

Thesis Title	Determination of Methomyl, Carbofuran and Carboxin Residues in Cabbages for Human Risk Assessment	
Author	Miss Khin Lay Zan	
Degree	Master of Science (Environmental Science)	
Thesis Advisory Committee	Assist. Prof. Dr. Somporn Chantara	Chairperson
	Lecturer Dr. Urai Tengjaroenkul	Member

ABSTRACT

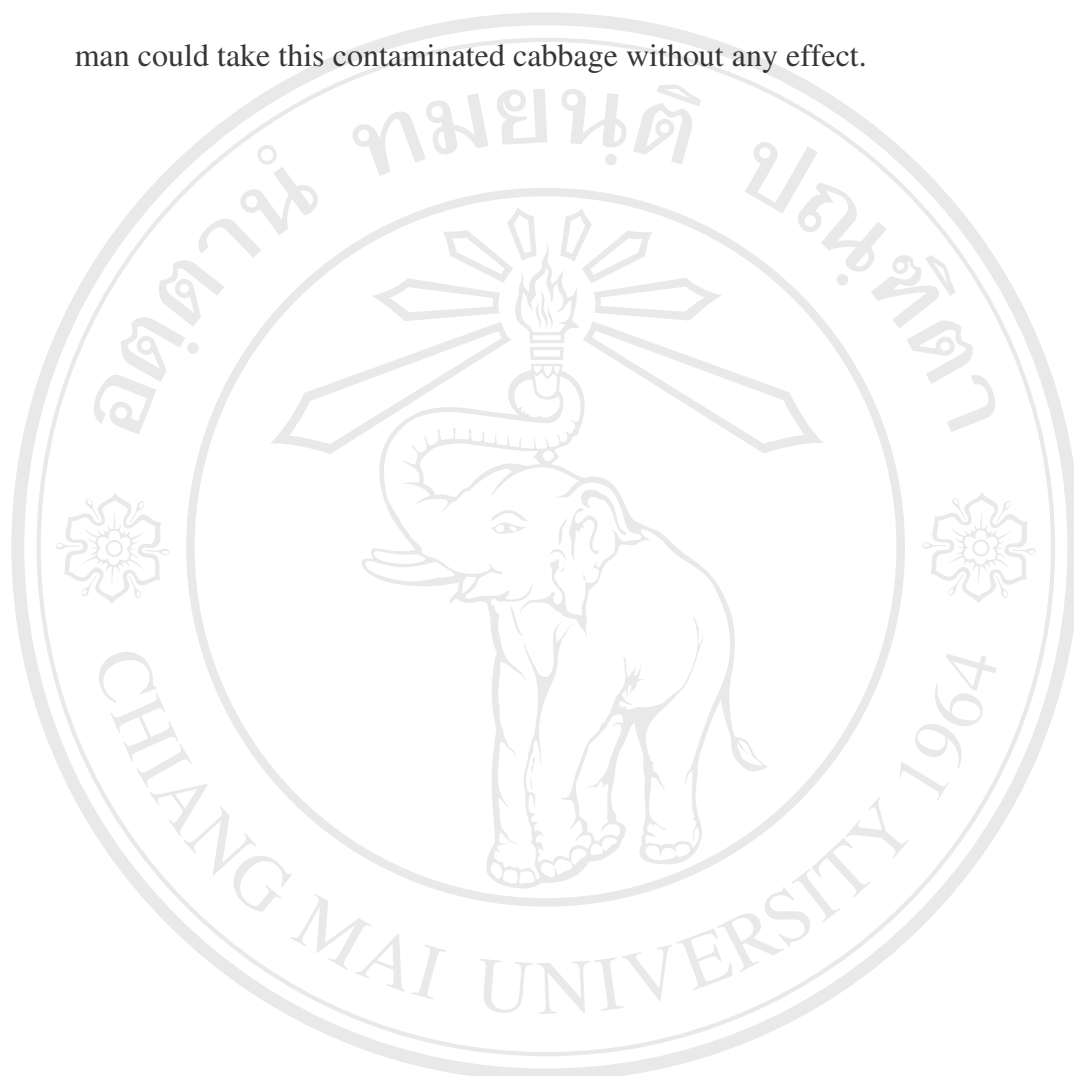
A study was undertaken to develop a method for methomyl, carbofuran and carboxin residues analysis by HPLC, determine the level of residues in cabbages (*Brassica oleracea* L. cv. white headed cabbage cruciferae) and assess human risk from consuming these vegetable contaminated by those mentioned pesticides. Samples were extracted with ethyl acetate solvent followed by solid phase extraction (SPE) for clean up procedure. The optimum condition was achieved by florisil sorbent SPE employing 3 ml of 70% ACN/ H₂O as eluting solvent. Percent recoveries were obtained in the range of 87.1% – 106.4 % at 0.5, and 1.0 ppm fortification levels with the standard deviations in the range of 1.5 to 3.2.

