

การวิเคราะห์หาปริมาณสารเคมีกำจัดศัตรูพืชตกค้างในผลิตภัณฑ์นม

ผู้จัดทำ : วรณิกา พานนนท์

บทนำ

สารกำจัดศัตรูพืช ผลิตขึ้นเพื่อป้องกันพืชที่จากโรคและพาหะนำโรค ประเทศไทยมีการใช้สารเคมีเพื่อป้องกันและกำจัดศัตรูพืชอย่างกว้างขวาง อาทิ เช่น สารกำจัดแมลง สารกำจัดหนู สารกำจัดวัชพืช สารกำจัดเชื้อรา เป็นต้น ซึ่งสารเคมีเหล่านี้สามารถเข้าสู่ร่างกายได้ทั้งทางตรงหรือทางอ้อม และสามารถสะสมอยู่ในสิ่งมีชีวิตได้ ในบางครั้งสารกำจัดศัตรูพืชจะมีการใช้โดยตรงกับสัตว์ ซึ่งนำไปสู่การสะสมทางชีวภาพของสารกำจัดศัตรูพืชในผลิตภัณฑ์จากสัตว์ เช่น นมและเนื้อสัตว์ อย่างไรก็ตามตามสารกำจัดศัตรูพืชเหล่านี้ ล้วนแล้วแต่เป็นสารพิษอันตรายส่งผลกระทบต่อสุขภาพมนุษย์และสิ่งแวดล้อม

ในบทความนี้ กล่าวถึงการใช้เทคนิคการเตรียมตัวอย่าง QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) ร่วมกับ GC-MS/MS ในการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชในนม เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ GC-MS/MS เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมเป็นอย่างมากในการตรวจวัดสารกำจัดศัตรูพืชตกค้างในผลิตภัณฑ์ เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีความไวในการวิเคราะห์ สามารถวิเคราะห์ที่สนใจได้อย่างน้อยในระดับไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ($\mu\text{g}/\text{kg}$) และยังมีรูปแบบการทำงานที่จำเพาะเจาะจงต่อสารที่ต้องการ

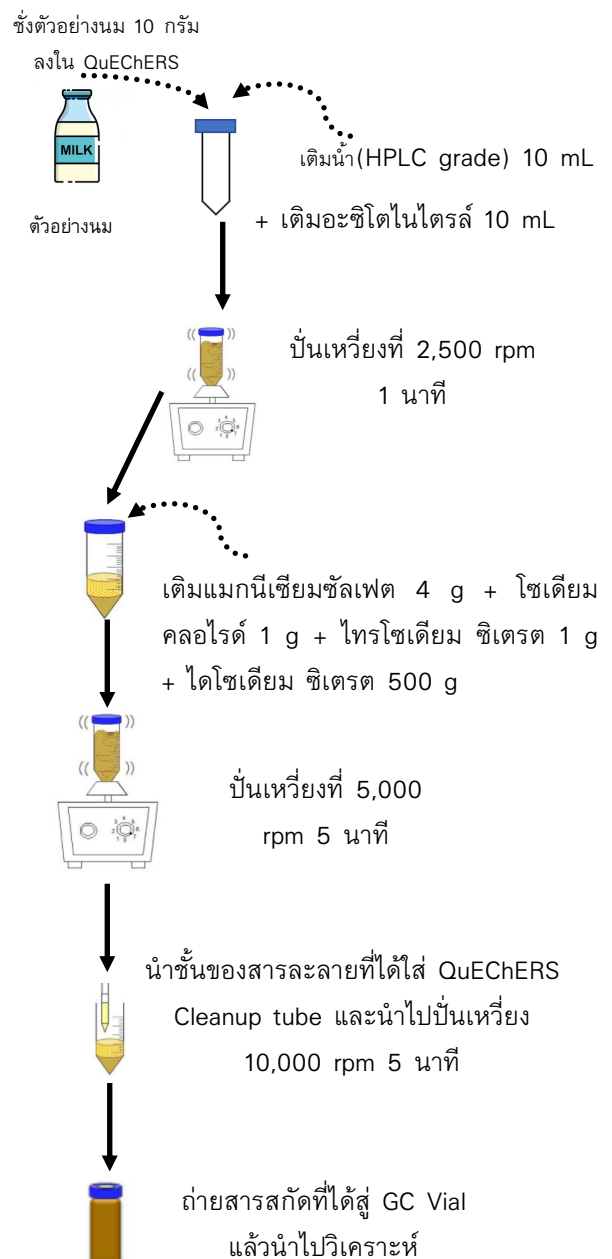
การเตรียมตัวอย่างด้วย QuEChERS เป็นวิธีการเตรียมตัวอย่างที่รวดเร็ว ง่าย และมีราคาถูก ประกอบด้วยสองขั้นตอนหลัก ได้แก่ ขั้นตอน Extraction และ Cleanup

