

การพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน
เพื่อการวิเคราะห์ปริมาณโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

ปริญญานิพนธ์
ของ
ธนาวัฒน์ จุ่มแพง

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
มีนาคม 2551

การพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน
เพื่อการวิเคราะห์ปริมาณโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

ปริญญานิพนธ์

ของ

ธนาวัฒน์ จุ่มแพง

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

มีนาคม 2551

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

การพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน
เพื่อการวิเคราะห์ปริมาณโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

บทคัดย่อ

ของ

ธนาวัฒน์ จุ่มแพง

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

มีนาคม 2551

ธนาวัฒน์ จุ่มแพง. (2551). การพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินเพื่อการวิเคราะห์ปริมาณโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี. ปรินซ์นิพนธ์ วท.ม. (เคมี). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ. คณะกรรมการควบคุม: อาจารย์ ดร.ปิยะดา จิตรตั้งประเสริฐ, อาจารย์นิรันดร์ พงษ์พันธุ์.

สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนเป็นสารอินทรีย์ที่มีความคงทนและมีความเป็นพิษในสิ่งแวดล้อมสูง งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีการสกัดที่สะดวกและรวดเร็วสำหรับวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ อัลดริน ดีลด์ริน เบต้า-เอนโดซัลเฟน และพารา-พาราดีดีที ในตัวอย่างน้ำและดินด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีโดยใช้ตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน ใช้คาพิลลารีคอลัมน์ชนิดเฮกซ์-5 อุณหภูมิของคอลัมน์แบบคงที่ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของแก๊สพา 1 มิลลิลิตรต่อนาที และใช้เฟนทคลอร์โนโตรเบนซีนเป็นสารละลายมาตรฐานภายใน ที่สภาวะดังกล่าวสามารถแยกสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดและสารมาตรฐานภายในออกจากกันได้ดีภายในเวลา 6 นาที สำหรับตัวอย่างน้ำได้พัฒนาโดยใช้วิธีสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว พบว่าการสกัดสารตัวอย่างน้ำด้วย 6 มิลลิลิตร ของตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์ อัตราส่วน 9:1 โดยปริมาตร ใช้เวลา 2 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสม ส่วนตัวอย่างดินใช้วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์ พบว่าการสกัดสารตัวอย่างดิน 2 ครั้งด้วยตัวทำละลายผสม 20 มิลลิลิตรของเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์ อัตราส่วน 9:1 โดยปริมาตร โดยแต่ละครั้งใช้เวลา 15 นาที สามารถสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนจากตัวอย่างดินได้อย่างมีประสิทธิภาพโดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการกำจัดสิ่งปนเปื้อนก่อนนำไปวิเคราะห์ วิธีการสกัดสารตัวอย่างน้ำและดินดังกล่าวสามารถตรวจวัดค่าความเข้มข้นต่ำสุดได้ในช่วง 0.117–0.261 มิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับตัวอย่างน้ำ และ 7.74–13.5 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม สำหรับตัวอย่างดิน ค่าร้อยละการกลับคืนสำหรับวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวอยู่ในช่วง 81.4–111 และสำหรับวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์มีค่าในช่วง 88.5–119 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของการสกัดทั้งสองแบบมีค่าร้อยละ 1.68–9.43 และ 4.24–12.9 สำหรับตัวอย่างน้ำและดินตามลำดับ ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของกราฟมาตรฐานสำหรับตัวอย่างน้ำและดินมีค่ามากกว่า 0.99 และเมื่อนำวิธีการสกัดที่เหมาะสมนี้ไปใช้ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินจากแหล่งธรรมชาติพบว่าวิธีการสกัดที่พัฒนาขึ้นนี้เป็นวิธีที่สะดวก ใช้ปริมาณตัวทำละลายน้อย และให้ผลการทดลองที่น่าพอใจ

DEVELOPMENT OF EXTRACTION METHOD FOR ORGANOCHLORINE
PESTICIDES ANALYSIS IN WATER AND SOIL SAMPLES BY GAS
CHROMATOGRAPHY

AN ABSTRACT

BY

THANAWAT JUMPAENG

Presented in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Master of Science Degree in Chemistry
at Srinakharinwirot University

March 2008

Thanawat Jumeapaeng. (2008). *Development of extraction method for organochlorine pesticides analysis in water and soil samples by gas chromatography*. Master thesis, M.Sc. (Chemistry). Bangkok: Graduate School, Srinakharinwirot University. Advisor Committee: Dr. Piyada Jittangprasert, Mrs. Nirand Pongpun.

