



## 6. คำนำ

การตรวจวิเคราะห์สารกำจัดแมลงกลุ่ม organophosphorus, organochlorines และ pyrethroids ในดิน เดิมใช้วิธีการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gas Chromatograph โดยแบ่งตัวอย่างไปตรวจวิเคราะห์ด้วยตัวตรวจวัดที่แตกต่างกัน กลุ่ม organophosphorus ตรวจวิเคราะห์ด้วย GC ชนิด Flame photometric detector กลุ่ม organochlorines และ pyrethroids ตรวจวิเคราะห์ด้วย GC ชนิด Electron capture detector ซึ่งทำให้เสียเวลาและใช้แรงงานในการเตรียมตัวอย่างเป็นอย่างมาก ทั้งนี้วิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในปัจจุบันล้วนต้องการความถูกต้องเป็นอันดับแรก ประกอบกับมีความสะดวกและรวดเร็ว รวมทั้งจะต้องประหยัดค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ ตลอดจนให้มีความเหมาะสมกับวัสดุและอุปกรณ์ที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการ การพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์สารกำจัดแมลงกลุ่ม organophosphorus, organochlorines and pyrethroids ในดินโดยใช้เครื่อง Gas chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS) ของกลุ่มวิจัยวัสดุมีพิษการเกษตร จึงเป็นการพัฒนาวิธีทดสอบที่ใช้เครื่องมือขั้นสูงที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการ และปรับเปลี่ยนสารเคมีที่ใช้ เพื่อให้ผลการทดสอบมีความถูกต้องและแม่นยำ ลดขั้นตอนและประหยัดค่าใช้จ่ายในการตรวจวิเคราะห์

## 7. วิธีดำเนินการ

### อุปกรณ์

1. เครื่องแก้วและวัสดุที่ใช้ในการสกัดได้แก่ beaker, cylinder, Erlenmeyer flask, round bottom flask, graduated tube, glass vial for auto sampler, micro centrifuge tube และ glass funnel เครื่องแก้วที่ใช้ในการเตรียมสารละลายของสารมาตรฐานและทำ standard calibration curve ได้แก่ auto pipette, volumetric pipette และ volumetric flask
2. เคมีภัณฑ์ชนิดต่าง ๆ
  - 2.1 สารเคมี analytical grade ได้แก่ anhydrous sodium sulfate (anh.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), acetone, acetonitrile, dichloromethane, ethyl acetate, hexane, SPE ชนิด carbon black, สารเคมีชนิด pesticide grade ได้แก่ ethyl acetate
  - 2.3 สารพิษมาตรฐาน pesticide grade กลุ่มออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด ประกอบด้วย aldrin, alpha BHC, alpha endosulfan, beta endosulfan, dieldrin, endosulfan sulfate, endrin, gamma BHC, heptachlor, heptachlor epoxide, o,p'-DDE, o,p'-DDT, o,p'-TDE, p,p'-DDE, p,p'-DDT และ p,p'-TDE กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 10 ชนิด ประกอบด้วย chlorpyrifos, diazinon, EPN, ethion, malathion, methidathion, parathion methyl, pirimiphos methyl, profenofos และ triazophos กลุ่มไพรีทรอยด์ 7 ชนิด ประกอบด้วย bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda cyhalothrin และ permethrin
3. เครื่องมือวิทยาศาสตร์

เครื่องชั่งละเอียด, เครื่อง shaker, เครื่องลดปริมาตร rotary evaporator nitrogen evaporator, เครื่องปั่นเหวี่ยงตกตะกอน (Centrifuge) และ เครื่อง Gas Chromatograph/Mass spectrometry (GC/MS) รุ่น 5973

## วิธีการ

1. เตรียมสารละลายของสารมาตรฐาน stock standard solution ของสารพิษแต่ละชนิดให้มีความเข้มข้นประมาณ 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร และเตรียม working standard solution ให้ได้สารละลายของสารมาตรฐานผสมของแต่ละกลุ่มให้มีความเข้มข้นประมาณ 0.01 - 2.50 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

## 2. วิธีการสกัดตัวอย่าง

ตามวิธีทดสอบของห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตร(In house method TM-T04-I02 base on AOAC 1995) เพิ่มขั้นตอนการขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up) และปรับเปลี่ยนชนิดของสารเคมีตัวชะ (eluting agent) เป็นสารผสมต่าง ๆ ได้แก่ dichloromethane : hexane (1:1), dichloromethane : acetone (1:1), acetone : hexane (1:1), acetonitrile : toluene (1:1)

2.1 ขั้นตอนการสกัด ซั่งตัวอย่าง 20 กรัม ใส่ Erlenmeyer flask เติม ethyl acetate 75 มิลลิลิตร เขย่าด้วย shaker นาน 5 ชั่วโมง กรองผ่าน anh. Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ใส่ใน round bottom flask ล้างขวดใส่ตัวอย่างด้วย ethyl acetate 20 มิลลิลิตร 2 ครั้ง กรองและเก็บรวมกับครั้งแรก นำไปลดปริมาตรโดยใช้ rotary evaporator ให้สารสกัดเกือบแห้ง ล้าง round bottom flask ด้วย ethyl acetate (PR) เก็บสารละลายใส่ graduated tube ลดปริมาตรด้วย nitrogen evaporator และปรับปริมาตรด้วย ethyl acetate (PR) ให้ได้ 2 มิลลิลิตร

2.2 การขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up) นำสารสกัดในข้อ 2.1 ไป clean up ตามวิธีทดสอบ 2 วิธีการ ได้แก่

วิธีที่ 1 clean up ด้วยผง carbon black โดยซั่งผง carbon black ใส่ micro centrifuge tube ขนาด 2 มิลลิลิตร ปริมาณหลอดละ 30, 50 และ 80 มิลลิกรัม จำนวนหลอดละ 3 ซ้ำ ตูดสารสกัดจากข้อ 2.1 ใส่ micro centrifuge tube เขย่าประมาณ 1 นาที นำไปปั่นเหวี่ยงตกตะกอนที่ 14,000 รอบ ต่อนาที นาน 5 นาที ตูดสารละลายส่วนใสไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC/MS

วิธีที่ 2 clean up ด้วย SPE ชนิด carbon black ขนาด 500 มิลลิกรัม ความจุ 6 มิลลิลิตร โดยเปลี่ยนสารตัวชะ (eluting agent) เป็นสารผสมชนิดต่าง ๆ ได้แก่ dichloromethane : hexane (1:1) dichloromethane : acetone (1:1), acetone : hexane(1:1), acetonitrile : toluene (1:1) ปริมาตรละ 10 มิลลิลิตร นำไปลดปริมาตรด้วย nitrogen evaporator และปรับปริมาตรให้ได้ 2 มิลลิลิตร นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC/MS

2.3 เลือกวิธีการที่ดีที่สุดจากการทดสอบในข้อ 2.2 โดยคำนวณผลการทดสอบจากเปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนมาของสาร (% recovery) กำหนดเกณฑ์การยอมรับที่ 70 - 120 เปอร์เซ็นต์ นำวิธีการที่เลือกนี้ไปทดสอบกับดินร่วนและดินเหนียว

3. การตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gas Chromatograph/Mass spectrometry (GC/MS)

เครื่อง GC/MS ชนิด Single Quadrupole ยี่ห้อ Agilent รุ่น MSD 5973 ควบคุมสถานะการทำงานของเครื่องดังนี้

Mode : pulsed splitless, SIM mode  
GC column : column DB 5 - MS capillary, 30 m x 0.25 mm id, 0.25  $\mu$ m film thickness  
Injector : 230 °C  
MS Transfer Line : 280 °C, MS Quad temperature : 150 °C, Ms source : 230 °C  
Oven program : 100 °C (1 นาที)  $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C/นาที}}$  180 °C (1 นาที)  $\xrightarrow{3\text{ }^{\circ}\text{C/นาที}}$  200 °C (0 นาที)  
 $\xrightarrow{1\text{ }^{\circ}\text{C/นาที}}$  210 °C (0 นาที)  $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C/นาที}}$  290 °C (5 นาที)  
Carrier gas : helium flow 1.4 มิลลิลิตร/นาที  
Injection volume : 1 ไมโครลิตร

เวลาและสถานที่ทำการทดลอง เริ่มต้นเดือนตุลาคม 2554 สิ้นสุดเดือนกันยายน 2555

สถานที่ทำการทดลอง กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

## 8. ผลการทดลองและวิจารณ์

ผลการทดสอบในการพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์สารกำจัดแมลงกลุ่ม organophosphorus 10 ชนิด organochlorines 16 ชนิด และ pyrethroids 7 ชนิดในดิน ดัดแปลงจากวิธี In house method base on AOAC 1995 ของกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร ใช้ดินทรายเป็นตัวแทนของการทดสอบ สกัดด้วย ethyl acetate เพิ่มขึ้นตอนการกำจัดสิ่งปนเปื้อนด้วยผง carbon black ที่ปริมาณต่าง ๆ พบว่าใช้ปริมาณ 30 มิลลิกรัม มีค่าผลการทดสอบ recovery ของสารพิษกลุ่ม organophosphorus อยู่ระหว่าง 89 - 117 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งอยู่ในเกณฑ์กำหนด 70 - 120 % ยกเว้นสารพิษชนิด triazophos ที่มีค่าต่ำกว่าเกณฑ์ สารพิษชนิด malathion และ parathion methyl ที่มีค่าสูงกว่าที่กำหนด ส่วนสารพิษกลุ่ม organochlorines มีค่าอยู่ระหว่าง 88 - 113 เปอร์เซ็นต์ ยกเว้น o,p'-DDE ที่มีค่าสูงกว่าเกณฑ์ ทั้งนี้ปริมาณสารพิษที่มีค่าสูงกว่าเกณฑ์ที่กำหนด อาจเนื่องมาจากปริมาณ carbon black ที่ใช้ในการกำจัดสิ่งปนเปื้อนไม่เพียงพอที่จะกำจัดสิ่งเจือปนในดินได้ทั้งหมด ทำให้เกิดผลกระทบต่อสารพิษบางชนิด และเมื่อเพิ่มปริมาณ carbon black เป็น 50 มิลลิกรัม พบว่าผลการทดสอบเปอร์เซ็นต์ recovery ของสารพิษในกลุ่ม organophosphorus และกลุ่ม organochlorines บางชนิดมีค่าสูงกว่าเกณฑ์ที่กำหนด เช่นเดียวกับที่เพิ่มปริมาณ carbon black เป็น 80 มิลลิกรัม แต่ปริมาณที่เพิ่มสูงสุดนี้ทำให้สารพิษชนิด triazophos ที่อยู่ในกลุ่ม organophosphorus มีค่าเปอร์เซ็นต์ recovery ลดต่ำลงมาก อย่างไรก็ตามการเพิ่มปริมาณของผงที่กำจัดสิ่งปนเปื้อนนี้ ไม่มีผลกระทบต่อผลการทดสอบสารพิษในกลุ่ม pyrethroids ที่มีค่าอยู่ในเกณฑ์กำหนดระหว่าง 84 - 120 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 1)

การทดสอบโดยการกำจัดสิ่งปนเปื้อนด้วย Solid Phase Extraction ชนิด carbon black 500 มิลลิกรัม 6 มิลลิลิตร เปลี่ยนชนิดของตัวชะ (eluting agent) เป็นสารผสมต่าง ๆ พบว่าตัวชะชนิดสารผสมระหว่าง dichloromethane : hexane (1:1) และ dichloromethane : acetone (1:1) มีค่า recovery ของการทดสอบ

สารพิษทั้ง 3 กลุ่ม organophosphorus อยู่ในเกณฑ์กำหนด มีสารพิษชนิด lambda cyhalothrin ในกลุ่ม pyrethroids เพียงชนิดเดียว ที่ผลการทดสอบการชะตัวอย่างด้วย dichloromethane : acetone (1:1) แล้วมีค่า recovery สูงกว่าเกณฑ์ ทั้งนี้ด้วยคุณสมบัติของสารผสมทั้งสองชนิดที่มีความแรงใกล้เคียงกัน แต่สารผสมของ dichloromethane : acetone (1:1) จะมีความแรงมากกว่าจึงทำให้ความสามารถในการชะสารพิษออกมาได้มากกว่า ประกอบกับสารพิษในแต่ละกลุ่มมีความเป็นประจุ (polar) ที่ต่างกัน ทำให้ผลการทดสอบมีเปอร์เซ็นต์ recovery สูงกว่าเกณฑ์ที่กำหนด (ตารางที่ 2)

สำหรับการใช้ตัวชะที่เป็นสารผสมระหว่าง acetone : hexane (1:1) และ acetonitrile : toluene (1:1) พบว่าเปอร์เซ็นต์ recovery ของสารพิษทั้ง 3 กลุ่ม ส่วนใหญ่อยู่ในเกณฑ์กำหนดในการทดสอบตัวชะด้วยสารผสมชนิด acetone : hexane (1:1) ยกเว้นสารพิษชนิด triazophos ที่อยู่ในกลุ่ม organophosphorus และสารพิษชนิด p,p'-DDT ที่อยู่ในกลุ่ม organochlorines ที่มีค่าต่ำกว่าเกณฑ์ที่กำหนด สำหรับการทดสอบตัวชะด้วย acetonitrile : toluene (1:1) พบว่าสารพิษส่วนใหญ่ในกลุ่ม organochlorines มีค่าต่ำกว่าเกณฑ์กำหนด ทั้งนี้สารพิษที่อยู่ในกลุ่มนี้เป็นชนิดที่ไม่มีประจุ (non polar) ทำให้ประสิทธิภาพในการทดสอบใช้สารผสมตัวชะนี้ จึงไม่ดีเท่าที่ควร อย่างไรก็ตามสารผสมตัวชะนี้ให้ผลการทดสอบกับสารพิษกลุ่ม organophosphorus และกลุ่ม pyrethroids มีค่าเปอร์เซ็นต์อยู่ในเกณฑ์กำหนด ยกเว้นสารพิษชนิด malathion ที่มีค่าสูงกว่าเกณฑ์ (ตารางที่ 3)

เลือกวิธีการสกัดและใช้ตัวชะที่ให้ประสิทธิภาพผลการทดสอบที่อยู่ในเกณฑ์กำหนด มีผลกระทบในการทดสอบน้อยที่สุด โดยเลือกใช้วิธีการสกัดด้วย ethyl acetate เลือกวิธีกำจัดสิ่งปนเปื้อนด้วย SPE ชนิด carbon black 500 มิลลิกรัม 6 มิลลิลิตร ใช้สารผสมตัวชะเป็นชนิด dichloromethane : hexane (1:1) ทดสอบกับดินเหนียวและดินร่วน พบว่าเปอร์เซ็นต์ recovery ของการทดสอบกับดินเหนียวและดินร่วนของสารพิษทั้ง 3 กลุ่ม มีค่าเปอร์เซ็นต์ recovery อยู่ในเกณฑ์กำหนดระหว่าง 70 – 120 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งผลการทดสอบสารพิษส่วนใหญ่ในดินร่วน และการทดสอบสารพิษกลุ่ม organochlorines ในดินเหนียว จะมีค่ามากกว่า 100 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้องค์ประกอบของเนื้อดินทั้ง 2 ชนิดที่แตกต่างกัน ทำให้มีผลกระทบต่อผลการทดสอบที่ต่างไปด้วย (ตารางที่ 4)

ตารางที่ 1 % recovery ของผลการทดสอบปริมาณ carbon black ที่ใช้ในการ clean up

pesticides	ปริมาณ carbon black 30 mg				ปริมาณ carbon black 50 mg				ปริมาณ carbon black 80 mg			
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	average	Rep 1	Rep 2	Rep 3	average	Rep 1	rep 2	rep 3	average
<b>organophosphorus</b>												
chlorpyrifos	89.11	89.20	89.11	89.14	83.26	72.16	75.86	77.09	68.46	72.16	64.75	68.46
diazinon	105.00	108.21	99.98	104.40	98.80	94.10	87.04	93.31	79.98	76.45	82.33	79.59
EPN	98.16	89.00	96.24	94.47	99.12	97.20	111.64	102.65	83.73	83.73	86.61	84.69
ethion	125.00	110.00	90.59	108.53	93.82	97.06	80.88	90.59	75.49	86.27	77.64	79.80
malathion	117.25	124.89	142.00	128.05	128.00	135.00	140.00	134.33	125.30	146.63	133.30	135.08
methidathion	100.00	108.00	135.00	114.33	120.00	125.00	128.00	124.33	153.26	124.35	119.64	132.42
parathion methyl	115.00	129.00	130.20	124.73	112.25	129.49	132.73	124.82	114.92	110.07	105.21	110.07
pirimiphos methyl	119.83	128.45	102.76	117.02	102.76	77.07	89.92	89.92	83.49	80.63	96.34	86.82
profenofos	121.00	120.72	122.50	121.41	82.26	76.34	92.32	83.64	97.05	95.87	94.69	95.87
triazophos	69.87	68.23	69.54	69.21	54.24	55.00	73.42	60.89	26.00	25.00	28.00	26.33

<b>organochlorines</b>												
aldrin	117.03	90.03	82.95	96.67	82.95	106.10	86.81	91.96	66.88	64.30	69.45	66.88
alpha BHC	126.00	100.62	86.01	104.21	86.01	90.88	73.03	83.31	71.41	81.14	64.91	72.49
alpha endosulfan	114.21	88.83	85.03	96.02	86.29	90.95	88.41	88.55	69.37	68.53	68.53	68.81
beta endosulfan	140.71	108.73	84.97	111.47	85.89	71.27	76.29	77.82	72.64	68.53	70.35	70.51
dieldrin	119.92	93.47	88.18	100.52	86.41	89.94	93.47	89.94	67.90	69.66	66.13	67.90
endosulfan sulfate	115.20	103.14	84.47	100.94	85.80	87.14	84.47	85.80	77.80	75.58	72.02	75.13
endrin	115.69	130.51	93.14	113.11	94.00	91.99	91.13	92.37	79.92	79.05	69.00	75.99
gamma BHC	143.99	109.82	87.86	113.89	85.42	86.64	78.10	83.38	70.77	61.01	61.01	64.27
heptachlor	124.36	126.27	88.09	112.91	86.62	95.43	99.84	93.97	71.94	76.35	73.41	73.90
heptachlor epoxide	124.47	97.62	86.64	102.91	87.86	91.52	100.06	93.15	70.77	61.01	73.22	68.33
o,p'-DDE	126.27	124.36	126.35	125.66	89.61	93.69	103.87	95.72	73.32	81.47	65.17	73.32
o,p'-DDT	109.00	118.24	86.11	104.45	86.11	103.33	97.59	95.68	74.63	77.41	80.37	77.47
o,p'-TDE	116.25	104.08	93.13	104.49	95.86	112.30	104.08	104.08	76.69	68.47	79.43	74.87
p,p'-DDE	121.23	103.83	94.21	106.42	94.21	101.90	90.37	95.49	76.91	82.68	74.99	78.19
p,p'-DDT	88.69	87.64	89.56	88.63	74.39	70.01	73.30	72.57	70.01	74.39	65.64	70.01
p,p'-TDE	124.00	109.83	114.00	115.94	141.72	132.86	145.26	139.95	108.06	106.29	104.52	106.29
<b>pyrethroids</b>												
bifenthrin	127.26	97.90	96.26	107.14	97.90	96.26	76.68	90.28	83.21	79.95	89.74	84.30
cyfluthrin	82.56	80.98	85.24	82.93	100.49	102.37	101.90	101.59	91.49	94.29	101.27	95.68
cypermethrin	98.99	82.49	110.13	97.21	101.88	96.93	97.76	98.86	88.70	86.60	83.81	86.37
deltamethrin	115.99	92.33	101.87	103.40	100.72	97.67	95.76	98.05	93.45	90.16	86.87	90.16
fenvalerate	119.65	123.24	117.10	120.00	120.64	113.20	109.47	114.44	96.11	94.87	80.84	90.61
lamda cyhalothrin	127.11	96.38	96.38	106.63	97.78	104.76	92.19	98.24	85.91	84.51	83.11	84.51
permethrin	113.14	85.21	97.08	98.48	98.48	94.99	96.38	96.61	110.96	101.28	98.30	103.52

ตารางที่ 2 % recovery ของผลการทดสอบโดยใช้สารผสมตัวชะชนิด dichloromethane : hexane และ dichloromethane : acetone ในดินทราย ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 – 0.15 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

pesticide	dichloromethane : hexane (1:1)					dichloromethane :acetone (1:1)				
	rep 1	rep 2	rep 3	average	%RSD	rep 1	rep 2	rep 3	average	% RSD
<b>organophosphorus</b>										
chlorpyrifos	88.81	85.11	86.96	86.96	2.13	76.23	74.01	73.08	74.44	2.17
diazinon	109.39	89.39	104.68	101.15	10.34	85.86	91.74	82.33	86.65	5.49
EPN	90.46	95.27	88.54	91.43	3.80	95.27	88.54	80.84	88.22	8.19
ethion	90.59	92.74	91.66	91.66	1.18	87.35	80.88	84.12	84.12	3.85
malathion	130.63	109.30	114.64	118.19	9.39	109.30	85.00	85.31	93.20	14.96
methidathion	109.65	102.34	134.02	115.33	14.38	97.47	85.28	99.90	94.22	8.31
parathion methyl	124.64	111.69	106.83	114.38	8.05	100.36	82.55	97.12	93.34	10.16
pirimiphos methyl	102.76	96.34	77.07	92.06	14.52	89.92	96.34	77.07	87.78	11.18
profenofos	111.85	101.20	109.48	107.51	5.20	78.12	91.73	100.12	89.99	12.34
triazophos	83.91	90.20	100.69	91.60	9.26	95.00	90.00	100.53	95.18	5.53

<b>organochlorines</b>										
aldrin	81.67	86.81	81.67	83.38	3.56	76.52	70.09	76.84	74.49	5.11
alpha BHC	82.77	77.90	74.65	78.44	5.21	81.14	79.52	73.03	77.90	5.51
alpha endosulfan	85.45	80.80	84.60	83.62	2.96	79.95	76.99	77.83	78.26	1.95
beta endosulfan	83.15	79.49	84.97	82.54	3.38	83.60	79.49	83.15	82.08	2.75
dieldrin	90.82	78.48	88.18	85.82	7.57	86.41	74.95	82.00	81.12	7.13
endosulfan										
sulfate	79.58	77.36	78.25	78.39	1.43	90.25	88.03	88.92	89.06	1.26
endrin	89.12	84.23	83.94	85.76	3.39	91.99	89.12	90.27	90.46	1.60
gamma BHC	84.20	96.40	69.55	83.38	16.12	75.66	73.22	82.98	77.28	6.57
heptachlor	80.75	76.35	85.16	80.75	5.45	79.28	66.07	91.03	78.79	15.85
heptachlor										
epoxide	85.42	80.54	90.30	85.42	5.71	80.54	84.20	84.20	82.98	2.55
o,p'DDD	90.39	82.17	93.13	88.56	6.44	87.65	87.65	90.39	88.56	1.79
o,p'-DDE	87.58	81.47	91.65	86.90	5.90	83.50	105.91	95.72	95.04	11.80
o,p'-DDT	86.11	86.11	80.37	84.19	3.94	91.85	80.37	109.07	93.76	15.41
p,p'-DDD	79.72	92.12	79.72	83.85	8.54	97.43	81.49	109.83	96.25	14.76
p,p'-DDE	94.21	82.68	80.75	85.88	8.48	90.37	111.52	76.91	92.93	18.77
p,p'-DDT	78.77	96.27	76.58	83.87	12.87	96.27	90.80	91.89	92.99	3.11

<b>pyrethroids</b>										
bifenthrin	91.37	84.84	89.74	88.65	3.83	89.74	106.05	88.11	94.63	10.49
cyfluthrin	88.28	83.12	83.59	85.00	3.36	112.70	111.76	110.35	111.61	1.06
cypermethrin	89.09	81.67	86.62	85.79	4.41	113.43	108.07	109.31	110.27	2.55
deltamethrin	87.75	84.32	95.38	89.15	6.35	114.84	124.00	123.62	120.82	4.29
fenvalerate	96.07	93.83	80.50	90.14	9.34	112.32	122.88	95.32	110.17	12.62
lamda cyhalothrin	90.10	84.51	83.11	85.91	4.30	136.89	125.72	130.60	131.07	4.27
permethrin	90.10	85.21	89.40	88.23	3.00	105.46	111.75	102.67	106.63	4.36

ตารางที่ 3 % recovery ของผลการทดสอบโดยใช้สารผสมตัวชะชนิด acetone: hexane และ

acetonitrile : toluene ในดินทราย ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 – 0.15 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

pesticide	acetone : hexane (1:1)					acetonitrile : toluene (1:1)				
	rep 1	rep 2	rep 3	average	%RSD	rep 1	rep 2	rep 3	average	%RSD
<b>organophosphorus</b>										
chlorpyrifos	111.01	85.11	101.76	99.29	13.22	85.11	115.00	86.96	95.69	17.51
diazinon	99.98	90.57	99.98	96.84	5.61	89.39	98.80	82.33	90.17	9.16
EPN	95.27	83.73	81.80	86.93	8.38	98.16	98.16	105.86	100.73	4.41
ethion	99.21	81.96	92.74	91.30	9.55	118.62	81.96	105.68	102.09	18.21
malathion	93.31	109.30	98.64	100.42	8.11	125.30	132.23	135.96	131.17	4.13
methidathion	109.65	82.85	107.21	99.90	14.84	109.65	119.40	129.14	119.40	8.16
parathion methyl	67.98	90.64	90.64	83.09	15.75	100.36	100.36	103.59	101.44	1.84
pirimiphos methyl	77.07	100.25	78.56	85.29	15.21	89.92	102.76	109.18	100.62	9.75
profenofos	95.87	86.00	110.00	97.29	12.40	101.79	100.01	98.24	100.01	1.78
triazophos	64.12	62.93	65.26	64.10	1.82	115.38	113.28	106.99	111.88	3.90

<b>organochlorines</b>										
aldrin	78.45	75.24	82.31	78.67	4.50	69.45	64.95	79.74	71.38	10.62
alpha BHC	86.01	77.90	105.49	89.80	15.79	69.78	68.16	81.14	73.03	9.69
alpha endosulfan	84.60	79.10	85.87	83.19	4.32	70.64	66.84	66.41	67.96	3.43
beta endosulfan	83.60	79.04	77.66	80.10	3.88	69.44	66.70	70.35	68.83	2.76
dieldrin	84.65	76.71	81.12	80.83	4.92	72.30	71.42	74.07	72.60	1.86
endosulfan sulfate	77.36	76.47	80.02	77.95	2.37	66.69	65.80	67.58	66.69	1.33
endrin	95.15	84.23	81.93	87.10	8.11	76.47	73.02	72.16	73.88	3.09
gamma BHC	66.00	78.10	69.00	71.03	8.87	70.77	64.67	58.57	64.67	9.43
heptachlor	91.03	76.35	83.69	83.69	8.77	70.47	67.54	63.13	67.05	5.51
heptachlor epoxide	87.86	79.32	103.72	90.30	13.71	73.22	68.33	62.23	67.93	8.10
o,p'-DDD	95.86	87.65	82.17	88.56	7.78	76.69	71.21	79.43	75.78	5.52
o,p'-DDE	91.65	81.47	109.98	94.37	15.31	73.32	69.25	79.43	74.00	6.93
o,p'-DDT	91.85	80.37	97.59	89.93	9.75	74.63	74.63	97.59	82.28	16.11
p,p'-DDD	113.37	95.66	115.15	108.06	9.97	90.35	81.49	113.37	95.07	17.31
p,p'-DDE	94.21	84.60	90.37	89.73	5.39	78.83	74.99	76.91	76.91	2.50
p,p'-DDT	65.64	48.13	54.70	56.16	15.75	57.98	55.79	63.45	59.07	6.68
<b>pyrethroids</b>										
bifenthrin	68.53	70.16	79.95	72.88	8.48	75.05	71.79	89.74	78.86	12.12
cyfluthrin	76.90	76.26	65.00	72.72	9.20	77.48	72.32	86.87	78.89	9.35
cypermethrin	86.62	76.40	61.87	74.96	16.59	75.48	77.13	80.02	77.54	2.96
deltamethrin	62.57	79.00	69.00	70.19	11.79	74.40	79.74	76.69	76.94	3.48
fenvalerate2	72.98	75.22	71.49	73.23	2.56	93.09	78.36	63.30	78.25	19.03
lamda cyhalothrin	75.00	59.37	78.22	70.86	14.23	81.72	74.73	76.13	77.52	4.77
permethrin	76.00	71.94	67.05	71.66	6.25	74.03	85.23	107.56	88.94	19.19

ตารางที่ 4 % recovery ของผลการทดสอบโดยใช้สารผสมตัวชะชนิด dichloromethane : hexane ดินร่วนดินและดินเหนียว ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 – 0.15 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

pesticides	ดินร่วน					ดินเหนียว				
	rep1	rep2	rep3	average	% RSD	rep1	rep2	rep3	average	% RSD
<b>organophosphorus</b>										
chlorpyrifos	77.71	70.31	70.31	72.77	5.87	84.25	80.21	87.65	84.04	4.43
diazinon	123.07	110.25	120.28	117.87	5.72	110.21	95.24	87.2	97.55	11.97
EPN	84.69	76.99	82.76	81.48	4.92	80.25	70.63	65.35	72.08	10.48
ethion	115.36	116.47	127.25	119.69	5.49	120.56	118.26	121.56	120.13	1.41



malathion	113.24	101.24	107.56	107.35	5.59	114.85	95.2	85.21	98.42	15.32
methidathion	109.74	120.72	107.24	112.57	6.37	95.62	124.3	124.65	114.86	14.51
parathion methyl	124.36	112.01	107.25	114.54	7.71	119.52	119.63	120.28	119.81	0.34
pirimiphos methyl	125.69	113.02	112.58	117.10	6.36	112.01	100.32	121	111.11	9.33
profenofos	124.05	110.26	119.47	117.93	5.96	130.24	100.25	112.54	114.34	13.18
triazophos	76.34	65.24	68.54	70.04	8.14	65.35	72.25	73.01	70.20	6.01
<b>organochlorines</b>										
aldrin	106.75	96.46	102.89	102.03	5.09	100.62	92.25	100.36	97.74	4.87
alpha BHC	120.09	107.11	120.09	115.76	6.47	100.35	95.35	84.65	93.45	8.58
alpha endosulfan	107.45	95.60	101.52	101.52	5.83	101.32	92.12	84.35	92.60	9.17
beta endosulfan	120.36	115.13	124.26	119.92	3.82	96.35	114.24	105.24	105.28	8.50
dieldrin	111.10	98.76	109.34	106.40	6.28	68.21	67.53	75.28	70.34	6.10
endosulfan sulfate	117.37	104.03	112.92	111.44	6.09	112.38	103.26	98.76	104.80	6.62
endrin	114.24	117.24	113.20	114.89	1.83	104.36	104.57	113.24	107.39	4.72
gamma BHC	119.68	114.70	122.03	118.80	3.15	82.65	95.34	75.36	84.45	11.97
heptachlor	105.24	123.33	120.83	116.47	8.42	69.54	84.37	67.54	73.82	12.46
heptachlor epoxide	117.14	104.94	106.24	109.44	6.12	110.25	100.68	85.42	98.78	12.68
o,p'-DDE	118.13	101.83	117.65	112.54	8.24	110.62	100.25	124.12	111.66	10.72
o,p'-DDT	120.36	114.81	124.03	119.73	3.88	113.36	110.01	96.34	106.57	8.46
o,p'-TDE	113.69	124.39	118.56	118.88	4.51	110.25	98.63	114.25	107.71	7.53
p,p'-DDE	123.05	111.52	119.21	117.93	4.98	95.35	102.35	114.72	104.14	9.42
p,p'-DDT	114.36	123.35	120.36	119.36	3.84	120.35	110.24	114.26	114.95	4.43
p,p'-TDE	118.24	120.46	121.34	120.01	1.33	104.32	96.37	104.25	101.65	4.50
<b>pyrethroids</b>										
bifenthrin	117.47	104.42	107.68	109.86	6.18	98.64	104.42	95.36	99.47	4.61
cyfluthrin	102.37	89.22	100.49	97.36	7.30	102.37	89.22	100.49	97.36	7.30
deltamethrin	103.01	91.57	99.20	97.93	5.95	103.01	81.25	99.20	94.49	12.30
fenvalerate	108.73	99.79	104.26	104.26	4.29	101.13	108.65	92.35	100.71	8.10
lamda cyhalothrin	115.94	101.97	108.95	108.95	6.41	101.36	95.63	113.28	103.42	8.71
permethrin	103.37	92.19	96.38	97.31	5.80	103.37	92.19	96.38	97.31	5.80

## 9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

การพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์สารกำจัดแมลงกลุ่ม organophosphorus, organochlorines และ pyrethroids ในดิน โดยใช้เครื่อง Gas chromatography/Mass spectrometry พบว่าการใช้ ethyl acetate เป็นสารสกัด ผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อนด้วย SPE ชนิด carbon black ให้ผลการทดสอบของสารพิษส่วนใหญ่อยู่ในเกณฑ์กำหนด และสามารถยอมรับได้ รวมทั้งสามารถนำไปใช้ตรวจวิเคราะห์สารพิษทั้ง 3 กลุ่มนี้ ในตัวอย่างดินชนิดอื่น ๆ ได้

## 10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. ใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus, organochlorines และ pyrethroids ในดิน

ของกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร

2. เป็นข้อมูลสนับสนุนการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ เพื่อนำไปสู่การขอการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการในรายการทดสอบสารพิษกลุ่ม organophosphorus, organochlorines และ pyrethroids ในดิน

### 11. เอกสารอ้างอิง

- ประชาติปต์ย์ พงษ์ภิญโญ และปฏิมาภรณ์ สิ้นห์น้อย. 2552. การตรวจวิเคราะห์สารพาทกค้าง 53 ชนิด อย่างรวดเร็วด้วยวิธี QuEChERS โดยใช้ GC/MS-PTV Inlet. กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร, สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร.
- พนิดา ไชยยันต์บุรณ์และคณะ การพัฒนาเทคนิคการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม fungicide ในผักและผลไม้ โดยใช้ Gas Chromatograph/Mass Spectrometry. 2553. กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร, สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร.
- AMADEO R.FERNANDEZ ALBA. 2004. Chromatographic – Mass spectrometric Food Analysis for Trace Determination of Pesticide residues. Comprehensive Analytical Chemistry volume XLIII
- AOAC Official Method.1995. Organophosphorus Pesticide. General Multiresidue Method. 970.52
- AOAC Peer – Verified Methods. Nov. 1993.