The analytes were separated by reversed phase C₁₈ column of 4.0 x 125 mm and 5 micron particle diameters equipped with HPLC-UV detection employing with mobile phase 40% ACN/ H₂O at 0.8 ml/min of the flow rate. Detection wavelength

was performed at 233 nm. Precision of the analysis was tested in terms of reproducibility and repeatability and good values were obtained. Good linearity of the response was obtained with linear determination coefficients higher than 0.9962. The lower limit of detection (LOD) values in the range of 0.02 to 0.06 $\mu\text{g/ml}$ and lower limit of quantification (LOQ) values in the range of 0.08 to 0.18 $\mu\text{g/ml}$ were obtained. In this experiment, even though the optimum conditions were developed for all analyte compounds, polar pesticide likes methomyl in the sample extract could not be detected because of serious interference of the high background of the matrix. It was necessary to get adequate separation and resolution between back ground peaks and analyte compounds. Therefore, HPLC condition was further optimized. The mobile phase used was 25 % ACN/ H₂O at 0.8 ml/min of the flow rate and detection wavelength at 205 nm. Good percent recoveries, which were $94.7\% \pm 0.7$ and $90.0\% \pm 1.2$ for carbofuran and carboxin respectively, were obtained.

Carbofuran residues were not detected in any cabbage samples while the detected amounts of carboxin were in the range of 0.54 to 4.14 mg/kg of fresh weight. The detected analyte in the sample were confirmed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). The pesticides residues in the sample with the safety label were detected at lower levels than those without safety label. 20% of analyzed sample with safety label and 33% of analyzed sample without safety label gave positive values. In this experiment, the highest detected concentration of carboxin, 4.14 mg/kg and daily per capita consumption of cabbage 9.67 g/day was used to evaluate the human risk assessment. It was found that a normal Thai man weighing about 60 kg would consume 0.04 mg of carboxin, corresponding to 0.0006 mg/kg body weight/day and this amount is much lower than the 0.1 mg/kg body weight of the

Reference Dose (RfD) value. It can be concluded that the consumers of these contaminated vegetable would face no potential risk for human health and an average man could take this contaminated cabbage without any effect.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การหาปริมาณเมโทมิล คาร์โบไพวเรนและคาร์บอกซินที่ตกค้าง	
	ในกะหล่ำปลีเพื่อการประเมินความเสี่ยงต่อมนุษย์	
ผู้เขียน	นางสาว จันทิมา ชาน	
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม)	
กรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สมพร จันทระ	ประธานกรรมการ
	อาจารย์ ดร. อุไร เตังเจริญกุล	กรรมการ

บทคัดย่อ

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารตกค้างของเมโทมิล คาร์โบไพวเรน และคาร์บอกซินโดยโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) เพื่อหาระดับสารตกค้างในกะหล่ำปลี และประเมินความเสี่ยงต่อมนุษย์จากการบริโภคผักซึ่งปนเปื้อนจากสารกำจัดศัตรูพืชและสัตว์ดังกล่าว ทำการสกัดตัวอย่างด้วยเอทิลอะซิเตตตามด้วยการทำความสะอาดสกัดด้วยเฟสของแข็ง (SPE) พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดด้วยเฟสของแข็งที่มีฟลูออรีนเป็นตัวดูดซับคือการใช้สารละลายผสมของอะซิโตรไนโตรลกับน้ำในอัตราส่วนร้อยละ 70 ปริมาตร 3 มิลลิลิตรเป็นตัวชะ โดยได้ค่าร้อยละของการกลับคืนที่ระดับความเข้มข้น 0.5 และ 1.0 พีพีเอ็ม ในช่วง 87.1 – 106.4 โดยมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานในช่วง 1.5 – 3.2