Organochlorine pesticides (OCPs) are the persistent organic pollutants which are highly toxic to the environment. The development of rapid and simple extraction methods to determine 4 OCPs, aldrin, dieldrin, β -endosulfan and p,p'-DDT in water and soil samples by gas chromatography with electron capture detection (GC-ECD) were carried out. The OCPs and internal standard, pentachloronitrobenzene, were well separated within 6 minutes using HP-5 capillary column with isothermal condition at 250°C and carrier gas flow-rate of 1 mL/min. The single-step solvent extraction (SSE) was optimised for water samples using 6 mL of hexane:ethyl acetate (9:1 v/v) as extractant with 2 min extraction time. For soil samples, ultrasonic solvent extraction (USE) was employed using twice extraction for 15 min with 20 mL of hexane:ethyl acetate (9:1 v/v). It was found that the USE method was efficient without clean-up step prior to analysis. The results obtained from the two extraction methods; SSE and USE have demonstrated that the limit of detection (LOD) were 0.117–0.261 mg/L for water samples and 7.74–13.5 µg/kg for soil samples. Percent recoveries were in the range of 81.4 to 111 and 88.5 to 119 for SSE method and USE method respectively. The relative standard deviation (RSD) of two extraction methods were 1.68–9.43% for water samples and 4.24–12.9% for soil samples. Correlation coefficients of calibration graphs for water and soil samples were more than 0.99. The optimized methods were applied for the analysis of OCPs in real water and soil samples. The developed extraction methods exhibited simplicity and low solvent consumption with satisfactory results.

ปริญญานิพนธ์
เรื่อง

การพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน
เพื่อการวิเคราะห์ปริมาณโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

ของ
ธนาวัฒน์ จุ่มแพง

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เพ็ญศิริ จีระเดชากุล)

วันที่ เดือน พ.ศ. 2551

คณะกรรมการควบคุมปริญญานิพนธ์

คณะกรรมการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์

..... ประธาน

(ดร.ปิยะดา จิตรตั้งประเสริฐ)

..... ประธาน

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.จินดา แต่มบรรจง)

..... กรรมการ

(อาจารย์นิรันดร์ พงษ์พันธุ์)

..... กรรมการ

(ดร.ปิยะดา จิตรตั้งประเสริฐ)

..... กรรมการ

(ดร.วินัย อวงพิพัฒน์)

..... กรรมการ

(อาจารย์นิรันดร์ พงษ์พันธุ์)

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการทำวิทยานิพนธ์
สำหรับนิสิตในระดับบัณฑิตศึกษา

จาก

งบประมาณเงินรายได้ คณะวิทยาศาสตร์ ประจำปี พ.ศ. 2551

ประกาศคุณูปการ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จสมบูรณ์ได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับคำแนะนำและความอนุเคราะห์ในด้านต่าง ๆ จากคณาจารย์หลายท่าน ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ ดร.ปิยะดา จิตรตั้งประเสริฐ ประธานกรรมการควบคุมปริญญานิพนธ์ และอาจารย์นิรันดร์ พงษ์พันธุ์ กรรมการควบคุมปริญญานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำ ตลอดจนการแก้ไขปัญหาและข้อบกพร่องต่าง ๆ อันเกิดขึ้นในงานวิจัยและการเขียนปริญญานิพนธ์

