การพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสในมังคุด

Development of Organophosphorous Residue Analysis Method in Mangosteen

วิสุทธิ เชวงศรี ปิยะศักดิ์ อรรคบุตร ชนิตา ทองแซม

กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

บทคัดย่อ

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 19 ชนิด ในมังคุด โดยใช้เครื่อง Gas Chromatograph (GC) ชนิด Flame Photometric Detector (FPD) เพื่อให้ได้วิธีการตรวจวิเคราะห์ที่เหมาะสม รวดเร็วและมีประสิทธิภาพ โดยใช้วิธีวิเคราะห์ต่างๆ รวม 6 วิธีการ คือวิธีการที่ 1 เป็นวิธีประยุกต์ของ Steinwandter 1985 โดยใช้ acetone dichloromethane และ NaCl ในการสกัด วิธีการที่ 2 วิธีประยุกต์ของ Steinwandter (1985) และขจัดสิ่งปนเปื้อนโดยใช้ sorbent ชนิด SAX และ PSA และชะด้วย acetone : hexane (3:7) วิธีการที่ 3 สกัดวิธีเดียวกับวิธีที่ 1 ขจัดสิ่งปนเปื้อนโดยการเติม SAX , PSA และ $MgSO_4$ ลงในสารสกัด วิธีการที่ 4 สกัดด้วย acetonitrile และ Na_2SO_4 วิธีการที่ 5 ประยุกต์วิธี QuEChERS ของ Anatacedes, *et al.*,(2003) สกัดด้วย acetonitrile, $MgSO_4$ และ NaCl ขจัดสิ่งปนเปื้อนโดยใช้ PSA และ $MgSO_4$ วิธีการที่ 6 การประยุกต์วิธี QuEChERS ของ EN Method สกัดด้วย acetonitrile และ Simpli Q EN QuEChERS extraction packet ขจัดสิ่งปนเปื้อนด้วย Simpli Q EN dispersive SPE ผลการทดลอง พบว่า ทั้ง 6 วิธีการมีประสิทธิภาพในการตรวจสารพิษตกค้างได้เป็นส่วนใหญ่ โดยวิธีการที่ 1, 2, 4 และ 6 มีประสิทธิภาพในการตรวจสารพิษตกค้างได้ 18 ชนิด ยกเว้น azinphos ethyl วิธีการที่ 3 มีประสิทธิภาพในการตรวจสารพิษตกค้างได้ 17 ชนิด ยกเว้น azinphos ethyl และ DDVP ส่วนวิธีการที่ 5 ตรวจสอบสารได้เพียง 16 ชนิด ยกเว้น parathion- ethyl, pirimiphos- ethyl และ ethion สำหรับวิธีที่ให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วที่สุดคือวิธีการที่ 6

คำนำ

จากการจัดตั้งองค์การการค้าโลก (WTO) ในปี พ.ศ.2538 มีความตกลงที่เกี่ยวข้องกับสุขอนามัยและคุณภาพของอาหาร 2 ฉบับ คือ ความตกลงว่าด้วยการบังคับใช้มาตรการสุขอนามัยและสุขอนามัยพืช (Agreement on the Application of Sanitary & Phytosanitary Measure) และความตกลงว่าด้วยอุปสรรคทางเทคนิคต่อการค้า (Agreement on Technical Barrier to Trade, TBT) ที่ให้ประเทศสมาชิกกำหนด หรือใช้บังคับมาตรการเท่าที่จำเป็นในการปกป้องชีวิตหรือสุขภาพของมนุษย์ สัตว์ และพืช ซึ่งประเทศสมาชิกได้มีการนำปัญหาสารพิษตกค้างในผลผลิต ผลิตภัณฑ์การเกษตรและสิ่งแวดล้อม มาใช้เป็นมาตรการกีดกันทางการค้าสำหรับประเทศที่ส่งสินค้าเกษตรเป็นสินค้าออก ดังนั้นประเทศผู้ส่งออกสินค้าเกษตร รวมทั้งประเทศไทยจำเป็นต้องปรับปรุงกฎ ระเบียบ และข้อกำหนดต่างๆ ที่เกี่ยวกับสุขอนามัย และมาตรการว่าด้วยอุปสรรค