- **Extraction** นำตัวอย่างที่ผ่านการบดแล้วใส่ QuEChERS Extraction tube ซึ่งบรรจุเกลือสำหรับการสกัด จากนั้นเติมสารละลายสำหรับสกัดแล้วทำการผสมตัวอย่างและปั่นเหวี่ยงให้เกิดการแยกชั้น

- **Cleanup** นำชั้นของสารละลายที่ได้ใส่ QuEChERS Cleanup tube ซึ่งบรรจุสารเคมีสำหรับกำจัดสิ่งรบกวน จากนั้นทำการผสมตัวอย่างและปั่นเหวี่ยงให้เกิดการแยกชั้น นำสารสกัดที่ได้มาทำการระเหยแห้งและละลายกลับด้วยตัวทำละลาย แล้วจึง

นำไปวิเคราะห์ด้วย GC-MS/MS

ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง



การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

Working standard (µg/mL)	Volume taken from working standard (µL)	Extracted matrix (µL)	Final concentra- tion (µg/kg)	Total volume (mL)
2.000	50	950	0.1000	1
1.000	50	950	0.0500	1
0.500	50	950	0.0250	1
0.200	50	950	0.0100	1
0.100	50	950	0.0050	1
0.050	50	950	0.0025	1
0.020	50	950	0.0010	1

การวิเคราะห์ด้วย GC-MS/MS

Gas Chromatograph (GC)	TRACE™ 1310 Series
Mass Spectrometer (MS)	TSQ™ 9000 Triple Quadrupole Mass spectrometer
Autosampler	TriPlus™ RSH Autosampler
Software	TraceFinder™

การตั้งค่าเครื่อง GC

TRACE™ 1310 Gas Chromatograph	
Carrier Gas, Mode	He, constant flow, 1.2 (mL/min)
Injector Temp.	280(°C)
Injection Mode	Splitless
Splitless Time	2.0 min
Splitless Flow	50 mL/min
Purge Flow	5 mL/min
Column	TG-5SIL MS (30m × 0.25mm i.d. × 0.25 µm)
Total Run Time	34.9 min
GC oven program	90°C(2 min) 25°C/min,180°C 5°C/min,280° 10°C/min,300°(2min)

การตั้งค่าเครื่อง MS

TSQ™ 9000 Triple Quadrupole GC-MSMS	
Method type	Acquisition-Timed (t-SRM mode)
MS transfer line temperature	310°C
Ion Source temperature	280°C
Ionization	Electron Ionization (EI)