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.จินดา แต้มบรรจง ที่ให้ความกรุณา ในการเป็นประธานกรรมการในการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์ ดร.วินัย อวงพิพัฒน์ ที่ให้ความกรุณาในการเป็นกรรมการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์ ตลอดจนการให้คำแนะนำต่าง ๆ เพื่อให้ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น และขอขอบพระคุณคณาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่าน ที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ ให้ความเมตตาและเอาใจใส่แก่ผู้วิจัย

ขอขอบคุณสำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร ที่ให้ความอนุเคราะห์ตัวอย่างดินและน้ำที่ใช้ในงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาเคมี เพื่อน พี่ น้อง ๆ และนิสิตปริญญโททุกท่านที่ได้ให้คำแนะนำ ช่วยเหลือ อำนวยความสะดวกและให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยตลอดการศึกษาและการทำวิจัย ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งในความกรุณาและขอขอบพระคุณทุก ๆ ท่านไว้ ณ โอกาสนี้

ผู้วิจัยขอน้อมรำลึกถึงพระคุณบิดา มารดา ที่ได้อบรมเลี้ยงดู ให้โอกาสทางการศึกษาที่ดี ให้กำลังใจและการสนับสนุนด้านการวิจัยแก่ผู้วิจัยด้วยดีตลอดมา และขอขอบพระคุณทุกท่านที่ได้กล่าวนาม ณ ที่นี้ ที่มีส่วนช่วยให้การวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

ธนาวัฒน์ จุ่มแพง

สารบัญ

บทที่	หน้า
1 บทนำ.....	1
ภูมิหลัง.....	1
ความมุ่งหมายของการวิจัย.....	2
ความสำคัญของการวิจัย.....	2
ขอบเขตของการวิจัย.....	3
2. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน.....	4
เทคนิคการเตรียมสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์.....	11
เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี.....	13
การวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน ในตัวอย่างน้ำและดินโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี.....	18
3. วิธีดำเนินการวิจัย.....	22
เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย.....	22
วิธีดำเนินการวิจัย.....	23
4. ผลการวิจัย.....	29
สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีในการวิเคราะห์สารกำจัด ศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน.....	29
สภาวะที่เหมาะสมของการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนใน ตัวอย่างน้ำและดิน.....	32
กราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน.....	36
ความเข้มข้นต่ำสุดที่เครื่องมือสามารถตรวจวัดสัญญาณได้และความเข้มข้น ต่ำสุดที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณ ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืช กลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน.....	38

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
4 (ต่อ)	
การวิเคราะห์หาค่าความแน่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ในตัวอย่งน้ำและดิน	40
การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่งน้ำและดินจากแหล่งธรรมชาติ.....	44
5. สรุปผล อภิปรายผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	45
การหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่มีตัวตรวจหาแบบเครื่องจับยึดอิเล็กทรอนิกส์ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด.....	45
การหาสภาวะที่เหมาะสมของวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่งน้ำ.....	46
การหาสภาวะที่เหมาะสมของวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกสในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่งดิน.....	50
การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในน้ำและดินจากตัวอย่งในธรรมชาติ.....	52
ข้อเสนอแนะ.....	53
บรรณานุกรม.....	54
ภาคผนวก.....	60
ภาคผนวก ก เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	61
ภาคผนวก ข การวิเคราะห์ผลทางสถิติ และค่าพารามิเตอร์ทางโครมาโทกราฟี.....	63
ประวัติย่อผู้วิจัย.....	66

บัญชีตาราง

ตาราง	หน้า
1 สูตรโครงสร้างของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนบางชนิด.....	7
2 ความเป็นพิษของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนบางชนิด.....	8
3 ความคงทนของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนบางชนิดในดิน.....	8
4 ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชที่กำหนดให้มีได้ในแหล่งน้ำธรรมชาติในประเทศไทย.....	9
5 ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชที่กำหนดให้มีได้ในแหล่งดินธรรมชาติในประเทศไทย.....	9
6 ผลการวิเคราะห์พิษตกค้างในดินที่พบในประเทศไทยตั้งแต่ ปี ค.ศ. 1995-1998...	10
7 ปริมาณของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่พบในประเทศเวียดนาม ปี ค.ศ. 2006.....	10
8 แก๊สพาที่เหมาะสมสำหรับเครื่องตรวจหาชนิดต่างๆ.....	15
9 ค่าเวลารีเทนชันของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและสารมาตรฐานภายใน ที่อุณหภูมิคอลัมน์ต่าง ๆ.....	30
10 ค่าเวลารีเทนชันและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของสารของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิด.....	30
11 สภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจหาแบบเครื่องจับยึดอิเล็กโตรอน..	31
12 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์และสมการเส้นตรงการถดถอยของกราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างน้ำที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว.....	38
13 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์และสมการเส้นตรงการถดถอยของกราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างดินที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์.....	38
14 ค่า LOD และ LOQ ของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างน้ำที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว.....	39

บัญชีตาราง (ต่อ)

ตาราง	หน้า
15 ค่า LOD และ LOQ ของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างดิน ที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์.....	39
16 ค่าร้อยละการกลับคืนและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างน้ำ ที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว.....	41
17 ค่าร้อยละการกลับคืนและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างดิน ที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์.....	41
18 ปริมาณของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่ตรวจพบในสารตัวอย่างน้ำ.....	44
19 ปริมาณของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่ตรวจพบในสารตัวอย่างดิน.....	44
20 เปรียบเทียบการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวกับการสกัดแบบอื่น ๆ....	49
21 เปรียบเทียบการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์กับการสกัดแบบอื่น ๆ...	52

บัญชีภาพประกอบ

ภาพประกอบ	หน้า
1 ส่วนประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ.....	14
2 ลักษณะของตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน.....	17
3 โครมาโทแกรมของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดและ สารละลายมาตรฐานภายใน ที่อุณหภูมิคอลัมน์ 250 °C	30
4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับชนิดของตัวทำละลาย...	32
5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคกับอัตราส่วนของ ตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์.....	33
6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับปริมาตรของตัว ทำละลาย.....	33
7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับเวลาที่ใช้ใน การสกัด.....	34
8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับเวลาที่ใช้ในการสกัด.....	35
9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับชนิดของตัวทำละลาย....	35
10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับวิธีการกำจัดสิ่งปนเปื้อน.....	37
11 กราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดใน ตัวอย่างน้ำที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบ ขั้นตอนเดียว.....	37
12 กราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดใน ตัวอย่างดินที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย แบบอัลตราโซนิกส์.....	37
13 โครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำที่ไม่ได้เติมสารมาตรฐาน.....	42
14 ตัวอย่างของโครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำที่เติมสารกลุ่มออร์กาโน คลอรีนทั้ง 4 ชนิดความเข้มข้น 2.00 mg/L และสารละลายมาตรฐาน ภายในความเข้มข้น 2.00 mg/L.....	42
15 โครมาโทแกรมของตัวอย่างดินที่ไม่ได้เติมสารมาตรฐาน.....	43

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
16 ตัวอย่างของโครมาโทแกรมของตัวอย่างดินที่เติมสารกลุ่ม ออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดความเข้มข้น 50.0 µg/kg และสารละลาย มาตรฐานภายในความเข้มข้น 100 µg/kg.....	43
17 การสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำด้วย วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว.....	61
18 การสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดินด้วย วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์.....	62
19 วิธีการคัดเลือกขนาดของเม็ดดิน.....	62

บทที่ 1

บทนำ

ภูมิหลัง

สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน (Organochlorine pesticides; OCPs) เป็นสารกำจัดศัตรูพืชที่เคยมีการใช้กันอย่างกว้างขวางในงานด้านเกษตรกรรมเพื่อป้องกันการรบกวนของวัชพืชและแมลงชนิดต่าง ๆ จากผลผลิตทางการเกษตร หรือในงานด้านสาธารณสุขเพื่อกำจัดสัตว์และแมลงที่เป็นพาหะนำโรค การใช้สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนอย่างแพร่หลายส่งผลให้เกิดปัญหาต่าง ๆ ขึ้นมากมาย ทั้งในด้านความเป็นพิษของสารประกอบกลุ่มออร์กาโนคลอรีนตลอดจนการปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมต่าง ๆ เช่น ในแหล่งน้ำ ดิน ผลผลิตทางการเกษตร ผลิตภัณฑ์ทางการประมง (นันทนา ต้นวัฒนกุล; และคนอื่น ๆ. 2524: 1-2)

สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนแบ่งได้เป็น 4 กลุ่ม ได้แก่

1. กลุ่มไดคลอโรไดฟีนิลไทรคลอโรเอเทนหรือดีดีที (Dichlorodiphenyltrichloroethane; DDT) และอนุพันธ์ของดีดีที (DDT analogues) ได้แก่ ไดคลอโรไดฟีนิลไทรคลอโรเอเทนหรือดีดีที (Dichlorodiphenyltrichloroethane; DDT) ไดคลอโรไดฟีนิลไดคลอโรเอทิลีนหรือดีดีอี (Dichlorodiphenyldichloroethylene; DDE) ไดคลอโรไดฟีนิลไดคลอโรเอเทนหรือดีดีดี (Dichlorodiphenyldichloroethane; DDD) เมทอกซีคลอร์ (Methoxychlor) เพอร์เทน (Perthane) ไดโคฟอล (Dicofol) และคลอโรเบนซิลเลต (Chlorobenzilate)
2. กลุ่มเบนซีนเฮกซะคลอไรด์ (Benzenehexachloride) ได้แก่ เบนซีนเฮกซะคลอไรด์หรือบีเอชซี (Benzenehexachloride; BHC) และลินเดน (Lindane)
3. สารประกอบไซโคลไดอีน (Cyclodiene compounds) ได้แก่ คลอร์เดน (Chlordane) อัลดริน (Aldrin) ดีลดริน (Dieldrin) เอนดริน (Endrin) และเฮปทาคลอร์ (Heptachlor)
4. สารประกอบเทอร์ปีน (Terpene compounds) ได้แก่ ทอกซาฟีน (Toxaphene) สโตรเบน (Strobane) และเอนโดซัลเฟน (Endosulfan)

สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนเริ่มมีการใช้ตั้งแต่ช่วงสงครามโลกครั้งที่ 2 ซึ่งเป็นที่นิยมมากกว่าสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มอื่นเนื่องจากกำจัดแมลงได้หลายชนิด อีกทั้งมีราคาถูก ต่อมาเมื่อทั่วโลกเริ่มมีการคำนึงถึงมลภาวะสิ่งแวดล้อมจากการใช้สารกำจัดศัตรูพืช จึงได้มีการตระหนักถึงความเป็นพิษและฤทธิ์ตกค้างของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน จากนั้นจึงมีการห้ามใช้สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มนี้ในที่สุด (สิริวัฒน์ วงษ์ศิริ. 2523: 64-66)

แม้ว่าในปัจจุบันสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มนี้จะถูกห้ามใช้ในหลายประเทศ แต่เนื่องจากสารกลุ่มนี้สลายตัวได้ยาก จึงยังคงตกค้างและปนเปื้อนอยู่ในสิ่งแวดล้อมเป็นจำนวนมาก ดังจะเห็นได้จากการวิเคราะห์สารกลุ่มนี้ในหลายประเทศ เช่น ประเทศบราซิล โปรตุเกส กรีซ เบลเยียม สเปน จีน แอฟริกาใต้ มาเลเซีย เวียดนาม รวมทั้งไทย

ดังนั้นการพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารกลุ่มนี้ให้มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น จึงเป็นสิ่งสำคัญและเป็นประโยชน์ในการศึกษาการปนเปื้อนหากมีการลักลอบใช้สารดังกล่าว ตลอดจนติดตามปริมาณการแพร่กระจายและตกค้างในสิ่งแวดล้อม เพื่อเป็นข้อมูลในการแก้ไขปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมต่อไป

ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างสิ่งแวดล้อมด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี จะต้องทำการสกัดและกำจัดสิ่งปนเปื้อนก่อนนำไปวิเคราะห์ ซึ่งเป็นขั้นตอนที่ค่อนข้างยุ่งยาก ใช้ตัวทำละลายมากและใช้เวลานาน

ด้วยเหตุนี้ผู้วิจัยจึงได้ศึกษาและพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างสิ่งแวดล้อมให้มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น โดยคำนึงถึงความรวดเร็วในการวิเคราะห์ การใช้สารเคมีปริมาณน้อย ๆ เป็นวิธีการที่สะดวกและสามารถวิเคราะห์สารปริมาณน้อย ๆ ได้อย่างถูกต้อง

ความมุ่งหมายของการวิจัย

เพื่อพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ความสำคัญของการวิจัย

1. ได้วิธีการที่เหมาะสมสำหรับการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนจากตัวอย่างน้ำและดินเพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี
2. นำวิธีการที่พัฒนานี้ไปประยุกต์ใช้กับการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างสิ่งแวดล้อมจากแหล่งต่าง ๆ ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ขอบเขตของการวิจัย

1. สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่ศึกษา ได้แก่ อัลดริน ดีลด์ริน เบต้า-เอนโดซัลเฟน และพารา-พาราดีดีที
2. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน คือ เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน (Gas chromatograph - Electron capture detector: GC-ECD)
3. วิธีการที่ใช้สกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำ คือการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว (Single-step solvent extraction: SSE) และในตัวอย่างดินคือการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิก (Ultrasonic solvent extraction: USE)
4. ดรรชนีชี้วัดที่แสดงประสิทธิภาพของวิธีการ ได้แก่ ความแม่นยำ (Accuracy) ความเที่ยง (Precision) ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาได้ (Limit of detection: LOD) และค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์ได้ (Limit of quantitation: LOQ)
5. ตัวอย่างดินที่ใช้ในการหาสถานะที่เหมาะสม ตัวอย่างน้ำและดินจากแหล่งธรรมชาติ ได้มาจากสำนักงานวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ผู้วิจัยได้ศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องในหัวข้อต่อไปนี้

1. สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน
2. เทคนิคเตรียมสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์
3. เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี
4. การวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน

สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนเป็นสารอินทรีย์สังเคราะห์ ภายในโมเลกุลประกอบด้วยธาตุคาร์บอน คลอรีน ไฮโดรเจน เป็นองค์ประกอบหลัก บางสารอาจมีธาตุออกซิเจนและกำมะถันเป็นองค์ประกอบร่วม สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนจำแนกออกเป็นกลุ่มต่าง ๆ ดังนี้

1. กลุ่มดีดีทีและอนุพันธ์ของดีดีที ได้แก่ ดีดีที ดีดีดี ดีดีดี ดีโคพอล และเมทอกซีคลอร์ ออธมาร์ ซิดเลอร์ (Othmar Zeidler) ชาวเยอรมันเป็นผู้สังเคราะห์ดีดีที ขึ้นเป็นครั้งแรกในปี ค.ศ. 1873 แต่ยังไม่มีการนำไปใช้ในการกำจัดศัตรูพืช จนกระทั่ง พอล มุลเลอร์ (Paul Muller) ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับสมบัติในการใช้กำจัดแมลงและมีการผลิตออกสู่ตลาดในปี ค.ศ. 1942 มีการใช้อย่างแพร่หลายทั่วโลกในช่วงระยะกว่า 20 ปีนับตั้งแต่เริ่มมีการขาย สาเหตุที่ดีดีทีเป็นที่นิยมเนื่องจากความเป็นพิษต่อแมลงหลายชนิด เช่น ใช้ในการควบคุมโรคมาลาเรีย กำจัดหมัด เหาและไรศัตรูพืช ออกฤทธิ์ได้นาน ความเป็นพิษอยู่ในระดับปานกลางและราคาถูก แต่หลังจากปี ค.ศ. 1871 ปริมาณการใช้ดีดีทีเริ่มลดลงเนื่องจากเกิดปัญหามลภาวะในสิ่งแวดล้อม จึงมีการห้ามใช้สารดีดีทีในหลายประเทศทั่วโลก (Matsumura. 1980: 47-64)

