

**Thesis Title** Development of Analytical Procedures for Determining Organophosphorus Insecticide Residues in Vegetables Using Solid Phase Microextraction and Gas Chromatography

**Author** Miss Sasithorn Tantong

**Degree** Doctor of Philosophy (Pharmacy)

**Thesis Advisory Committee**

Asst.Prof.Dr. Surapol Natakankitkul Chairperson

Assoc.Prof.Dr. Nuchnart Jonglakha Member

Assoc.Prof.Dr. Prachya Kongtawelert Member

**ABSTRACT**

Analysis of organophosphorus (OPPs) insecticide residues in vegetables by using solvent extraction and chromatography is well accepted as an international standard method. But this method takes a lot of organic solvents and leaves much hazardous waste to the environment. Recently, solid phase microextraction (SPME) and gas chromatography (GC) has been recognized as a suitable method which can solve all the mentioned problems. In this study, SPME was prepared by hydrolysis and polycondensation with octadecylsiloxane (ODS) on fused silica fiber. The efficacy of extraction by SPME-ODS was compared with available commercial SPME fibers and the standard GC-FPD analytical method. Results

showed that the optimum conditions for analysis of OPPs using SPME/ GC with DB-1 capillary column at 30 m x 0.32 mm I.D., 1  $\mu$ m film thickness, the optimum temperature program started with 80°C for 30 sec then increased to 300°C after injection at the rate of 30°C/min, the temperatures of GC injector port and PFPD detector were 250°C and 300°C. One gram of blended vegetable sample in 200 ml of ultra pure water had been shaken for 2 hrs and centrifuged for 2 min, then using ODS fiber to immerse in 1 ml of the aqueous extract for 30 min at room temperature. The analytes were desorbed for 4 mins at GC injector port. The optimal conditions were then used for determining the following insecticides; chlorpyrifos, methylparathion, profenofos and prothiofos standard mixtures spiked in vegetable samples. The percentage recoveries were 99.80%, 101.51%, 104.03% and 106.52% with RSD 9.42%, 6.46%, 7.73% and 3.96%, respectively. The detection limits were 5.00, 40.00, 5.00 and 50.00  $\mu$ g/l, respectively. The precision of the insecticides determination using ODS was not significantly different from using commercial coated fibers. The ODS developed in this study was found as effective as polyacralate (PAC) (1.43-5.56 %RSD).

Analysis of mevinphos, methylparathion, prothiofos and profenofos spiked in tomato samples using SPME /GC-PFPD compared with using AOAC was found no statistical difference in percentage of recoveries.

It can be concluded that the development of SPME/GC-PFPD in this study was suitable for analysis of organophosphorus insecticides; the method is simple, uses less time, no complicate extraction, without using organic solvent.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การพัฒนาการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณสารฆ่าแมลงกลุ่ม

ออร์กาโนฟอสฟอรัสที่ตกค้างในผักโดยใช้เทคนิค

โซลิดเฟสไมโครเอ็กซ์แทรกชันและแก๊สโครมาโทกราฟี

ผู้เขียน

นางสาวศศิธร แทนทอง

ปริญญา

วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (เภสัชศาสตร์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผศ. ดร. สุรพล นธการกิจกุล ประธานกรรมการ

รศ. ดร. นุชนารถ จงเลขา

กรรมการ

รศ. ดร. ปรัชญา คงทวีเลิศ

กรรมการ

บทคัดย่อ

การวิเคราะห์สารฆ่าแมลงกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส (OPPs) ที่ตกค้างในผักโดยการสกัด

ด้วยสารละลายอินทรีย์และวิธีวิเคราะห์ทางโครมาโทกราฟีเป็นที่ยอมรับในระดับสากล แต่วิธี

วิเคราะห์ดังกล่าวจำเป็นต้องใช้สารละลายอินทรีย์จำนวนมากและทิ้งของเสียที่เป็นอันตรายต่อ

สิ่งแวดล้อม เมื่อไม่นานมานี้วิธีการสกัดด้วยโซลิดเฟสไมโครเอ็กซ์แทรกชัน (SPME) ก่อนฉีดเข้า

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) ได้รับการยอมรับว่าเหมาะสมสำหรับงานวิเคราะห์และสามารถ

แก้ปัญหาดังกล่าวได้ ในการศึกษาครั้งนี้ได้พัฒนา SPME โดยนำเส้นใยฟิวซิลิกาผ่าน

ขบวนการไฮโดรไลซิส (hydrolysis) และโพลีคอนเดนเซชัน (polycondensation) ของออกทเดซิล

ไซลออกเซน (octadecylsiloxane, ODS) บนผิวของฟิวซิลิกา แล้วเปรียบเทียบประสิทธิภาพการสกัด

ODS กับ SPME ที่จำหน่ายในท้องตลาดและวิธีวิเคราะห์มาตรฐาน GC-FPD ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าสภาวะเหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์สาร OPPs ด้วย SPME/GC โดยใช้คอลัมน์แคปิลารี ขนาด 30 ม. x 0.32 มม. เคลือบด้วย DB-1 ความหนา 1 ไมครอน ปรับอุณหภูมิของคอลัมน์เริ่มต้น 80 °ซ. เป็นเวลา 30 วินาที หลังการฉีดแล้วเพิ่มเป็น 300 °ซ. ที่อัตรา 30°ซ. ต่อนาที อุณหภูมิของตำแหน่งฉีดและ ตัวตรวจวัดชนิด PFPD เท่ากับ 250°ซ. และ 300 °ซ. นำตัวอย่างผักบดละเอียด 1 กรัม ในน้ำบริสุทธิ์ 200 มล. เขย่า 2 ชั่วโมง ปั่นด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง ความเร็วสูงเป็นเวลา 2 นาที นำเส้นใย ODS จุ่มในสารละลายสกัดผัก 1 มล. เป็นเวลา 30 นาทีที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นฉีดสารตัวอย่างเข้าเครื่อง GC ใช้เวลาคาย 4 นาที ที่ตำแหน่งฉีด สภาวะที่เหมาะสมสำหรับตรวจสอบมาตรฐานฆ่าแมลงต่อไปนี้ คลอไพริฟอส เมทิลพาราไทออน โพรพิโนฟอส และโปรไทโอฟอส ที่เติมในตัวอย่างผัก เป็นค่าร้อยละการกลับคืน 99.80, 101.51, 104.03 และ 106.52 กับค่าร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 9.42, 6.46, 7.73 และ 3.96 ตามลำดับ ปริมาณต่ำสุดที่วัดได้ 5.00, 40.00, 5.00 และ 50.00 มก./ล. ตามลำดับ ความแม่นยำของการตรวจวัดสารฆ่าแมลงโดยใช้ ODS ไม่แตกต่างทางสถิติจากการใช้ SPME ที่มีจำหน่ายในท้องตลาด ODS ที่พัฒนาขึ้นในการศึกษานี้มีประสิทธิภาพดีพอๆกับโพลิอะคราเลต (PAC) (1.43-5.56

%RSD)

การวิเคราะห์เมวินฟอส เมทิลพาราไทออน โปรไทโอฟอส และโปรพิโนฟอส ที่เติมในมะเขือเทศโดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ด้วยวิธี SPME/ GC – PFPD กับวิธีเอโอเอซี (AOAC) พบว่าไม่แตกต่างกันทางสถิติในค่าร้อยละการกลับคืน

สรุปได้ว่าการพัฒนาวิธี SPME/ GC – PFPD ในการศึกษานี้เป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์สารฆ่าแมลงกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส เพราะเป็นวิธีที่ง่ายกว่า ใช้เวลาน้อยกว่า การสกัดไม่ยุ่งยาก และไม่ใช้ตัวทำละลายอินทรีย์