รูปที่ 1 Thermo Scientific TSQ 9000 GC-MS/MS

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์

Compound	RT (min)	Quan ion			Confirm ion			R ²
		Q1	Q3	CE (v)	Q1	Q3	CE (v)	
2,3,5,6-Tetrachloroaniline	10.6	231	158	20	231	160	22	0.9995
3,4-Dichloroaniline	9.1	160.9	126	10	160.9	99	20	0.9995
4,4'-Methoxychlor olefin	19.26	238.1	223.1	10	308	238.2	12	0.9993
Alachlor	13.27	188.1	130	32	188.1	160.1	8	0.9988
Aldrin	14.41	330	298.9	10	262.7	192.9	28	0.9995
Allidochlor	7.9	132	56.1	8	132	49	24	0.9990
Anthraquinone	14.49	208	151.7	22	208	180	10	0.9972
Atrazine	11.67	200	122.1	8	215.1	173	8	0.9989
Azinphos-ethyl	23.54	160	77	16	132	77	12	0.9985
Benfluralin	10.79	2922	264	8	292	206.1	10	0.9974
BHC,Alpha	11.26	218.8	183	8	182.8	146.7	12	0.9990
BHC,Beta	11.78	218.7	183	8	180.9	145	14	0.9983
BHC,delta	12.52	218.8	182.9	8	182.8	146.7	14	0.9985
BHC,gamma	11.9	218.7	183	8	180.9	145	14	0.9978
Bifenthrin	21.16	181	165.9	10	181	179	12	0.9997
Bromfenvinphos-ethyl	15.98	302.7	184.8	14	96.9	65	16	0.9987
Bromfenvinphos -methyl	14.85	330.8	315.8	14	328.9	313.8	14	0.9990
Bromopropylate	21.21	340.8	185	14	184.9	156.9	12	0.9992
Bupirimate	17.32	208.1	140.1	12	273.1	193.2	8	0.9993
Carbophenothion	19.2	342	157	10	157	45	12	0.9988
Carfentrazon-ethyl	19.14	311.9	150.7	18	340.1	312.1	10	0.9998
Chlorbenside	16.05	125	89	16	125	99	16	0.9997
Chlorfenapyr	17.61	248.9	112	24	248.9	137.1	18	0.9994
Chlorfenson	16.79	174.9	111	10	111	75	14	0.9996
Chlorobenzilate	18.11	139	111	12	139	74.9	26	0.9993
Chloroneb	9.56	190.9	141	10	190.9	113	14	0.9990
Chloropyrifos-ethyl	14.24	313.9	257.9	12	196.7	168.9	12	0.9991
Chlorpylifos-metyl	13.11	285.9	93	20	125	47	12	0.9995
Chlorthal-dimethyl(Dacthal)	14.41	300.7	222.9	22	300.7	272.9	12	0.9983
Chlorthiophos	18.47	268.9	205	14	324.9	269	12	0.9997
Chlozolate	15.34	331	259	8	259	187.9	12	0.9993
Clomazone	11.74	204	107	18	125	89	12	0.9989
Cycloate	10.6	154.1	83.1	8	154.1	55.1	18	0.9986
Cyfluthrin peak1	25.49	163	127.1	6	163	65.1	26	0.9943
Cyfluthrin prak2	25.69	163	127	6	163	91.1	12	0.9947
Cyfluthrin prak3	25.8	127	6	6	226	206.1	163	0.9947
Cyfluthrin prak4	25.89	163	127	6	226	206.1	12	0.9940

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ (ต่อ)

Compound	RT (min)	Quan ion			Confirm ion			R ²
		Q1	Q3	CE (v)	Q1	Q3	CE (v)	
Cyhalothrin (lamboda)	23.01	207.9	180.9	8	197.1	141.1	10	0.9983
Cypermethrin peak1	26.09	163	127.1	6	163	91.1	12	0.9948
Cypermethrin peak2	26.29	163	127	6	163	91.1	12	0.9931
Cypermethrin peak3	26.39	180.9	152.2	20	163	127	6	0.9930
Cypermethrin peak4	26.47	163	127.1	6	180.9	152.2	20	0.9960
Cyprodinil	15.19	224.1	196.9	20	224.1	208	18	0.9984
DDD p,p	18.4	235	165.1	20	236.8	165	20	0.9993
DDD o,p	17.31	235	199	14	235	165.1	20	0.9999
DDE o,p	16.15	246	176.1	28	317.8	248	18	0.9997
DDE p,p	17.09	246	176.1	28	317.8	246	20	0.9995
DDT o,p	18.47	235	165.1	20	236.8	165	20	0.9902
DDT p,p	19.58	235	165.1	22	236.8	165	22	0.9991
Deltamethrin	28.95	252.8	172	8	252.8	92.8	16	0.9962
Diallate-cis	11.09	234.1	150	18	234	192	12	0.9991
Diallate-trans	11.26	234.1	150	18	234.1	192	12	0.9960
Diazinon	11.99	137.1	84.1	12	137.1	54.1	20	0.9992
Dichlorobenzophenone,4,4	14.68	139	111	12	139	74.9	26	0.9990
Dieldrin	17.27	262.8	227.8	16	262.8	190.9	30	0.9944
Dimehachlor	12.98	197	148.1	10	134	105.1	12	0.9988
Diphenamid	14.88	239.1	167.	8	166.8	152	16	0.9998
Diphenylamine	10.57	169	168	12	169	167	25	0.9998
Disulfoton	12.26	185.9	96.9	16	88	59.8	6	0.9980
Endosulfan ether	12.89	240.9	206	14	238.9	204	12	0.9995
Endosulfan peak 1	16.47	240.6	205.9	14	194.7	125	22	0.9982
Endosulfan peak 2	18.26	240.6	205.8	12	194.7	159	8	0.9958
Endosulfan sulfate	19.47	271.7	236.8	12	238.7	203.9	12	0.991
Endrin-Ketone	20.99	249.8	214.9	24	173	138.1	16	0.9987
EPN	21.2	169	141	8	169	77	22	0.9977
Esfenvalerate	28.12	167	125	10	125	89.3	18	0.991
Ethafluralin	10.62	315.9	276.1	8	276	202	14	0.9973
Ethion	18.35	230.9	174.9	12	230.9	28.9	22	0.9985
Etofenprox	26.65	163.1	135.1	10	163.1	107.1	16	0.9998
Etridiazole (Terrazole)	9.16	211	139.9	20	211	182.9	10	0.9855
Fenarimol	23.31	139	111	14	219	107	10	0.9996
Fenchlorfos	13.52	285	270	11	287	272	11	0.9992
Fenitrothion	13.88	277	260	6	277	109	16	0.9979
Fenson	14.85	141	77	8	77	51	14	0.9998
Fenthion	14.37	278	169	14	278	109	18	0.9991
Fenvalerate	27.72	167	125	10	125	89	18	0.9964
Vinclozolin	13.18	198	145	14	186.8	124	18	0.9994