ทำการแยกสารที่วิเคราะห์โดยใช้ HPLC ระบบกลับเฟส ที่มีคอลัมน์เป็นคาร์บอน 18 ขนาด 4.0 x 125 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคเท่ากับ 5 ไมครอน ใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายผสมของอะซิโตรไนโตรลกับน้ำในอัตราส่วนร้อยละ 40 ที่อัตราเร็ว 0.8 มิลลิลิตรต่อนาที

และใช้ตัวตรวจวัดชนิดยูวี ที่ความยาวคลื่น 233 นาโนเมตร ผลการทดสอบความแม่นยำของการวิเคราะห์นั้นได้จากการทำซ้ำทั้งแบบที่ทดสอบในวันเดียวกันและต่างวันกันพบว่าได้ค่าที่ดี ส่วนค่าความเป็นเส้นตรงนั้นพบว่าดีเช่นกัน คือได้ค่าสัมประสิทธิ์มากกว่า 0.9962 ค่าต่ำสุดของการตรวจวัดอยู่ในช่วง 0.02 - 0.06 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร และค่าต่ำสุดของการหาปริมาณอยู่ในช่วง 0.08 - 0.18 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ถึงแม้ว่าจะมีการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับสารที่สนใจทุกสารแล้ว แต่ยังไม่สามารถตรวจวัดสารที่มีช่วงค่อนข้างมากอย่างเมโทรมิลในสารสกัดของตัวอย่างได้ เนื่องจากมีการปนเปื้อนของสารอื่น ๆ ในระดับสูงอันเนื่องมาจากเมทริกซ์ของตัวอย่างที่วิเคราะห์ ดังนั้นจึงได้มีการปรับสภาวะของ HPLC อีกครั้ง โดยใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายผสมของอะซิโตน ไตรคลอโรเอทิลีนในอัตราส่วนร้อยละ 25 ที่อัตราเร็ว 0.8 มิลลิลิตรต่อนาที และใช้ตัวตรวจวัดชนิดยูวี ที่ความยาวคลื่น 205 นาโนเมตร ซึ่งได้ค่าร้อยละของการกลับคืนที่ดี คือ 94.7 ± 0.7 และ 90.0 ± 1.2 สำหรับคาร์โบไพวราน และคาร์บอซินตามลำดับ

ผลการตรวจวัดสารสกัดในตัวอย่างกะหล่ำปลีนั้น ไม่พบสารตกค้างของคาร์โบไพวราน แต่พบสารตกค้างของคาร์บอซินในปริมาณ 0.54 - 4.14 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมน้ำหนักสด ซึ่งได้ยืนยันผลการวิเคราะห์โดยการตรวจสอบสารสกัดซ้ำ ด้วยเทคนิคก๊าซโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมทรี (GC-MS) โอกาสในการพบสารตกค้างของสารกำจัดศัตรูพืชและสัตว์ที่พบในตัวอย่างผักที่มีผลจากความปลอดภัยนั้นมีน้อยกว่าในผักที่ไม่มีผลลาก โดยร้อยละ 20 ของตัวอย่างที่มีผลลากนั้นพบสารตกค้าง ในขณะที่ตัวอย่างที่ไม่มีผลลากถูกตรวจพบร้อยละ 33 จากการศึกษาที่พบปริมาณสูงสุดของคาร์บอซินคือ 4.14 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ส่วนค่าการบริโภคกะหล่ำปลีในหนึ่งวันของประชากรเป็น 9.67 กรัมต่อวัน ในการคำนวณเพื่อประเมินความเสี่ยงต่อมนุษย์ จึงได้ว่าจากน้ำหนักเฉลี่ยของชายไทย 60 กิโลกรัมนั้น ซึ่งได้รับปริมาณสารคาร์บอซินที่ตกค้างเป็นปริมาณ 0.04

มิลลิกรัม จะมีปริมาณสารตกค้างในร่างกายเท่ากับ 0.0006 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมน้ำหนักตัวต่อวัน ซึ่งต่ำกว่าค่าอ้างอิง (Reference Dose; RfD) ซึ่งกำหนดไว้ที่ 0.1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมน้ำหนักตัว จึงสามารถสรุปได้ว่าผู้บริโภคที่มีการปนเปื้อนคาร์บอนซินในระดับดังกล่าวนี้ จะไม่มีความเสี่ยงต่อสุขภาพ และสามารถบริโภคได้โดยไม่มีผลกระทบใดๆ



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved