

การพัฒนาวิธีเตรียมตัวอย่างโดย Modified QuEChERS ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชตกค้างในผักผลไม้บางชนิด

Development of sample preparation step by modified QuEChERS method for pesticide residues analysis in some fruits and vegetables

ธรณิศวรรค์ ไชยมงคล* และวีรวิภา วิทยานันท์

Thoranit Chaimongkol* and Weerawut Wittayanant

สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

Bureau of Quality and Safety of Food, Department of Medical Sciences

บทคัดย่อ

การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชตกค้างในผักผลไม้โดยวิธี QuEChERS ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลาย เนื่องจากเป็นวิธีที่เร็ว ง่าย ประหยัด และมีประสิทธิภาพ แต่เมื่อใช้วิธีดังกล่าวกับผักผลไม้บางชนิด ได้แก่ ผักตระกูล allium ซึ่งมีกำมะถันสูง เช่น หอมหัวใหญ่ กระเทียม ผักที่มีรงควัตถุสูง เช่น แครอท และผลไม้ที่มีไขมันสูง เช่น อโวคาโด พบว่ามีปัญหาการเกิดสัญญาณรบกวนในการตรวจวัด ทำให้การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณมีข้อผิดพลาด จึงได้ทำการศึกษาและพัฒนาการเตรียมตัวอย่าง โดยเลือกสารกำจัดศัตรูพืช 3 ชนิดที่มีความถี่ในการตรวจพบการตกค้างสูง เป็นตัวแทนของสารในกลุ่ม ออร์กาโนคลอรีน ออร์กาโนฟอสฟอรัส และสารสังเคราะห์ไพริทรอยด์ ได้แก่ trans-heptachlor epoxide, chlorpyrifos และ cypermethrin แล้วปรับปรุงให้ได้วิธีที่เหมาะสมเพื่อให้ได้สารสกัดที่สะอาด ทดลองใช้การเตรียมตัวอย่างหลายวิธีและทดลองใช้ dispersive SPE (d-SPE) หลายชนิด เพื่อกำจัดสารสกัดร่วมและให้ได้ปริมาณน้อยที่สุด ผลพบว่าในการสกัดผักตระกูล allium หอมหัวใหญ่และกระเทียม ต้องทำการปั่นตัวอย่างที่ผ่านการแช่แข็งกับกรดฟอสฟอริกเจือจางร้อยละ 3 โดยน้ำหนักก่อนทำการสกัด แล้วใช้ d-SPE ที่มีส่วนผสมของ $MgSO_4$, PSA, GCB และ C18 ในการทำให้บริสุทธิ์สามารถกำจัดสิ่งรบกวนออกจากสารสกัดได้ดีที่สุด นำวิธีที่ได้ไปประเมินประสิทธิภาพโดยเปรียบเทียบการคืนกลับและความสามารถในการวัดซ้ำกับวิธี U.S. FDA PAM 302 ตรวจวัดด้วยเครื่องมือ GC-ECD และ GC-FPD ผลแสดงให้เห็นว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นให้การคืนกลับและค่า RSD ของสารทั้งสามชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ และมีขีดจำกัดของการตรวจวัดเชิงปริมาณ (LOQ) เท่ากับหรือต่ำกว่าข้อกำหนดทางกฎหมายของประเทศ สามารถนำวิธีนี้ไปใช้ในงานประจำในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชในผักผลไม้ที่มีคุณสมบัติเหล่านี้ได้เป็นไปตามวัตถุประสงค์

คำสำคัญ: ผักผลไม้ สารกำจัดศัตรูพืช QuEChERS

Abstract

QuEChERS method has been widely used for pesticide residues analysis in fruits and vegetables because it is found to be quick, easy, cheap and effective. But some fruits and vegetables such as onion, garlic, carrot, and avocado which are complex matrices, they can cause some particular difficulties for instrumental determination. This article describes the development of extraction and cleanup step of representative pesticides i.e, trans-heptachlor epoxide, chlorpyrifos and cypermethrin in complex matrices sample. For extraction, the main factors (sulfur-containing compounds, pigment and oil) were studied and optimized in experiments to maximize analyte recoveries. Various sample preparation procedures and d-SPE with different sorbents were also investigated to minimize co-extractives and interferences. As the result, in alliums, the use of 3% aqueous phosphoric acid blended with frozen samples prior to extraction step was required. For all commodities, the mixture of $MgSO_4$, PSA, GCB and C18 showed to be much more efficient to remove interferences than the original method. The final selected method was evaluated and compared with U.S. FDA PAM 302 method using both detection techniques (GC-ECD and GC-FPD). The results demonstrated that the method achieved acceptable recoveries of 63.6-119.6% with RSD < 20% at 0.2 mg/kg and LOQ at or below the regulatory MRL for the pesticides were achieved. This method can be applied for routine analysis of these pesticide residues in onion, garlic carrot and avocado.

Key words: fruits and vegetables, pesticide residues, QuEChERS

*Corresponding author

E-mail: gragon.ch@gmail.com