ทางเทคนิคต่อการค้า ให้มีความสอดคล้องกับมาตรฐานขององค์การระหว่างประเทศ เช่น Codex, ISO เพื่อแสดงความเท่าเทียมกัน ห้องปฏิบัติการจึงจำเป็นต้องพัฒนาระบบห้องปฏิบัติการที่มีเป้าหมายใหญ่ คือ การวิจัยและพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ (Method development) ให้เป็นมาตรฐาน ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method validation) และทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ (Proficiency testing) เพื่อเป็นการยืนยันถึงวิธีการที่นำมาใช้ในการทดสอบว่ามีความถูกต้อง แม่นยำ น่าเชื่อถือ สามารถสอบกลับได้ เพื่อขอรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการ (Laboratory accreditation) ตามมาตรฐานสากล (ISO/IEC17025) ซึ่งจะทำให้ผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าเชื่อถือ และยอมรับได้ตามมาตรฐานสากล เป็นผลดีต่อการส่งสินค้าเกษตรเป็นสินค้าส่งออกและปลอดภัยต่อผู้บริโภค

สำหรับงานวิจัยนี้ จะเป็นการพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสในมังคุด เพื่อให้ได้วิธีรวดเร็ว ประหยัด และมีประสิทธิภาพ และสามารถใช้ในการขยายขอบข่ายของการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในมังคุดส่งออกต่อไป

วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์

1. เครื่องมือวิทยาศาสตร์ ได้แก่ เครื่องสกัดชนิดปั่นความเร็วสูง (Homogenizer) เครื่องระเหยสารละลายชนิด Flash evaporator, Nitrogen evaporator ตู้อบอุณหภูมิสูง เครื่องชั่งชนิด 5 ตำแหน่ง และ 2 ตำแหน่ง เครื่องเขย่า shaker

2. เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ ได้แก่ volumetric flask, volumetric pipet, auto pipet, erenmeyer flask, lab bottle, flat bottle flask และ glass syringe ขนาด 5 มิลลิลิตร

3. สารเคมีชนิด Analytical grade ได้แก่ acetone, dichloromethane, acetonitrile, NaCl, Na_2SO_4 anhydrous, acetic acid, $MgSO_4$ anhydrous

4. สารเคมีชนิด pesticide grade ได้แก่ ethyl acetate, dichloromethane, acetonitrile, trimethyl ammonium strong anion exchange (SAX) , Primary secondary amine (PSA)

5. สารเคมีสำเร็จรูปได้แก่ Sampli Q EN QuEChERS extraction packet ประกอบด้วย $MgSO_4$ 4 กรัม NaCl 1 กรัม sodium citrate 1 กรัม disodium citrate sesquihydrate 0.5 กรัม และ Sampli Q EN dispersive SPE kit ประกอบด้วย PSA 150 มิลลิกรัม Mg SO_4 900 มิลลิกรัม

6. สารมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 19 ชนิด ได้แก่ DDVP, mevinphos, dimethoate, diazinon, parathion-methyl, fenitrothion, pirimiphos- methyl, malathion, chlorpyrifos, parathion-ethyl, pirimiphos- ethyl, methidathion, prothiophos, profenophos, ethion, triazophos, EPN, phosalone และ aziphos-ethyl

7. เครื่องตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง Gas chromatograph (GC) ชนิด Flam Photometric detector (FPD)

วิธีการ

1. เตรียมสารละลายเดี่ยวและสารละลายรวมของสารมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 19 ชนิด ให้มีความเข้มข้นที่เหมาะสม ทำการฉีดสารละลายมาตรฐานเดี่ยว และสารละลายมาตรฐานรวมด้วย GC ที่มีหัวตรวจวัดชนิด FPD เพื่อหาค่า Retention time ของสารแต่ละตัว และ sequence ของสารใน chromatogram ที่เป็นสารละลายมาตรฐานรวม และจะต้องปรับสภาวะของเครื่อง GC ให้สารแยกจากกันอย่างชัดเจน