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ (ต่อ)

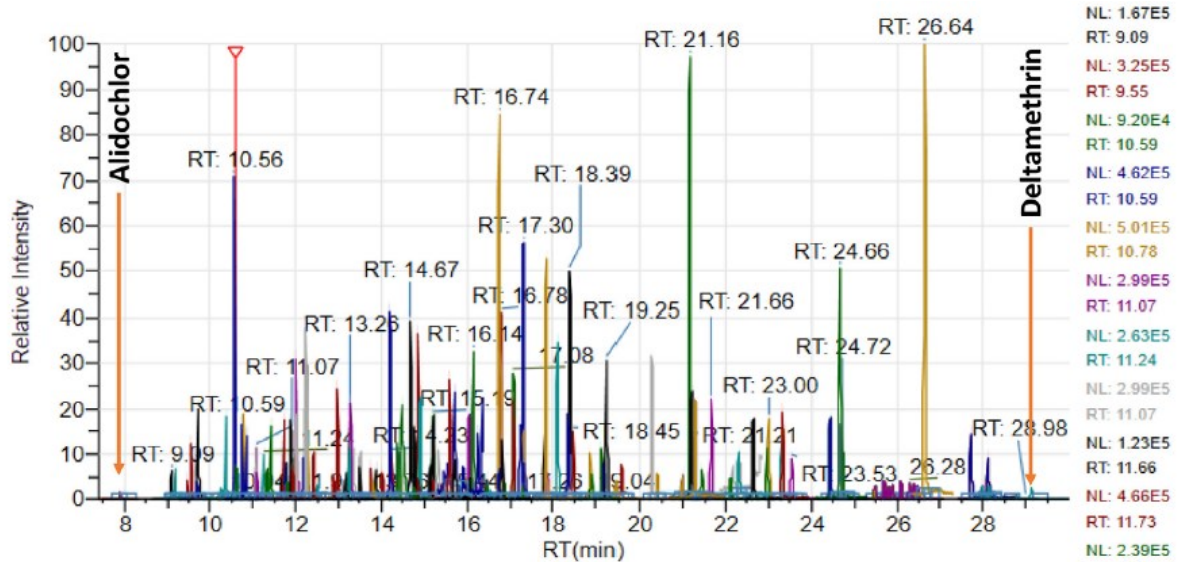
Compound	RT (min)	Quan ion			Confirm ion			R ²
		Q1	Q3	CE (v)	Q1	Q3	CE (v)	
Fluazifop-P-butyl	17.81	383.1	82.1	14	282	91.1	18	0.9986
Fluchloralin	12.03	306	264	8	264	206.1	8	0.9993
Fluquinconazole	24.73	340	298	16	340	108.1	36	0.9994
Flusilazole	17.31	233	164.9	16	233	151.9	14	0.9993
Flutolanil	16.75	281	173	10	173	145	14	0.9996
Fluvalinate peak1	27.98	250	55.1	16	250	199.9	18	0.9988
Fluvalinate peak2	28.13	250	55.1	16	250	200	18	0.9936
Fonofos	12.03	246	137	6	137	109	6	0.9972
Hexachlorobenzene	11.33	283.8	248.8	18	283.8	213.8	30	0.9993
Iodofenfos	16.76	376.8	361.8	16	125	79	6	0.9987
Isazophos	12.27	161	119	8	161	146	6	0.9998
Isodrin	15.16	192.9	123	28	192.9	157.2	20	0.9975
Isopropalin	14.92	280.1	238.2	8	280.1	180.2	10	0.9980
Leptophos	22.34	171	124.3	10	171	77.1	18	0.9995
Metazachlor	15.22	209	132.1	16	133.1	132.1	12	0.9993
Methacrifos	9.47	240	180	10	180	93	10	0.9983
Methoxychlor	21.44	227.1	169.1	22	227.1	141.1	32	0.9994
Metolachlor	14.21	238.1	162.2	10	162.1	132.9	14	0.9998
MEK-264 A	14.86	164	93.1	10	164	98.1	10	0.9999
MEK-264 B	15.21	164	98	10	164	67.1	8	0.9997
Myclobutanil	22.97	179	125	14	179	151.7	8	0.9992
Nitralin	17.24	316.2	274	8	274	216	8	0.9923
Nitrofen	17.87	202	139	24	283	202	10	0.9985
Nonachlor-cis	16.55	408.6	300	18	262.8	192.8	28	0.9976
Nonachlor-trans	18.4	408.7	300	18	236.8	142.9	24	0.9983
Ortho-phenylphenol	9.72	170.1	141.1	22	170.1	115	34	0.9993
Oxadiazon	17.08	174.9	112	12	174.9	76	28	0.9991
Oxyfluorfen	17.29	252	146	30	252	169.8	28	0.9993
Paclobutrazol	16.25	236	125	12	236	167	10	0.9991
Parathion(ethyl)	14.46	291	109	12	109	81	10	0.9976
Parathion-methyl	13.28	263	109	12	124.9	79	6	0.9978
Pebulate	9.19	128	57	8	203	128	8	0.9993
Penconazole	155.33	248	192	18	248	157	22	0.9982
Pendimethalin	15.14	252.1	162	8	252.1	161	14	0.9962
Pentachloroanline	12.89	264.8	193.6	18	264.8	202.8	20	0.9989
Pentachloroanisole	11.43	279.9	236.8	22	264.8	236.9	10	0.9997
Pentachlorobenzene	9.7	249.8	214.8	16	249.8	143.6	38	0.9992
Pentachlorobenzonitrile	11.9	274.8	239.9	18	272.9	237.9	16	0.9986
Pentachlorothioanisole	14.03	295.7	262.9	12	295.7	245.9	30	0.9990

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ (ต่อ)

Compound	RT (min)	Quan ion			Confirm ion			R ²
		Q1	Q3	CE (v)	Q1	Q3	CE (v)	
Permethrin peak1	24.44	183.1	153	12	183.1	168	12	0.9998
Permethrin peak2	24.68	183	165.1	10	183	168.1	10	0.9996
Perthane (Ethylan)	17.84	223.1	167	12	223.1	179	20	0.9994
Phorate	11.1	260	75	8	121	65	8	0.9979
Phosalone	22.3	182	74.8	30	182	111	14	0.9986
Piperonyl butoxide	20.28	176.1	131.1	12	176.1	103.1	22	0.9992
Pirimiphos-ethyl	14.77	304	168.1	12	318.1	166.1	12	0.9996
Pirimiphos-methyl	13.75	290.1	233	8	305.1	180.1	8	0.9982
Pretilachlor	16.87	238.1	146.1	10	202.1	174.2	8	0.9972
procymidone	15.72	283	96.1	8	95.6	53	16	0.9989
Prodiamine	13.8	321.1	279.1	6	275.1	255.1	8	0.9974
Profluralin	11.76	318.1	199	15	330.2	69.1	20	0.9982
Propachlor	10.38	176	57	8	120	77	119	0.9993
Propisochlor	13.36	162.1	144.1	8	162.1	120.1	12	0.9991
Prothiofos	16.81	266.7	220.9	18	266.7	238.9	8	0.9992
Propyzamide	12	172.9	109	26	172.9	145	14	0.9980
Pyraclufos	16.81	266.7	220.9	18	266.7	238.9	8	0.9992
Pyrazophos	23.32	221	193.1	8	231.9	204.1	10	0.9990
Pyridaben	24.67	147.1	117.1	20	147.1	119.1	8	0.9998
Pyrimethanil	12.18	198.1	117.9	30	198.1	182.9	14	0.9991
Pyriproxyfen	22.64	136.1	96	10	136.1	78	20	0.9995
Quinalphos	15.6	146	118.1	10	157.1	102	22	0.9994
Quintozene	11.81	294.8	236.9	14	213.8	178.9	14	0.9989
Sulfotep	10.86	322	202	10	202	145.9	10	0.9996
Sulprofos	18.87	322	156.1	10	156	141	14	0.9992
Tebufenpyrad	21.66	276.1	171	10	318.1	131.1	14	0.9996
Tecnazene	10.27	261	203	13	215	179	8	0.9997
Tefluthrin	12.24	177	127	14	197	141.1	10	0.9996
Terbufos	11.89	230.9	128.9	22	230.9	174.9	12	0.9995
Terbutylazine	11.93	214.1	132	10	214.1	104	16	0.9987
Tetradifon	22.12	159	111	20	159	131	10	0.9994
Tetramethrin peak1	21	164	107.1	12	164	77.1	24	0.9984
Tetramethrin peak2	21.28	164	107.1	12	164	77.1	22	0.9992
Tolclofos-methyl	13.29	265	250	12	266.8	252	12	0.9994
Transfluthrin	13.26	163	143	14	163	91.1	12	0.9995
Triadimefos	14.54	208	111	20	208	180.8	8	0.9985
Triadimenol	15.72	128	65	18	168.2	70	10	0.9965
Triallate	12.42	268	226	12	86.1	43.3	6	0.9987
Triazophos	18.9	161	106	12	161	134.1	8	0.9984
Trifluralin	10.74	306.1	264.1	8	306.1	206	10	0.9975

Q1 = Precursor ion, Q3 = Product ion, CE = Collision energy

สรุปผลการวิเคราะห์



รูปที่ 2 โครมาโทแกรมของสารกำจัดศัตรูพืช 155 ชนิดที่วิเคราะห์ด้วย GC-MS/MS

ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชจำนวน 155 ชนิดในตัวอย่างนม โดยใช้เทคนิค GC-MS/MS ร่วมกับการเตรียมตัวอย่างด้วยวิธี QuEChERS ถือเป็นเทคนิคที่นิยมและใช้กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถวิเคราะห์สารได้ด้วยความเข้มข้นต่ำในระดับ $\mu\text{g}/\text{kg}$ และสามารถวิเคราะห์หาปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชที่พบทั้งหมดได้ในการวิเคราะห์เพียงครั้งเดียว ช่วยให้ผู้ใช้งานประหยัดเวลาในการวิเคราะห์ ใช้เวลาวิเคราะห์เพียง 34.9 นาทีต่อตัวอย่าง ซึ่งในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC อื่นๆ อาจใช้เวลามากกว่า 60 นาทีในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าเทคนิค GC-MS/MS เป็นเทคนิควิเคราะห์ที่เหมาะสมที่จะเลือกใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชในตัวอย่างนมและยังสามารถพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ใช้ในตัวอย่างอื่นๆ ได้อีกด้วย

ติดตามแอปพลิเคชันอื่น ๆ ได้ที่ <https://www.scispec.co.th>



บริษัท ชายน์ สเปค จำกัด
10 กาญจนภิเษก ซอย 0010 แยกสอง
เขตบางแค กทม. 10160
โทร 02-454-8533



/scispec



@scispec

ThermoFisher
SCIENTIFIC