

# XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT CHỨA NHÓM AMMONIUM TỨ CẤP TRONG GẠO BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG SIÊU HIỆU NĂNG GHÉP NỐI ĐẦU DÒ KHỐI PHỔ (UPLC-MS/MS)

*Nguyễn Như Quỳnh<sup>1</sup>, Trần Thị Như Trang<sup>2,3,\*</sup>*

- 1. Trung tâm Dịch vụ Phân tích và Thí nghiệm Tp.HCM (CASE)*
  - 2. Khoa Công nghệ Hóa & Thực phẩm, Trường Đại học Nguyễn Tất Thành*
  - 3. Bộ môn Hóa Phân tích, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQG-HCM*
- (\*) Email: [tntrang@ntt.edu.vn](mailto:tntrang@ntt.edu.vn); [nhutrang@hcmus.edu.vn](mailto:nhutrang@hcmus.edu.vn)*

Thuốc bảo vệ thực vật chứa nhóm ammonium tứ cấp hiện nay được sử dụng rất phổ biến, đáng kể nhất là những chất có độ phân cực mạnh như paraquat, diquat và chlormequat. Những hợp chất này có độc tính cao, gây ảnh hưởng nghiêm trọng đến sức khỏe động vật và con người. Trong nghiên cứu này, chúng tôi phát triển phương pháp phân tích trực tiếp, nhanh, đơn giản và hiệu quả nhằm xác định dư lượng của những hợp chất này trong gạo bằng cách sử dụng cột sắc ký lỏng hydrophilic Obelisc-R (2.1 x 150 mm, 5  $\mu$ m) với pha động bao gồm 10 mM ammonium formate trong 0.9% acid formic và acetonitrile. Các hợp chất này trong mẫu gạo được chiết bằng hỗn hợp methanol và nước tỉ lệ 6/4 (v/v) có chứa 1% acid formic và dịch chiết được loại tạp bằng d-SPE (dispersion-solid phase extraction). Phương pháp phân tích đạt giới hạn định lượng tại 0.01 mg kg<sup>-1</sup> cho cả 3 chất, đáp ứng những quy định của Liên minh Châu Âu (EU) đối với nền gạo. Hiệu suất thu hồi luôn lớn hơn 80%, 70% và 90% lần lượt cho paraquat, diquat và chlormequat ở những nồng độ khảo sát khác nhau (0.02, 0,05 và 0,1 mg kg<sup>-1</sup>) với RSD < 20%.

Từ khoá: Paraquat, diquat, chlormequat, gạo, UPLC-MS/MS.

# DETERMINATION OF QUATERNARY AMMONIUM PESTICIDES RESIDUE IN RICE BY ULTRA PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY – TANDEM MASS SPECTROMETRY (UPLC-MS/MS)

*Nguyen Nhu-Quynh<sup>1</sup>, Tran-Thi Nhu-Trang<sup>2,3,\*</sup>*

*1. Center of Analytical Services and Experimentation HCMC (CASE)*

*2. Faculty of Chemical Engineering and Food Technology, Nguyen Tat Thanh University*

*3. Department of Analytical Chemistry, University of Science, VNU-HCM*

*(\*) Email: [tntrang@ntt.edu.vn](mailto:tntrang@ntt.edu.vn); [nhutrang@hcmus.edu.vn](mailto:nhutrang@hcmus.edu.vn)*

Nowadays, quaternary ammonium pesticides are widely used, notably paraquat, diquat, and chlormequat characterized by strong polarity. These compounds present high toxicity, seriously harming in animal and human health. In the present study, a quick, simple and effective method was developed to directly determine paraquat, diaquat and chlormequat in rice, using hydrophilic interaction liquid chromatography column (Obelisc-R; 2.1 x 150mm, 5 $\mu$ m). A buffer solution of 10 mM ammonium formate in 0.9% formic acid and acetonitrile were used as mobile phases. Sample was extracted by methanol and water (6/4, v/v) associated with 1% formic acid, and then extraction solution was cleaned up by dispersion-solid phase extraction (d-SPE). Method quantitative limitation (MQL) of three pesticides was 0.01 mg kg<sup>-1</sup>, satisfying the European Union regulation for the analysis of these three pesticides in rice. Recoveries at different concentrations (0.02, 0.05, and 0.1 mg kg<sup>-1</sup>) were higher than 80 %, 70 %, and 90 % (RSD < 20%) for paraquat, diquat, and chlormequat, respectively.

Keywords: Paraquat, diquat, chlormequat, rice, UPLC-MS/MS.