2. เตรียมสารละลายมาตรฐานรวมของกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสเพื่อทำเป็น spike mixed standard solution และ matrix working mixed standard solution

3. การทดสอบวิธีการ

ทำการ spike mixed standard solution ให้มีความเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ลงในตัวอย่างมังคุดที่ไม่มีการปนเปื้อนของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ทำการทดลอง 6 วิธีการๆ ละ 5 ซ้ำ โดยมี control sample (ไม่ได้ spike สาร) และ control blank ทำควบคู่ไปกับตัวอย่างที่ spike ทุกวิธีการ

4. วิธีการที่ใช้ในการทดสอบ ได้แก่

4.1. วิธีการที่ 1

ใช้วิธีประยุกต์ของ Steinwandter (1985) ดังนี้

1) ชั่งตัวอย่างมังคุด 25 กรัม ใน lab bottle ขนาด 250 มิลลิลิตร

2) เติม acetone 50 มิลลิลิตร ปั่นด้วย homogenizer ความเร็วประมาณ 13,000 รอบต่อนาที นาน 1 นาที

3) เติม sodium chloride 8 กรัม และ dichloromethane 40 มิลลิลิตร ปั่นอีก 1 นาที

4) เทสารละลายส่วนใสใน lab bottle ที่มี Na_2SO_4 anhydrous ประมาณ 30 กรัม ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที

5) แบ่งสารละลายตัวอย่างมา 50 มิลลิลิตร นำไปลดปริมาตรจนเกือบแห้ง ปรับปริมาตรเป็น 5 มิลลิลิตร ด้วย ethyl acetate (PR)

6) นำไปวิเคราะห์ผลโดยใช้เครื่อง Gas Chromatograph ชนิด Flame Photometric Detector (FPD)

4.2. วิธีการที่ 2

การสกัดใช้วิธีประยุกต์ของ Steinwandter (1985) ขจัดสิ่งปนเปื้อนด้วยวิธีการประยุกต์ของ Kobe Quarantine Station, 2004

ก. การสกัดใช้วิธีประยุกต์ของ Steinwandter (1985) ตามข้อ 4.1 วิธีการที่ 1 ข้อ 1 ถึงข้อ 5

ข. การขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up)

1) นำ glass syring ซึ่งใส่กระดาษกรองที่ตัดเป็นวงกลมขนาดประมาณ

เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน glass syringe โดยบรรจุภายในด้วย Na_2SO_4 anhydrous ประมาณ 0.5 กรัมตามด้วย SAX : PSA (1:1) ปริมาณ 1 กรัม และปิดทับด้วย Na_2SO_4 anhydrous ประมาณ 0.5 กรัม

2) ล้าง column ด้วย acetone : hexane (3:7) 5 มิลลิลิตร

3) แบ่งสารละลายตัวอย่าง 2 มิลลิลิตร นำมาเป่า N_2 ให้แห้งแล้วละลายด้วย acetone : hexane (3:7) 2 มิลลิลิตร เทใส่ column รองรับไว้ชะต่อด้วย acetone : hexane (3:7) อีก 10 มิลลิลิตร

4) นำสารละลายที่รองรับได้ ไปลดปริมาตรจนเกือบแห้งและปรับปริมาตรเป็น 2 มิลลิลิตร ด้วย ethyl acetate นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

4.3. วิธีการที่ 3

การสกัดใช้วิธีประยุกต์ของ Steinwandter (1985) ขจัดสิ่งปนเปื้อนด้วย SAX, PSA และ $MgSO_4$

ก. การสกัด ใช้วิธีประยุกต์ของ Steinwandter (1985) ตามข้อ 4.1 วิธีการที่ 1ข้อ 1) ถึงข้อ 5)

ข. การขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up)

1) ดูดสารละลายตัวอย่างมา 2 มิลลิลิตร ใส่ใน tube ที่มี PSA 50 มิลลิกรัม SAX 50 มิลลิกรัม $MgSO_4$ 300 มิลลิกรัม แล้วนำไปเขย่าด้วย vortex 1 นาที

2) นำไป centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาที นาน 3 นาที

3) ดูดสารละลายส่วนใสใส่ขวด GC vial นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

4.4. วิธีการที่ 4

สกัดด้วย acetonitrile และ Na_2SO_4

1) ชั่งตัวอย่างมังคุด 25 กรัม ใน lab bottle ขนาด 250 มิลลิลิตร

2) เติม acetonitrile 90 มิลลิลิตร และ Na_2SO_4 anhydrous 45 กรัม นำไปเขย่าด้วยเครื่อง shaker ความเร็ว 350 รอบต่อนาที นาน 10 นาที

3) กรองผ่าน Na_2SO_4 anhydrous

4) แบ่งสารละลายตัวอย่างมา 50 มิลลิลิตร ลงใน round bottom flask ล้างด้วย acetonitrile 5 มิลลิลิตร 2 ครั้ง นำไปลดปริมาตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 5 มิลลิลิตร ด้วย acetonitrile

5) แบ่งสารละลายมา 1 มิลลิลิตร เป่าให้แห้งด้วย N_2 และปรับปริมาตรเป็น 1 มิลลิลิตร ด้วย ethyl acetate นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

4.5. วิธีการที่ 5

การประยุกต์วิธี QuEChERS ของ Anatacedes *et al.* (2003)

ก. การสกัด

1) ชั่งตัวอย่างมังคุด 15 กรัม ในหลอด centrifuge tube ขนาด 50 มิลลิลิตร

2) เติม 0.1% acetic acid ใน acetonitrile ปริมาณ 15 มิลลิลิตร NaCl 1.5 กรัม และ $MgSO_4$ 6 กรัม ปิดจุก เขย่าด้วยมือ 1 นาที

3) นำไปเขย่าด้วย vortex 1 นาที แล้วทำการ centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาที นาน 3 นาที

ข. การขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up)

1) ดูดสารละลายใส 2 มิลลิลิตร ใส่ centrifuge tube ที่บรรจุด้วย $MgSO_4$ anhydrous 300 มิลลิกรัม และ PSA 300 มิลลิกรัม

2) ปิดจุกเขย่าด้วยมือ และเขย่าด้วย vortex 1 นาที

3) นำไป centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาทีนาน 3 นาที

4) แบ่งสารละลายมา 1 มล. เป่าให้แห้งด้วย N_2 และปรับปริมาตรเป็น 1 มิลลิลิตร ด้วย ethyl acetate นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

4.6. วิธีการที่ 6

การประยุกต์วิธี QuEChERS ของ European method – EN 15662 (2007)

ก. การสกัด

1) ชั่งตัวอย่างมังคุด 10 กรัม ในหลอด centrifuge tube ขนาด 50 มล.

2) เติม acetonitrile ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ปิดจุก เขย่าด้วยมือ 1 นาที

3) เติม Sampli Q EN QuEChERS extraction packet เขย่าด้วยมือ 1 นาที แล้วทำการ centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาที นาน 5 นาที

ข. การขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up)

1) ดูดสารละลาย 6 มิลลิลิตร ใส่ centrifuge tube ที่บรรจุด้วย Sampli Q EN dispersive SPE นำไปเขย่าด้วย vortex 1 นาที แล้วทำการ centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาที นาน 5 นาที

2) ดูดสารละลายส่วนบน กรองผ่าน nylon syringe filter 0.2 ไมโครเมตร

3) แบ่งสารละลายใส 1 มิลลิลิตร เป่าให้แห้งด้วย N_2

4) ปรับปริมาตรเป็น 1 มิลลิลิตร ด้วย ethyl acetate ใส่ขวด GC vial นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

สำหรับสภาวะการใช้งานของเครื่อง GC ชนิด FPD ได้ทดลองปรับเปลี่ยนสภาวะการใช้งานหลายวิธีการ จนได้สภาวะการใช้งานที่เหมาะสมดังนี้

เครื่อง GC ชนิด FPD ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890

Column : DB 5.625 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 mm ยาว 30 m สารเคลือบหนา 0.25µm

Inlet : mode: splitless, temperature 250° C, pressure 11.11 Psi

Purge flow 70 ml/min, purge time 1.00 min

Total flow 75.7 ml/min

Saver flow 20.0 ml/min, Saver time 2.00 min

Gas type : He

Detector : temperature 250° C

Hydrogen flow 150 ml/min, Air flow 110 ml/min

Mode: constant column + make up flow, combined flow 60 ml/min

Make up gas: N_2

Oven : Oven program : 70 ° C (3 min) 15 ° C /min → 120 ° C (1 min) 15 ° C /min → 250 ° C (6.33 min) 15 ° C/min → 260 ° C (12 min) run time 35 min

Carrier gas: He flow rate 2 ml/min

ระยะเวลา ตุลาคม 2552 - กันยายน 2553

สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

ผลการทดลองและวิจารณ์

ตารางที่ 1. ผลการทดลองประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสในมังคุด 6 วิธีการ

ชนิดสาร	วิธีที่ 1		วิธีที่ 2		วิธีที่ 3		วิธีที่ 4		วิธีที่ 5		วิธีที่ 6	
	% recovery	% RSD	% recovery	% RSD	% recovery	% RSD	% recovery	% RSD	% recovery	% RSD	% recovery	% RSD
DDVP	93	1.03	96	9.28	50	19.44	86	3.42	99	5.38	100	13.41
Mevinphos	89	5.22	99	5.76	88	3.16	85	3.93	97	7.81	85	3.56
Dimethoate	99	2.8	81	2.68	84	2.57	82	3.98	80	8.97	86	4.86
Diazinon	90	5.19	106	3.82	84	3.09	79	4.95	107	3.45	96	3.75
Parathion-methyl	93	0.59	100	3.71	86	2.23	87	3.67	107	4.78	101	4.69
Fenitrothion	91	2.75	104	4.79	86	2.66	84	4.2	109	3.27	98	4.1
Pirimiphos-methyl	94	0.89	101	2.86	87	2.5	88	3.92	110	4.01	100	4.85
Malathion	91	1.81	104	4.24	88	3.08	89	4.17	108	2.12	71	1.9
Chlorpyrifos	80	1.89	93	4.96	78	1.93	87	4.17	110	2.01	94	4.36
Parathion-ethyl	92	0.59	101	3.93	87	2.21	88	4.12	115	2.8	102	4.01
Pirimiphos-ethyl	91	2.54	104	4.38	87	2.74	85	4.15	119	2.34	98	4.16
Methidathion	95	4.58	101	4.51	83	2.95	90	9.69	94	4.77	80	2.65
Prothiophos	91	0.92	104	3.66	89	3.28	88	3.8	110	2.34	101	3.59
Profenophos	90	3.45	103	4.3	87	2.21	87	4.02	98	2.5	79	5.88
Ethion	92	0.59	102	3.81	88	2.63	88	4.42	116	2.64	100	4.3
Triazophos	89	4.72	101	4.55	85	2.68	85	4.36	93	4.75	81	12.59
EPN	97	2	106	4.02	83	3.84	87	4.76	109	2.29	96	3.67
Phosalone	96	2.38	110	4.65	85	2.82	83	4.66	105	3.98	81	8.58
Azinphos-ethyl	139	12.69	145	4.23	70	21.71	42	15.93	103	2.87	60	23.63

การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 19 ชนิด ในมังคุด โดยใช้เครื่อง Gas Chromatograph (GC) ชนิด Flame Photometric Detector (FPD) ผลการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในมังคุดที่ระดับความเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ทั้ง 6 วิธีการ มีดังนี้

