-3}$  and  $3.0 \times 10^{-5}$  mg kg<sup>-1</sup>.h<sup>-1/2</sup> in washing liquid solution for vegetables and fruits at 90 °C. At 28 °C, the maximum amounts of cypermethrin desorbed were around 11% at 30 minutes in water and 12% at 20 minutes in washing liquid solution for vegetables and fruits, and around 13% in water and 22% in washing liquid solution for vegetables and fruits both measured at 10 minutes at 90 °C. For desorption of fenvalerate, the maximum amounts of this insecticide desorbed at 28 °C were around 24% in water and 20% in washing liquid

solution for vegetables and fruits both measured at 40 minutes, whereas around 21% at 70 minutes in water and 18% at 20 minutes in washing liquid solution for vegetables and fruits were obtained at 90 °C.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved

**ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์** การหาปริมาณและการคายสารกำจัดแมลงไซเพอร์เมทรินและเฟนวาเลอเรตตกค้างจากกะหล่ำปลี

**ผู้เขียน** นางสาวรุ่งฤดี ศรีสำอางค์

**ปริญญา** วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)

**อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์** ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อรอนงค์ อารีศิริโร

### บทคัดย่อ

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์ เพื่อพัฒนาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณสารตกค้างไซเพอร์เมทรินและเฟนวาเลอเรต โดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ตรวจวัดสัญญาณแบบจับอิเล็กตรอน (GC-ECD) เพื่อหาระดับสารตกค้างในกะหล่ำปลี เตรียมตัวอย่างด้วยวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลาย

วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายใช้วิธีที่ได้จากกรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์

ซึ่งตัวทำละลายที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดคือ แอซีโตน และไดคลอโรมีเทน และการศึกษานี้ได้พัฒนาเป็นตัวทำละลายผสมของแอซีโตน นอร์มอลเฮกเซนและเอทิลแอซีเตต เพื่อลดราคา ลดความเป็นพิษ

และปรับปรุงประสิทธิภาพการสกัดให้ดีขึ้น จากการศึกษาพบว่าอัตราส่วนที่เหมาะสมของตัวทำละลายผสมดังกล่าวคือ 1:1:1 โดยปริมาตร ได้เปอร์เซ็นต์การกลับคืนของสารกำจัดแมลงไซเพอร์เมทรินและเฟนวาเลอเรตที่ระดับความเข้มข้น 0.5 และ 3.0 มิลลิกรัม/ลิตร อยู่ในช่วง 93-103% และ 83-91% มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานอยู่ในช่วง 0.05-0.19 และ 0.05-0.36 ตามลำดับ ปริมาณต่ำสุด

ที่วัดได้เท่ากับ 0.064 และ 0.061 มิลลิกรัม/ลิตร ตามลำดับ ค่าความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์

ไซเพอร์เมทรินและเฟนวาเลอเรตในช่วงความเข้มข้น 0.3 และ 3.0 มิลลิกรัม/ลิตร พบว่ามีค่าสัมประสิทธิ์ความเบี่ยงเบนเท่ากับ 0.9929 และ 0.9982 ตามลำดับ

ผลการตรวจวัดสารสกัดในตัวอย่างกะหล่ำปลี พบว่ามีสารตกค้างไซเพอร์เมทรินและเฟนวาเลอเรต ปริมาณที่ตรวจวัดได้อยู่ในช่วง 0.086-0.221 มิลลิกรัม/กิโลกรัม และ 0.093-0.201 มิลลิกรัม/กิโลกรัม ตามลำดับ ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการตรวจวัดมีค่าต่ำกว่าปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด (MRLs) ซึ่งกำหนดโดยกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ไทย

สำหรับการศึกษาคายสารกำจัดแมลง ทำโดยการพ่นยาฆ่าแมลงไซเพอร์เมทรินและเฟนวาเลอเรตที่ความเข้มข้น 350 และ 100 มิลลิกรัม/ลิตร ไปบนกะหล่ำปลี พบว่าอัตราการคายสารกำจัดแมลงไซเพอร์เมทรินจากตัวอย่างกะหล่ำปลีมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น ในขณะที่อัตราการคายสารกำจัดแมลงเฟนวาเลอเรตมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 28 องศาเซลเซียส อัตราการคายสารไซเพอร์เมทรินและเฟนวาเลอเรตในน้ำมีค่าเป็น  $3.0 \times 10^{-4}$  และ  $2.0 \times 10^{-4}$  มิลลิกรัม/กิโลกรัม. ชั่วโมง<sup>-1/2</sup> ตามลำดับ และในสารละลายน้ำยาล้างผักและผลไม้มีค่าเป็น  $4.0 \times 10^{-4}$  และ  $3.0 \times 10^{-4}$  มิลลิกรัม/กิโลกรัม. ชั่วโมง<sup>-1/2</sup> ตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส พบว่าอัตราการคายสารกำจัดแมลงในน้ำมีค่าเป็น  $8.0 \times 10^{-4}$  และ  $6.0 \times 10^{-4}$  มิลลิกรัม/กิโลกรัม. ชั่วโมง<sup>-1/2</sup> ตามลำดับ และในสารละลายน้ำยาล้างผักและผลไม้มีค่าเป็น  $1.2 \times 10^{-3}$  และ  $3.0 \times 10^{-5}$  มิลลิกรัม/กิโลกรัม.

ชั่วโมง<sup>-1/2</sup> ที่อุณหภูมิ 28 องศาเซลเซียส เมื่อเวลาผ่านไป 30 นาที พบว่าปริมาณสูงสุดที่มีการคายสารกำจัดแมลงไซเพอร์เมทรินในน้ำ มีค่าเท่ากับ 11% และเมื่อเวลาผ่านไป 20 นาที พบปริมาณสูงสุดที่มีการคายสารกำจัดแมลงไซเพอร์เมทรินในสารละลายน้ำยาล้างผักและผลไม้ มีค่าเท่ากับ 12% ในขณะที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่อเวลาผ่านไปเพียง 10 นาที ปริมาณสูงสุดที่มีการคายสารกำจัดแมลงไซเพอร์เมทรินในน้ำมีค่าเป็น 13% และ 22% ในสารละลายน้ำยาล้างผักและผลไม้ สำหรับ

การศึกษาการคายสารกำจัดแมลงเฟนวาเลอเรต พบว่าที่อุณหภูมิ 28 องศาเซลเซียส เมื่อเวลาผ่านไป 40 นาที ปริมาณสูงสุดที่มีการคายสารกำจัดแมลงเฟนวาเลอเรตในน้ำ และในสารละลายน้ำยาล้างผัก และผลไม้มีค่าเป็น 24% และ 20% ตามลำดับ ในขณะที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่อเวลาผ่านไป 70 นาที ปริมาณสูงสุดที่มีการคายสารกำจัดแมลงเฟนวาเลอเรตในน้ำมีค่าเป็น 21% และเมื่อเวลาผ่านไป 20 นาที ปริมาณสูงสุดที่มีการคายสารกำจัดแมลงเฟนวาเลอเรตมีค่าเป็น 18% ในสารละลายน้ำยาล้างผักและผลไม้

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved