

รายงานเรื่องเต็มผลการทดลองที่สิ้นสุด

1. ชุดโครงการวิจัย : วิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
2. โครงการวิจัย : การศึกษาเพื่อกำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้าง (MRL)
กิจกรรม : ศึกษาการสลายตัวของสารพิษตกค้างของวัตดูมีพิชในผลไม้เพื่อกำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้าง(MRL)
กิจกรรมย่อย (ถ้ามี) : -
3. ชื่อการทดลอง(ภาษาไทย) : วิจัยปริมาณสารพิษตกค้างของแลมปด้าไซฮาโลทรินในส้มเขียวหวานเพื่อกำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้าง(MRL) ครั้งที่3 และ 4
ชื่อการทดลอง(ภาษาอังกฤษ) : Residue Trial of L-cyhalothrin in tangerine to Establish Maximum Residue Limit (MRL) Trial III and IV

4. คณะผู้ดำเนินงาน

- หัวหน้าโครงการวิจัย : นางสาวลมัย ชูเกียรติวัฒนา กลุ่มวิจัยวัตดูมีพิชการเกษตร กปผ.
- หัวหน้าการทดลอง : นางสาวสมสมัย ปาลกุล กลุ่มวิจัยวัตดูมีพิชการเกษตร กปผ.
- ผู้ร่วมงาน : นายประชาติปัติย์ พงษ์ภิญโญ กลุ่มวิจัยวัตดูมีพิชการเกษตร กปผ.
นางสาวพรนภัส วิชานนธานนท์ กลุ่มวิจัยวัตดูมีพิชการเกษตร กปผ.
นางสาวเพชร เมินหา กลุ่มวิจัยวัตดูมีพิชการเกษตร กปผ.

5. บทคัดย่อ

: ศึกษาการสลายตัวของแลมปด้าไซฮาโลทรินในส้มเขียวหวานเพื่อกำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้าง โดยกำหนดการทดลองตามวิธีการศึกษาการใช้วัตดูมีพิชอย่างถูกต้องและปลอดภัย (Good Agricultural Practice) ทำการทดลองในแปลงเกษตรครั้งที่3 ณ ตำบลบึงขำอ้อ อำเภอหนองเสือ จังหวัดปทุมธานี ระหว่างวันที่ 17 ตุลาคม 2557 ถึง วันที่ 14 พฤศจิกายน 2557 และ ครั้งที่4 ณ ตำบลบึงบอน อำเภอหนองเสือ จังหวัดปทุมธานี ระหว่างวันที่ 21 พฤศจิกายน 2557 ถึงวันที่ 5 ธันวาคม 2557 โดยวางแผนการทดลองแบบ supervised trial แบ่งแปลงทดลองออกเป็น 2 แปลง คือแปลงควบคุม (ไม่ฉีดพ่นวัตดูมีพิช) และแปลงอัตราตามคำแนะนำ (15 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20ลิตร) มี 3 ซ้ำ (replication) และ 7 วิธีการ (treatment คือ วันเก็บเกี่ยว) ฉีดพ่นแลมปด้าไซฮาโลทริน(2.5% W/V) ในส้มเขียวหวานสัปดาห์ละ 1 ครั้ง จำนวน 3 ครั้ง ภายหลังจากฉีดพ่นครั้งสุดท้าย ทิ้งให้วัตดูมีพิชแห้งสนิท จึงเก็บเกี่ยวส้มเขียวหวานที่ระยะเวลา 0, 1, 3, 5, 7, 10 และ 14 วัน นำมาสกัดสารพิษตกค้างโดยวิธีทางเคมี และวิเคราะห์หาปริมาณสารพิษตกค้างของแลมปด้าไซฮาโลทรินด้วยเครื่อง GC-ECD ปรากฏผลการวิเคราะห์ดังนี้ ส้มเขียวหวานแปลงฉีดพ่นแลมปด้าไซฮาโลทรินครั้งที่3 พบสารพิษตกค้างในส้มเขียวหวาน ปริมาณสูงสุด 0.11, 0.08, 0.08, 0.08, 0.06, 0.06 และ 0.05 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมตามลำดับ และส้มเขียวหวานแปลงฉีดพ่นแลมปด้าไซฮาโลทริน ครั้งที่4 พบปริมาณสูงสุด 0.09, 0.07, 0.06, 0.05, 0.04, 0.04 และ 0.04 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมตามลำดับ สำหรับแปลงควบคุมตรวจไม่พบสารพิษตกค้าง Codex MRLและประเทศสหภาพยุโรป กำหนดค่าปลอดภัยของแลมปด้าไซฮาโลทรินในส้มเขียวหวาน เท่ากับ 0.2

มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ประเทศญี่ปุ่น กำหนดเท่ากับ 1.0 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม สำหรับประเทศไทยกำหนดค่า
ปลอดภัยของแลมบ์ดาไซฮาโลทรินในลำไย ลิ้นจี่ ทุเรียน และเงาะ เท่ากับ 0.5 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมและมะม่วง
เท่ากับ 0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ผลจากการทดลองนี้เมื่อเปรียบเทียบกับค่าปลอดภัยดังกล่าว จะเห็นได้ว่าสารพิษ
ตกค้างของแลมบ์ดาไซฮาโลทรินในส้มเขียวหวานทั้งสองการทดลองมีปริมาณต่ำกว่าค่าปลอดภัยที่กำหนด

จากการสำรวจเก็บตัวอย่างจากแหล่งจำหน่าย และแหล่งปลูกในจังหวัดต่างๆ ได้แก่ ราชบุรี นครปฐม
ปทุมธานี เชียงใหม่ พิษณุโลก กำแพงเพชร นนทบุรี และกรุงเทพมหานคร จำนวน 30 ตัวอย่าง ตรวจวิเคราะห์พบ
สารพิษตกค้างของวัตถุมีพิษ จำนวน 24 ชนิด ได้แก่ cypermethrin, chlorpyrifos, profenofos, ethion,
propargite, lambda-cyhalothrin, pyridaben, malathion, imidacloprid, diazinon, prochloraz,
carbendazim, spiromesifen, methidathion, dimethoate, myclobutanil, fenobucarb, imazalil,
hexythiazox, carbofuran, metalaxyl, endosulfan, hexaconazole และ spinosad พบปริมาณสารพิษ
ตกค้างอยู่ในระดับปลอดภัยเป็นส่วนใหญ่ ยกเว้น profenofos, diazinon, chlorpyrifos, lambda-cyhalothrin
ethion และ hexaconazole พบปริมาณสารพิษตกค้างเกินค่าปลอดภัย ร้อยละ 13, 10, 3, 3, 3 และ 3
ตามลำดับ (ตารางที่ 2)

Study of the residue trial for the determination of L-cyhalothrin residue on tangerine following
FAO/WHO Codex guideline to establish maximum residue limit. The study was conducted in a
tangerine plot for the 3rd and the 4th trial at Pathumthani Province during October to November, 2014
and November to December, 2014. The field trial was planned in Supervised Residue Trial and
consisted of 2 experiments which was control and pesticide application at recommended dose. Each
experiment was divided into 2 treatments with 3 replications. Application L-cyhalothrin (2.5% w/v)
used concentration as 15 mL/ 20L of water. After last application tangerine was collected from zero
day of treatment plots for analysis by GC-ECD. The following treatments which were 0, 1, 3, 5, 7, 10
and 14 days after last application were also carried out. The third trial had found residue at 0.11, 0.08,
0.08, 0.08, 0.06, 0.06 and 0.05 mg/kg. at 0, 1, 3, 5, 7, 10 and 14 days, respectively. The fourth trial had
found residue at 0.09, 0.07, 0.06, 0.05, 0.04, 0.04 and 0.04 mg/kg. at 0, 1, 3, 5, 7, 10 and 14 days after
last application, respectively. Residue was not detected at all in control experiment. Residue in the
tangerine were lower than Codex and Eu MRL and Japan MRL (L-cyhalothrin in tangerine = 0.2 and 1.0
mg/kg for Codex and Eu MRL and Japan MRL). Thailand MRL for longan, lychee, durian and rambutan
= 0.5 mg/kg mango = 0.2 mg/kg.

The monitoring study on pesticide residue in tangerine was also done with 30 samples
collected from the markets and orchard for pesticide residue analysis. The result indicated that these
samples were found pesticide residue of cypermethrin, chlorpyrifos, profenofos, ethion, propagite,
lambda-cyhalothrin, pyridaben, malathion, imidacloprid, diazinon, prochloraz, carbendazim,
spiromesifen, methidathion, dimethoate, myclobutanil, fenobucarb, imazalil, hexythiazox, carbofuran,
metalaxyl, endosulfan, hexaconazole and spinosad residue were lower than Codex MRL. The pesticide

residue of profenofos 13%, diazinon 10%, chlopyrifos 3%, lambda-cyhalothrin 3%, ethion 3% and hexaconazole 3% residue were higher than Codex and EU MRL.

Key - words: L-cyhalothrin, tangerine, residue

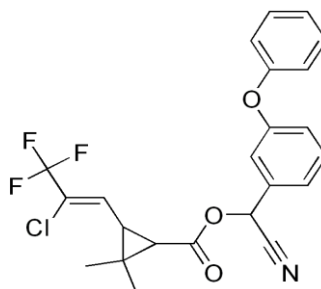
6. คำนำ

ส้มเขียวหวานเป็นไม้ผลกิ่งเมืองร้อนตระกูลส้ม สามารถปลูกและเจริญเติบโตได้ดีเกือบทุกภาคของประเทศไทย สำหรับส้มที่ปลูกในพื้นที่ที่อากาศเย็นโดยเฉพาะภาคเหนือ จะช่วยให้ผิวของผลส้มมีสีเหลืองเข้มมากขึ้น ซึ่งมีการปลูกในจังหวัดเชียงใหม่ เชียงราย แพร่ น่าน พะเยา เป็นส่วนใหญ่ เนื่องจากส้มชนิดต่างๆเป็นผลไม้ที่มีรสเปรี้ยวอมหวาน มีคุณค่าทางอาหารสูง คนไทยนิยมบริโภคกันทั่วไป ฉะนั้นเกษตรกรจึงผลิตส้มพันธุ์ต่างๆ เพื่อบริโภคภายในประเทศแล้วยังสามารถส่งออกจำหน่ายต่างประเทศปีละหลายสิบล้านบาท โดยมีตลาดส่วนใหญ่อยู่ในทวีปเอเชีย เช่น มาเลเซีย สิงคโปร์ ฮองกง อินโดนีเซีย และ กัมพูชา ฉะนั้นการผลิตส้มให้ได้ทั้งปริมาณและคุณภาพดีนั้นต้องมีการป้องกันกำจัดโรค แมลง และศัตรูพืชหลายชนิดที่เข้าทำลายก่อให้เกิดความเสียหายทำให้ผลผลิตลดลง และคุณภาพไม่เป็นที่ยอมรับของผู้บริโภคและตลาดผู้รับซื้อ ดังนั้นการผลิตให้ได้คุณภาพดีและเพิ่มปริมาณผลผลิตให้ได้ตามความต้องการของตลาดนั้น มีความจำเป็นต้องใช้วัตตุมิพิซ เพื่อป้องกันกำจัดโรคแมลงและศัตรูพืช ซึ่งเกษตรกรจะต้องมีความรู้ความเข้าใจการใช้สารเคมีอย่างเหมาะสม ถูกต้องตรงตามฉลากและปลอดภัย เพื่อไม่ให้เกิดปัญหาสารพิษตกค้างในผลผลิต ซึ่งเป็นปัจจัยหนึ่งส่งผลกระทบต่อสุขภาพของเกษตรกร ผู้บริโภค และการส่งออกจำหน่ายต่างประเทศ ตลอดจนส่งผลเสียต่อสิ่งแวดล้อม ตกค้างในดิน และปนเปื้อนในแหล่งน้ำ

แลมบ์ดาไซฮาโลทริน เป็นวัตตุมิพิซชนิดหนึ่งที่เกษตรกรชาวสวนส้มเขียวหวานใช้ในการป้องกันกำจัดเพลี้ยไก่แจ้ส้ม ซึ่งปัจจุบันประเทศไทยยังไม่มีข้อมูลเบื้องต้นด้านสารพิษตกค้างในผลส้ม จึงจำเป็นต้องทำการศึกษการสลายตัวของสารพิษตกค้างแลมบ์ดาไซฮาโลทรินในสภาพภูมิอากาศและพื้นที่ปลูกส้มในประเทศไทย โดยศึกษาตามวิธีการใช้วัตตุมิพิซอย่างถูกต้องและปลอดภัย ปฏิบัติตามมาตรฐานสากลที่องค์การ FAO กำหนด (FAO Guideline, 1990) จากการศึกษาทำให้ทราบค่าการสลายตัวของแลมบ์ดาไซฮาโลทรินในผลส้ม เพื่อนำไปใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานในการพิจารณากำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้างต่อไป

แลมบ์ดาไซฮาโลทริน(lambda-cyhalothrin) มีชื่อทางเคมี และสูตรโครงสร้างดังนี้

$[1\alpha(S^*),3\alpha(Z)]-(\pm)$ -cyano(3-phenoxyphenyl)methyl3-(2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propenyloxy)-2,2-dimethylcyclopropanecarboxylate



ภาพที่1 สูตรโครงสร้าง แลมบ์ดาไซฮาโลทริน

แลมปีดาไซฮาโลทรินเป็นสารกำจัดศัตรูพืช กลุ่มไพเรทรอยด์ (pyrethroid) ออกฤทธิ์ในทางสัมผัสและการกิน มีความเป็นพิษจัดอยู่ในระดับ Class II มีค่าLD₅₀ ของพิษเฉียบพลันทางปากต่อหนูทดลองเพศผู้ 79 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมและเพศเมีย 56 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม พิษเฉียบพลันทางผิวหนังและตาต่อหนู 632-696 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม (The pesticide Manual, 2006) และมีชื่อทางการค้าหลายชื่อ เช่น คาราเต้2.5 ไซฮาโลทริน แอล เป็นต้น

ประโยชน์ ใช้เป็นสารกำจัดแมลงศัตรูพืชชนิดต่างๆ เช่น เพลี้ยไก่อแจ้ หนอนกระทู้ผัก หนอนเจาะผักกวาง หนอนหน้าแมว หนอนเจาะสมอฝ้าย เพลี้ยไก่อ๊ฬา เพลี้ยไฟ เพลี้ยไฟพริก เพลี้ยจักจั่นมะม่วง เพลี้ยไก่อแจ้ทุเรียน เพลี้ยอ่อนหนอนทอใบงา มวนลำไย และหนอนเจาะยอด ซึ่งเข้าทำลายลำเขียวหวาน กระจับปี่ ถั่วเหลือง ถั่วเขียว กระถินข้าวฟ่าง ปาล์มน้ำมัน พืชตระกูลกะหล่ำ ลีนจี่ มะม่วง ทุเรียน เงาะ และงา สูตรผสมที่ใช้ในประเทศไทยคือ 2.5% W/V EC และ 5%W/V EC ซึ่งมีอัตราการใช้แตกต่างกันไปตามชนิดของพืช, แมลงและศัตรูพืช

7. วิธีดำเนินการ

7.1 อุปกรณ์

7.1.1. สารเคมีชนิดต่างๆ ได้แก่ acetone AR grade ,dichloromethane AR grade ,ethyl acetate PR grade, acetonitrile PR grade, hexane PR grade, sodium chloride (NaCl), sodium sulfate (Na₂SO₄) anhydrous, primary secondary amine (PSA), silicagel , magnesium sulfate anhydrous (MgSO₄), tri sodium citrate, disodium hydrogen citrate 1,5 hydrate, Graphitized carbon black(GCB), formic acid

7.1.2. สารมาตรฐานวัตถุที่มีพิษชนิดต่างๆ (Pesticide Standards) มีความบริสุทธิ์ 76 - 99 %

7.1.3. ผลิตภัณฑ์วัตถุที่มีพิษชนิดพ่นในแปลงทดลอง ได้แก่ แลมปีดาไซฮาโลทริน

7.1.4. เครื่องแก้วชนิดต่างๆ ได้แก่ บีกเกอร์ (beaker) กระบอกตวง (cylinder) กรวยแก้ว (funnel) ขวดแก้วก้นกลม (round bottom flask) ปิเปต (pipette) ขวดปรับปริมาตร (volumetric flask) ขวดตัวอย่าง (vial) ขวดมีฝาปิด(erlenmeyer flask) ขวดแก้ว (duran) หลอดหมุนเหวี่ยง(centrifuge tube)

7.1.5. เครื่องมือชนิดต่างๆ เช่น เครื่องบดตัวอย่าง เครื่องสกัดตัวอย่าง (ultra turrax) เครื่องลดปริมาตร สารละลาย เครื่องชั่งชนิดละเอียด 2, 4 และ 5 ตำแหน่ง เครื่องตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุที่มีพิษชนิด GC-MS, LC-MS/MS, GC –FPD/ECD

7.2 วิธีการ วางแผนการทดลอง Supervised Residue/Field Trial ปฏิบัติตามแนวของ FAO Guide lines (1990) ดังนี้

7.2.1. การเลือกสถานที่ สำรองพื้นที่ปลูกส้มเขียวหวานและสอบถามข้อมูลการใช้วัตถุที่มีพิษจากเกษตรกรเจ้าของสวนนั้นๆซึ่งจะต้องเลือกแปลงส้มเขียวหวานที่ไม่มีการใช้วัตถุที่มีพิษชนิดแลมปีดาไซฮาโลทรินและมีความเหมาะสมในการฉีดพ่นวัตถุที่มีพิษได้อย่างทั่วถึงและมีปริมาณผลผลิตเพียงพอต่อการเก็บเกี่ยวนำมาวิเคราะห์หาปริมาณสารพิษตกค้างจนเสร็จสิ้นการทดลอง นอกจากนี้เจ้าของสวนต้องยินยอมให้ความร่วมมือ และปฏิบัติตามคำแนะนำอย่างเคร่งครัด

7.2.2. การทดลอง (experiment) วางแผนการทดลอง แบบ Special design มี 2 การทดลอง

การทดลองที่ 1 แปลงควบคุม (Control) เป็นแปลงส้มเขียวหวานที่ฉีดพ่นด้วยน้ำเปล่า
การทดลองที่ 2 แปลง ที่ฉีดพ่นสารแลมปีดาไซฮาโลทรินตามคำแนะนำ (Recommended dose) บนฉลากผลิตภัณฑ์ ซึ่งแนะนำให้ใช้ 15 มิลลิลิตร ต่อน้ำ 20 ลิตร

7.2.3. จำนวนซ้ำ (replicates) แต่ละการทดลองทำ 3 ซ้ำ

7.2.4. วิธีการ (treatment) คือ ระยะเวลาเก็บเกี่ยวผลส้มที่ 0, 1, 3, 5, 7, 10 และ 14 วัน ภายหลังฉีดพ่นสารครั้งสุดท้าย รวมเป็น 7 ช่วงเวลา

7.2.5. การทำแปลงทดลอง

วางแผนทำแปลงทดลอง ครั้งที่ 3 และ 4 ณ แปลงส้มเขียวหวานของเกษตรกรตำบลบึงชำอ้อ และตำบลบึงบอน อำเภอหนองเสือ จังหวัดปทุมธานี โดยเลือกแปลงส้มเขียวหวานที่มีผลผลิตเพียงพอต่อการเก็บเกี่ยวนำมาวิเคราะห์ โดยคำนวณอัตราการใช้น้ำตามอายุของต้นคือต้นส้มมีอายุ 10 ปีต่อน้ำ 10 ลิตร เตรียมผสมแลมปีดาไซฮาโลทรินอัตรา 15 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20 ลิตร ฉีดพ่นให้ทั่วต้นส้มและทำการฉีดพ่นแลมปีดาไซฮาโลทริน 7 วันต่อครั้ง ติดต่อกันรวมเป็น 3 ครั้ง ดังนี้

วันที่ฉีดพ่นแลมปีดาไซฮาโลทรินในแปลงส้มเขียวหวานจังหวัดปทุมธานี

ครั้งที่	วันที่ฉีดพ่นแลมปีดาไซฮาโลทริน	
	ครั้งที่ 3 ต.บึงชำอ้อ	ครั้งที่ 4 ต.บึงบอน
1	17 ตุลาคม 2557	21 พฤศจิกายน 2557
2	24 ตุลาคม 2557	28 พฤศจิกายน 2557
3	31 ตุลาคม 2557	5 ธันวาคม 2557

7.2.6. สุ่มเก็บตัวอย่างจากแปลงทดลอง (Supervised Field Trial) เมื่อฉีดพ่นครั้งสุดท้ายและทิ้งไว้ประมาณ 2 ชั่วโมง เพื่อให้วัตถุพิษแห้ง สุ่มเก็บผลส้มเริ่มจากแปลงควบคุม และแปลงฉีดพ่นแลมปีดาไซฮาโลทรินเป็นตัวอย่างเก็บที่ 0 วัน และเก็บผลส้มในวันที่ 1, 3, 5, 7, 10 และ 14 วันรวมทั้งสิ้น 7 ครั้ง การเก็บตัวอย่างผลส้มทุกครั้งเก็บใส่ถุงพลาสติกบันทึกการข้างถุง และปิดปากถุงให้แน่นสนิท ซ้อนถุงอีก 1 ชั้น บรรจุแช่ในถังน้ำแข็ง เพื่อรักษาตัวอย่างไม่ให้เสื่อมสภาพเร็ว แล้วรีบนำเข้าสู่ห้องปฏิบัติการเพื่อทำการสกัดและวิเคราะห์

7.2.7. จากแหล่งปลูกและแหล่งจำหน่าย

สุ่มเก็บตัวอย่างจากแหล่งปลูกและแหล่งจำหน่ายที่มีพื้นที่ปลูกส้มเขียวหวาน จำนวน 30 ตัวอย่าง เก็บรักษาโดยบรรจุใส่ถุงพลาสติก ติดป้ายเขียนรายละเอียด ซ้อนถุงอีก 1 ชั้น ใส่ในน้ำแข็ง เพื่อรักษาตัวอย่างให้อยู่ในสภาพดี

7.2.8. วิธีการวิเคราะห์ ใช้วิธีวิเคราะห์รวม Multi-residue Method (MRM) ของ Steinwandter (1985) ที่ได้ดัดแปลงและศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการว่าสามารถวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุพิษทั้ง 4 กลุ่ม ซึ่งใน 4 กลุ่มนี้มี แลมปีดาไซฮาโลทริน รวมอยู่ด้วย และมีเปอร์เซ็นต์การหาค่ากลับคืน (% Recovery test) อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ คือ 70-110%

7.2.9. วิธีการสกัด

การสกัดตัวอย่างจากแปลงทดลอง ซึ่งตัวอย่างส้มเขียวหวาน 25 กรัมใส่ในขวดแก้ว เติม acetone AR grade 50 มิลลิลิตร. sodium chloride 8 กรัม และ dichloromethane AR grade 40 มิลลิลิตร. ปั่นที่ความเร็วสูงนาน 1 นาที เทสารละลายลงในขวดที่มีฝาปิด และเติม sodium sulfate 1 ซ้อนโต๊ะ เขย่าให้เข้ากัน ปิดฝา ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที แล้วกรองสารละลาย ผ่าน sodium sulfate 50 มิลลิลิตร.ลงในขวดกักกลขนาด 250 มิลลิลิตร. นำไปลดปริมาตรสารละลายโดยใช้เครื่อง Rotary evaporator อุณหภูมิ water bath 40 องศาเซลเซียส ลดปริมาตรจนแห้งพอดี และปรับปริมาตรด้วย ethyl acetate PR grade 5-10 มิลลิลิตร. ดูดสาร 1 มิลลิลิตร ผ่านการกำจัดสารปนเปื้อนและนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gas Liquid Chromatograph ชนิด Electron Capture Detector

7.2.10. การสกัดตัวอย่างจากแหล่งปลูกและแหล่งจำหน่าย วิเคราะห์วัตถุมีพิษจำนวน 4 กลุ่มได้แก่ ออร์กาโนฟอสฟอรัส ออร์กาโนคลอรีน ไพรีทรอยด์ และ คาร์บาเมท โดยใช้วิธีวิเคราะห์ Multi residue Method (MRM) ของ Steinwandter (1985) เช่นเดียวกับการสกัดตัวอย่างในแปลงทดลองแบ่งสารละลายเพื่อวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของวัตถุมีพิษด้วยเครื่อง GC-FPD และ GC-MS และแบ่งสารละลายผ่านขั้นตอนการกำจัดสารปนเปื้อนเพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-ECD และสกัดตัวอย่างโดยใช้วิธีวิเคราะห์วิธี QuEChERS, Anastassiades(2003)ซึ่งตัวอย่างส้ม 10 กรัมใส่ใน centrifuge tube เติม acetonitrile 10 มิลลิลิตร เขย่าด้วยมือ นาน 1 นาที และเติม tri sodium citratedihydrate 1 กรัม, di sodium hydrogen citrate 1,5 hydrate 0.5 กรัม, magnesium sulfate 4 กรัมและ sodium chloride 1 กรัม เขย่าด้วย Vortex mixture 1 นาที นำไป centrifuge นาน 2 นาที แบ่งสารละลายส่วนใสมา 5 มิลลิลิตร ใส่ใน centrifuge tube ขนาด 15 มิลลิลิตรกำจัดสิ่งปนเปื้อนด้วย PSA 0.125 กรัม และ MgSO₄ 0.75 กรัม GCB 0.05 กรัม ปิดฝาและเขย่าทันทีด้วย Vortex mixture 1 นาที นำไป centrifuge นาน 5 นาที แบ่งสารละลายส่วนใสมา 1 มิลลิลิตรใส่ขวด vial และเติม 5%Formic acid 10 ไมโครลิตรกรองผ่าน PTFE Syringe Filters ขนาด 0.2 ไมครอน เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง LC-MS/MS

7.2.11. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

การเตรียมสารละลายของสารมาตรฐานแลมบ์ดาไซฮาโลทรินความบริสุทธิ์ 98.5% ใน hexane ให้ได้ความเข้มข้นระดับ 1,000 ppm (1 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร) เป็น stock solution และเจือจาง stock solution ลง 10 เท่าด้วย hexane ได้สารละลายความเข้มข้นระดับ 100 ppm (100 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร) เป็น intermediate standard solution และเจือจางเป็นสารละลายความเข้มข้นระดับ 10 ppm (10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร) เตรียม working standard solution โดยการเจือจาง intermediate standard solution ด้วย hexane, PR grade ให้มีความเข้มข้น 0.05, 0.1, 0.5, 0.7 และ 1.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับฉีดเข้าเครื่อง GC-ECD เพื่อทำ calibration curve

การเตรียมสารมาตรฐานของวัตถุมีพิษ สำหรับวิเคราะห์ส้มจากแหล่งจำหน่าย เตรียมสารมาตรฐานวัตถุมีพิษชนิดต่างๆมีความบริสุทธิ์ 76-99 % ละลายด้วย สารละลายที่เหมาะสม ระดับความเข้มข้น 1000 ppm (1 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร) เป็น stock standard solution และเจือจาง stock solution ลง 10 เท่าด้วย สารละลายที่เหมาะสม ได้สารละลายความเข้มข้นระดับ 100 ppm (100 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร) เป็น

intermediate standard solution และ เตรียมสารมาตรฐานวัตถุที่มีพิษผสมระดับความเข้มข้นที่ใช้งานตามความเหมาะสมของเครื่องวิเคราะห์ชนิดนั้นๆ

7.2.12. การวิเคราะห์สารพิษตกค้าง

- การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง LC-MS/MS ปรับสภาวะการทำงานดังนี้

Column: Kinetex XB-C18 100A (2.6 μ m) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.1 มิลลิเมตร

ยาว 100 มิลลิเมตร Column flow : 0.3 ml/min Run time: 15 min

Detector: MS QQQ

Injection volume: 5 ไมโครลิตร

Solvent A : 5mM AF 0.01% Formic acid 80% Solvent B : ACN 20%

- การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC ปรับสภาวะการทำงานดังนี้

GC-ECD Column : capillary column DB-1 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร

ยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม 0.25 ไมโครเมตร

Temperature: oven 80 $^{\circ}$ C (1 min) ;15 $^{\circ}$ C/min to 180 $^{\circ}$ C(4 min) ;23 $^{\circ}$ C/min to

250 $^{\circ}$ C(20.3min) Run time : 35 min

Injector: splitless mode: 250 $^{\circ}$ C Detector: 300 $^{\circ}$ C

Carrier gas: He 1.7 ml/min makeup gas: N₂ combined flow = 60 ml/min

GC-FPD Column : capillary column DB-5.625 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร

ยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม 0.25 ไมโครเมตร

Temperature: oven 80 $^{\circ}$ C (1 min) ;15 $^{\circ}$ C/min to 180 $^{\circ}$ C(4min) ;23 $^{\circ}$ C/min to

250 $^{\circ}$ C(20.3min) Run time : 35 min

Injector: splitless mode: 250 $^{\circ}$ C Detector: 250 $^{\circ}$ C

Carrier gas: He 2 ml/min, H₂ =150 ml/min, Air=110ml/min,

Makeup gas: N₂ = 60ml/min

7.3.เวลาและสถานที่ดำเนินการ

- ตุลาคม 2557 – กันยายน 2558
- ตำบลบึงชำอ้อ และ ตำบลบึงบอน อำเภอหนองเสือ จังหวัดปทุมธานี
- ห้องปฏิบัติการ กลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตร กปผ.

8.ผลการทดลองและวิจารณ์

การศึกษาการสลายตัวของจากการทดลองครั้งที่ 3 ณ แปลงเกษตรกร ตำบลบึงชำอ้อ อำเภอหนองเสือ จังหวัดปทุมธานี ระหว่างวันที่ 17 ตุลาคม 2557 ถึง วันที่ 14 พฤศจิกายน 2557 เมื่อฉีดพ่นแลมปีดาไซฮาโลทริน ในแปลงส้ม ใช้อัตราตามคำแนะนำ (15 มิลลิกรัมต่อน้ำ 20 ลิตร) ทุกๆ 7 วันต่อครั้ง จำนวน 3 ครั้ง ติดต่อกัน พบ สารพิษตกค้างในผลส้มปริมาณสูงสุด 0.11, 0.08, 0.08, 0.08, 0.06, 0.06 และ 0.05 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ภายหลังจากฉีดพ่นครั้งสุดท้าย ในวันที่ 0, 1, 3, 5, 7, 10 และ 14 วัน ตามลำดับ (ตารางที่ 1) จากการวิเคราะห์

ทางสถิติหาค่า correlation ในผลส้มได้ค่า $R^2 = 0.769$ และสมการ $y = 0.0894e^{-0.042x}$ พบว่ามีอัตราการสลายตัว 0.042 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมต่อวัน (ภาพที่ 1) แปลงควบคุมตรวจไม่พบสารพิษตกค้าง

จากการทดลองครั้งที่ 4 ณ แปลงเกษตรกร ตำบลบึงบอน อำเภอหนองเสือ จังหวัดปทุมธานี ระหว่างวันที่ 21 พฤศจิกายน 2557 ถึงวันที่ 5 ธันวาคม 2557 ใช้อัตราตามคำแนะนำ (15 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20 ลิตร) ทุกๆ 7 วัน ต่อครั้ง จำนวน 3 ครั้ง ติดต่อกัน พบสารพิษตกค้างในผลส้มปริมาณสูงสุด 0.09, 0.07, 0.06, 0.05, 0.04, 0.04 และ 0.04 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ภายหลังจากฉีดพ่นครั้งสุดท้าย ในวันที่ 0, 1, 3, 5, 7, 10 และ 14 วัน ตามลำดับ (ตารางที่ 1) จากการวิเคราะห์ทางสถิติหาค่า correlation ในผลส้มได้ค่า $R^2 = 0.874$ และสมการ $y = 0.0746e^{-0.054x}$ พบว่ามีอัตราการสลายตัว 0.054 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมต่อวัน (ภาพที่ 2) แปลงควบคุมตรวจไม่พบสารพิษตกค้าง จะเห็นได้ว่าสารพิษตกค้างของแลมปต้าไฮฮาโลทรินในผลส้มภายหลังจากการฉีดพ่นแล้ว 7 วันของทั้งสองการทดลองมีปริมาณต่ำกว่าค่าปลอดภัยที่ Codex MRL สหภาพยุโรปและประเทศญี่ปุ่นกำหนดในผลส้มเท่ากับ 0.2 และ 1.0 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม สำหรับ ประเทศไทยกำหนดค่าปลอดภัยแลมปต้าไฮฮาโลทรินในลีนี่ ลำไย ทุเรียน และเงาะ เท่ากับ 0.5 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และมะม่วงเท่ากับ 0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

จากการสำรวจเก็บตัวอย่างส้มเขียวหวานจากแหล่งจำหน่าย และแหล่งปลูกในจังหวัดต่างๆ ได้แก่ ราชบุรี นครปฐม ปทุมธานี เชียงใหม่ พิชญ์โลก กำแพงเพชร นนทบุรี และกรุงเทพมหานคร จำนวน 30 ตัวอย่าง ตรวจพบสารพิษตกค้างของวัฏมีพิช จำนวน 24 ชนิด ได้แก่ cypermethrin, chlorpyrifos, profenofos, ethion, propargite, lambda-cyhalothrin, pyridaben, malathion, imidacloprid, diazinon, prochloraz, carbendazim, spiromesifen, methidathion, dimethoate, myclobutanil, fenobucarb, imazalil, hexythiazox, carbofuran, metalaxyl, endosulfan, hexaconazole และ spinosad พบปริมาณสารพิษตกค้างอยู่ในระดับปลอดภัยเป็นส่วนใหญ่ ยกเว้น profenofos, diazinon, chlorpyrifos, lambda-cyhalothrin ethion และ hexaconazole พบปริมาณสารพิษตกค้างเกินค่าปลอดภัย ร้อยละ 13, 10, 3, 3, 3 และ 3 ตามลำดับ (ตารางที่ 2)

9.สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

ปัจจุบัน Codex MRL และประเทศสหภาพยุโรปกำหนดค่าปลอดภัยของแลมปต้าไฮฮาโลทรินในผลส้ม เท่ากับ 0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และประเทศญี่ปุ่น 1.0 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม สำหรับประเทศไทยกำหนดค่า ปลอดภัยของแลมปต้าไฮฮาโลทรินในลีนี่ ลำไย ทุเรียน และ เงาะเท่ากับ 0.5 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมและมะม่วง เท่ากับ 0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ค่าปลอดภัยนี้เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับค่าที่ได้จากการทดลองทั้งสองการทดลอง แสดงให้เห็นว่า ผลส้มฉีดพ่นแลมปต้าไฮฮาโลทรินอัตราตามคำแนะนำ พบปริมาณสารพิษตกค้างต่ำกว่าค่า ปลอดภัยที่กำหนด ข้อมูลที่ได้จากการศึกษานี้สามารถแนะนำให้เกษตรกรทราบและนำไปปฏิบัติในแปลง ส้มเขียวหวานได้อย่างถูกต้องและเหมาะสม

10.การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. ข้อมูลที่ได้จากการศึกษา Supervised residue trial ในส้มเขียวหวานและข้อมูลการวิเคราะห์ ตัวอย่างส้มเขียวหวานจากแหล่งจำหน่ายและแหล่งปลูก สามารถนำเสนอต่อสำนักงานมาตรฐานสินค้าเกษตรและ

อาหารซึ่งเป็นหน่วยงานประสานส่งข้อมูลเสนอการประชุม Asean MRL และ Codex MRL เพื่อพิจารณา กำหนดค่าปริมาณสูงสุดของแลมบ์ดาไซฮาโลทรินในส้ม สำหรับใช้เป็นค่ามาตรฐานสากลในการซื้อขายสินค้าส่งไป จำหน่ายต่างประเทศ และคุ้มครองผู้บริโภคภายในประเทศ

2. การทดลองSupervised residue trial ของแลมบ์ดาไซฮาโลทรินใช้ฉีดพ่นในแปลงส้มตามสภาพพื้นที่ ที่มีภูมิอากาศของประเทศไทย ทำให้ทราบค่าการสลายตัวของแลมบ์ดาไซฮาโลทรินที่แท้จริง และสามารถนำไป ตรวจสอบการกำหนดค่า PHI ที่บริษัทผู้ผลิตแนะนำไว้บนฉลากข้างขวด ซึ่งข้อมูลจากการศึกษานี้ สามารถนำไป พิจารณาเปลี่ยนแปลงแก้ไข ค่าแนะนำบนฉลากข้างขวดได้ตามความเหมาะสม

3. ข้อมูลนี้สามารถนำไปแนะนำเกษตรกรใช้วัตถุมีพิษฉีดพ่นแปลงส้มเขียนหวานได้อย่างถูกต้องเหมาะสม และปลอดภัยต่อผู้ใช้ ทำให้ไม่มีปัญหาด้านสารพิษตกค้างและไม่ส่งผลกระทบต่อสุขภาพอนามัยผู้บริโภค

4. ข้อมูลจากการทดลองนี้นำไปเผยแพร่ในการประชุมวิชาการประจำปี ของกรมวิชาการเกษตร ข้าราชการ นิสิต นักศึกษา และประชาชนทั่วไป เพื่อให้รับทราบผลการใช้วัตถุมีพิษอย่างไม่ถูกต้องและไม่เหมาะสม นั้น ก่อให้เกิดปัญหาระบาดพิษตกค้างในส้มได้ และใช้เป็นข้อมูลประกอบการพิจารณามาตรการแก้ไขและป้องกันการ เกิดปัญหาระบาดพิษตกค้างของวัตถุมีพิษในผลิตผลการเกษตร

11. คำขอขอบคุณ (ถ้ามี)

12. เอกสารอ้างอิง

นิรนาม, 2556 มาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ มก. อช.9002-2556, สารพิษตกค้าง, ปริมาณ สารพิษตกค้างสูงสุด สำนักงานมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ กระทรวงเกษตรและสหกรณ์

Anonymous, 2014. Codex Alimentarius Commission, List of Maximum Residue Limits for Pesticide Residue in Food and Animal Feeds.

Anonymous, 2006. Maximum Residue Limits Under Positive List System Food Sanitation Law:Japan

FAO, 1990. Guideline on Producing Pesticide Residue Data from Supervised Trial. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Rome

M. Anastassiades, S. J. Lehotay, D.Stajnbaher, F.J. Schenck., 2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce, J. AOAC Int., 86, 412-431.

Steinwandter H, 1985. Universal 5 Min on – line Method for Extracting and Isolating Pesticide Residues and Industrial Chemicals. Fresenius Z. Anal. Chem. (1985) 322 : 752-754

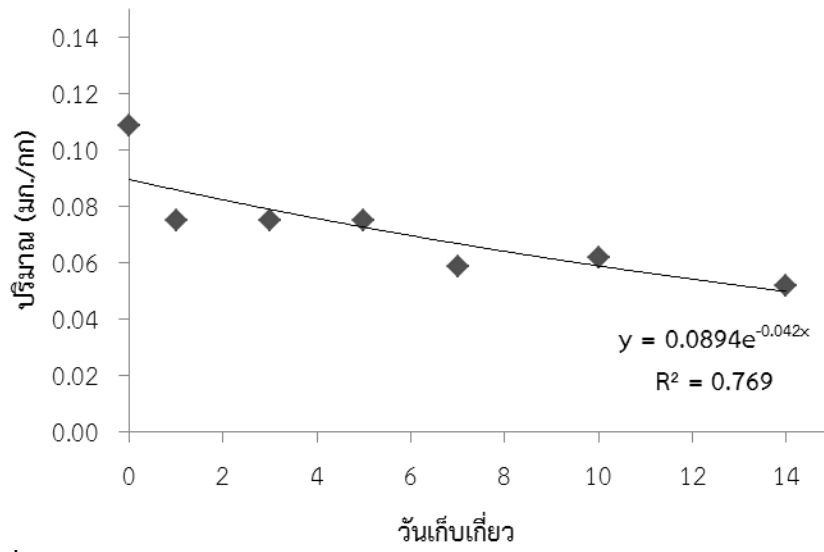
ตารางที่ 1 ปริมาณสารพิษตกค้างของแลมปีดาไซฮาโลทรินในส้มเขียวหวานอัตราตามคำแนะนำ
(15 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20 ลิตร) การทดลองครั้งที่ 3 และ 4

วันที่เก็บ เกี่ยว	ปริมาณสารพิษตกค้าง อัตราตามคำแนะนำ (มก./กก.)							
	การทดลองครั้งที่ 3				การทดลองครั้งที่ 4			
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ค่าเฉลี่ย	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ค่าเฉลี่ย
0	0.13	0.10	0.10	0.11	0.10	0.09	0.08	0.09
1	0.08	0.08	0.07	0.08	0.07	0.07	0.07	0.07
3	0.10	0.06	0.08	0.08	0.04	0.07	0.07	0.06
5	0.09	0.07	0.07	0.08	0.04	0.06	0.05	0.05
7	0.06	0.07	0.05	0.06	0.03	0.06	0.05	0.04
10	0.08	0.06	0.06	0.06	0.03	0.05	0.05	0.04
14	0.05	0.06	0.05	0.05	0.03	0.05	0.04	0.04

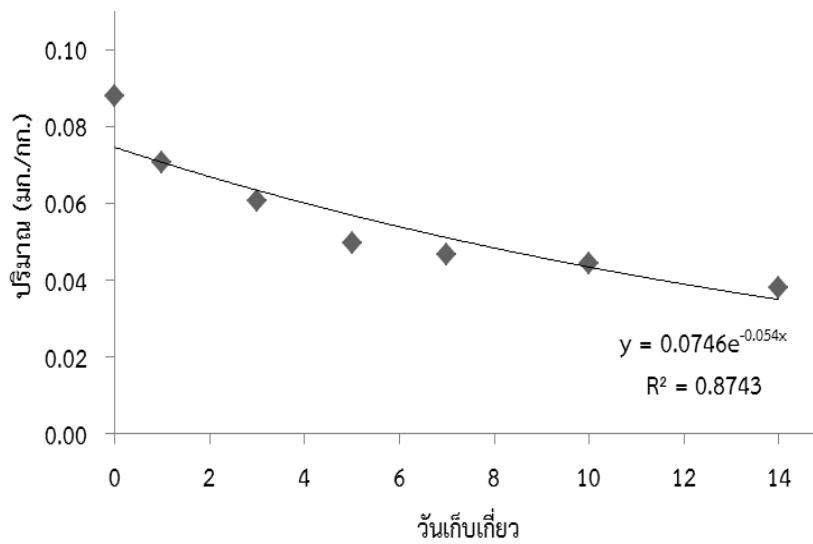
ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างส้มเขียวหวานจากแหล่งจำหน่าย จำนวน 30 ตัวอย่าง

ลำดับ	ชนิดวัตถุมีพิษ	ตัวอย่างที่พบ		ปริมาณสารพิษตกค้าง (มก./กก.)	ตัวอย่างเกินค่าปลอดภัย		ค่าปลอดภัย			
		จำนวน	ร้อยละ		จำนวน	ร้อยละ	Codex	EU	Japan	Thai
1	cypermethrin	22	73	0.01-0.42	-	-	2	2	2	2
2	chlorpyrifos	19	63	0.01-0.65	1	3	1	0.3	1	1*,2*
3	profenofos	14	47	0.01-0.34	4	13	-	0.05	0.05	0.1
4	ethion	13	43	0.01-2.43	1	3	-	0.01	5	2
5	propargite	13	43	0.01-0.55	-	-	3.0	-	3.0	-
6	lambda cyhalothrin	10	33	0.01-0.79	1	3	0.2*	0.2	1	0.2*, 0.5*
7	pyridaben	9	30	0.01-0.08	-	-	-	0.5	2	-
8	malathion	7	23	0.01-0.54	-	-	7	0.02	4	7
9	imidacloprid	6	20	0.03-0.30	-	-	1.0	1.0	1.0	1.0
10	diazinon	6	20	0.04-0.26	3	10	0.1*,0.3*	0.01	0.1	-
11	prochloraz	5	17	0.01-0.38	-	-	10	-	5.0	-
12	carbendazim	5	17	0.02-0.03	-	-	1.0	0.2	3	-
13	spiromesifen	4	13	0.01-0.07	-	-	-	0.02	-	-
14	methidathion	3	10	0.01-0.25	-	-	2	5	5	0.5
15	dimethoate	2	7	0.15-0.33	-	-	5	0.02	2	5
16	fenobucarb	2	7	0.06-0.09	-	-	-	-	7	-
17	myclobutanil	2	7	0.01	-	-	1*,3*	-	3	-
18	imazalil	2	7	0.02-0.03	-	-	5.0	5.0	5.0	-
19	hexythiazox	2	7	0.02-0.03	-	-	0.5	1.0	2.0	-
20	carbofuran	1	3	0.02	-	-	0.5	0.01	0.3	0.02
21	metalaxyl	1	3	0.01	-	-	5	0.5	1	5
22	endosulfan	1	3	0.08	-	-	0.5*,2*	0.05	0.5	-
23	hexaconazole	1	3	0.05	1	3	-	0.01	0.02	-
24	spinosad	1	3	0.06	-	-	0.3	0.3	0.3	-

* ค่าMRL ของไม้ผลชนิดอื่น



ภาพที่ 1 แสดงแนวโน้มการสลายตัวของแลมปีดาไซฮาโลทรินในส้มเขียวหวาน ครั้งที่ 3



ภาพที่ 2 แสดงแนวโน้มการสลายตัวของแลมปีดาไซฮาโลทรินในส้มเขียวหวาน ครั้งที่ 4