วิธีการที่ 1 เป็นวิธีการประยุกต์ของ Steinwandter (1985) โดยใช้ acetone, dichloromethane และ NaCl ในการสกัด ได้ recovery ในช่วง 80 – 99 เปอร์เซ็นต์ และ RSD ในช่วง 0.59 – 5.22 เปอร์เซ็นต์ ยกเว้น azinphos ethyl ได้ค่า recovery เฉลี่ย 139 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 1)

วิธีการที่ 2 สกัดวิธีเดียวกับวิธีที่ 1 ขจัดสิ่งปนเปื้อน โดยใช้ sorbent ชนิด SAX :PSA (1:1) และชะด้วย acetone :hexane (3:7) ได้ recovery ในช่วง 81 – 110 เปอร์เซ็นต์ และ RSD ในช่วง 2.68 – 9.28 เปอร์เซ็นต์ ยกเว้น azinphos ethyl ได้ค่า recovery เฉลี่ย 145 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 1)

วิธีการที่ 3 สกัดวิธีเดียวกับวิธีที่ 1 ขจัดสิ่งปนเปื้อนโดยการเติม SAX, PSA, และ $MgSO_4$ ลงในสารสกัดได้ recovery ในช่วง 78 – 89 เปอร์เซ็นต์ และ RSD ในช่วง 1.93 – 3.84 เปอร์เซ็นต์ ยกเว้น azinphos ethyl และ DDVP ได้ค่า recovery เฉลี่ย 70 และ 50 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ (ตารางที่ 1)

วิธีการที่ 4 สกัดด้วย acetonitrile และ Na_2SO_4 anhydrous ได้ recovery ในช่วง 79 – 90 เปอร์เซ็นต์ และ RSD ในช่วง 3.42 – 9.69 เปอร์เซ็นต์ ยกเว้น azinphos ethyl ได้ค่า recovery เฉลี่ย 42 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 1)

วิธีการที่ 5 ประยุกต์วิธี QuEChERS ของ Anatacedes และคณะ (2003) สกัดด้วย acetonitrile, $MgSO_4$ และ NaCl ขจัดสิ่งปนเปื้อนโดยใช้ PSA และ $MgSO_4$ ได้ recover y ในช่วง 80 – 110 เปอร์เซ็นต์ และ RSD ในช่วง 2.01– 8.97 เปอร์เซ็นต์ ยกเว้น parathion - ethyl, pirimiphos- ethyl และ ethion ได้ recovery ในช่วง 115 – 119 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 1)

วิธีการที่ 6 ประยุกต์วิธี QuEChERS ของ European method - EN 15662 (2007) ได้ recovery ในช่วง 71 – 102 เปอร์เซ็นต์ และ RSD ในช่วง 1.90 – 13.41 เปอร์เซ็นต์ ยกเว้น azinphos ethyl ได้ค่า recovery เฉลี่ย 60 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 1)

CODEX (1995) กำหนดเกณฑ์การยอมรับค่า Recovery ที่ระดับความเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม อยู่ในช่วง 70-110 เปอร์เซ็นต์ วิธีการทั้ง 6 วิธี จึงมีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์สารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสได้เป็นส่วนใหญ่ ยกเว้น บางสารเท่านั้นที่ มีค่า recovery ต่ำ หรือสูงเกินช่วงที่ยอมรับได้ โดยพบว่า สารที่มีค่า recovery ไม่ผ่านเกณฑ์มากที่สุดคือ azinphos ethyl สำหรับวิธีการที่ 3 พบว่า DDVP มีค่า recovery ไม่ผ่านเกณฑ์

เมื่อเปรียบเทียบวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสในมังคุด วิธีการที่ 1 โดยใช้วิธีประยุกต์ของ Steinwandter เป็นวิธีที่ไม่ได้ผ่านการขจัดสิ่งปนเปื้อน ดังนั้น matrix coextractant เช่น สี สาร tannin และ ยาง รวมทั้งสารอื่นๆ ในมังคุด จะถูกสกัดออกมาด้วย อาจทำให้ประสิทธิภาพของ capillary column ลดน้อยลง อายุการใช้งานสั้นลง และอาจรบกวนการตรวจสารพิษตกค้างที่มีปริมาณน้อย (Schenck *et al.*, 2002) ส่วนวิธีการที่ 2 และ 3 เป็นวิธีที่มีการ ขจัดสิ่งปนเปื้อน สารสกัดที่ได้จึงมีสีที่เจือจางกว่าวิธีการ ที่ 1 และเมื่อเปรียบเทียบระยะเวลา และค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ วิธีการที่ 3 จะใช้เวลาและค่าใช้จ่ายที่น้อยกว่า วิธีที่ 2 วิธีการที่ 4 เป็นวิธีการที่สกัดด้วย acetonitrile ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่มีความเป็นพิษสูง ต่อสุขภาพ วิธีการที่ 5 และ 6 เป็นการประยุกต์ วิธี QuEChERS แต่วิธีการที่ 6 จะใช้ สารเคมีสำเร็จรูป ดังนั้น เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์จะเร็วกว่า แต่ค่าใช้จ่ายจะสูงกว่าวิธีการที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

วิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างของกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสในมังคุด ที่มีประสิทธิภาพที่สุด และใช้เวลาน้อยที่สุดคือวิธีการที่ 6 ซึ่งประยุกต์วิธี QuEChERS ของ European method – EN 15662 (2007) แต่ค่าใช้จ่ายสูงกว่าวิธีการอื่นๆ ดังนั้น วิธีการที่ 3 น่าจะเป็นทางเลือกของการวิเคราะห์ เนื่องจากค่าใช้จ่ายน้อย

อย่างไรก็ตามวิธีการเหล่านี้ ต้องทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีก่อนนำมาใช้ รวมทั้งเพื่อขยายขอบข่ายการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในมังคุดต่อไป

การนำไปใช้ประโยชน์

1. ใช้เป็นวิธีวิเคราะห์มาตรฐานของกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร เพื่อนำไปใช้ในงานบริการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างรวมทั้งใช้ในงานวิจัย

2. ใช้ในการขอการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 โดยจะต้องทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการ และทดสอบความชำนาญของห้องปฏิบัติก่อนการขอการรับรอง

3. ถ่ายทอดวิธีการวิเคราะห์ให้แก่เจ้าหน้าที่ของสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1-8

4. เสนอผลงานวิจัยเพื่อให้ผู้สนใจนำไปใช้ประโยชน์ต่อไป

เอกสารอ้างอิง

Anastacedes , M., S.T. Lehotay, D.Stainbaher and F.J. Schenck. 2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction / Partitioning and " Dispersive Solid –Phase Extraction "for the Determination of Pesticide Residue in Produce J. of AOAC Int. 86: 412-431

Anonymous. 2006. The Pesticide Manual. Fourteenth edition. British Crop Protection Council.

Codex. 1995. Codex Alimentarius volumn 3. Residues of Veterinary Drugs in Food.

EN 15662 Version 2007-10-24, Foods of Plant Origin – Determination of Pesticide Residue Using GC-MS and /or LC –MS/MS Following Acetonitrile Extraction/Partitioning and Clean-up by Dispersive SPE (QuEChERS method)

European Commission (EC) .2000. Guidance Document on Residue Analytical Method . SANCO/825/00 rev .6. 20/06/00 16 p.

Kobe Quarantine Station. 2004. JICA Training Course . Risk Assessment and Monitoring for Environment Chemical. Japan. 33 p.

Schenck, F.T., S.J. Lehotay, V.Vega. 2002. Comparison of Solid Phase Extraction Sorbents for Cleanup in Pesticide Residue Analysis of Fresh Fruits and Vegetable . J. Sep. Sci. 25: 883-890

Steinwandter, H. 1985. Universal 5 min. On-line Method for Extracting and Isolating Pesticide Residue and Industrial Chemicals. Fresenius Z. Anal Chem. No 115