2. กลุ่มเบนซีนเฮกซะคลอไรด์ ได้แก่ บีเอชซี เป็นสารประกอบที่มีไอโซเมอร์มากถึง 5 ไอโซเมอร์ คือ แอลฟา เบต้า แกมมา เดลต้า และเฮปซิลอน แต่แกมมาไอโซเมอร์มีความเป็นพิษต่อแมลงสูงที่สุด จึงมีการผลิตแยกเฉพาะแกมมาไอโซเมอร์ มีชื่อสามัญว่าลินเดน สารดังกล่าวสามารถใช้กำจัดแมลงได้หลายชนิด เช่น หนอนผีเสื้อ เพลี้ย ปลวก เป็นต้น อย่างไรก็ตามสารกลุ่มนี้ถูกห้ามใช้ในหลายประเทศเนื่องจากมีพิษตกค้างนาน อีกทั้งยังเป็นพิษต่อระบบหายใจ (สุภาณี พิมพ์สมาน. 2540: 25-27)

3. กลุ่มสารประกอบไซโคลไดอิน ได้แก่ คลอร์เดน อัลดริน ดีลดริน และเฮปทาคลอร์ สารกลุ่มไซโคลไดอินถูกสร้างขึ้นหลังสงครามโลกครั้งที่ 2 สารตัวแรกที่ถูกสร้างขึ้นในปี ค.ศ. 1945 คือ สารคลอร์เดน อัลดริน และดีลดรินถูกสร้างเป็นลำดับต่อมาในปี ค.ศ. 1948 ตามด้วยสารเฮปทาคลอร์ ในปี ค.ศ. 1949 สารกลุ่มนี้มีพิษตกค้างในดินนาน โดยปกติจะใช้สารกลุ่มนี้ในการควบคุมแมลงปีกแข็ง และปลวก สารประเภทนี้ทนทานต่อการสลายตัวด้วยแสงแดด และยังมีการสะสมในห่วงโซ่อาหาร สารในกลุ่มนี้หลายชนิดจึงถูกห้ามใช้ เนื่องมาจากการสร้างความต้านทานของแมลง อีกทั้งยังมีพิษต่อ ปลาและสิ่งแวดล้อมรุนแรง สารกลุ่มนี้ถูกห้ามใช้ควบคุมแมลงศัตรูพืชทางเกษตรตั้งแต่ปี ค.ศ. 1975

4. กลุ่มสารประกอบเทอร์ปีน ได้แก่ ทอกซาฟีน เอนโดซัลเฟน และสโทรเบน สารทอกซาฟีนใช้กันมากในการควบคุมแมลงศัตรูพืช โดยครั้งแรกมีการผสมกับดีดีทีเนื่องจากหากใช้เพียงตัวเดียวจะให้ประสิทธิภาพต่ำ หลังจากแมลงศัตรูพืชสร้างความต้านทานต่อดีดีที ในปี ค.ศ. 1965 จึงใช้สารทอกซาฟีนผสมกับสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส สารกลุ่มนี้มีการตกค้างในดินนานแต่สั้นกว่ากลุ่มสารประกอบไซโคลไดอิน หากปนเปื้อนที่บริเวณใบพืชสามารถระเหยภายใน 3-4 สัปดาห์ สารนี้จะสูญเสียไปกับการระเหยมากกว่าการสลายตัวด้วยแสงหรือพืช ถูกย่อยสลายได้ง่ายในสัตว์ เลือดอุ่นและนก สะสมในไขมันน้อยกว่าดีดีที บีเอชซี และสารประกอบไซโคลไดอิน แต่มีพิษสูงต่อปลา สารทอกซาฟีนถูกห้ามใช้ในปี ค.ศ. 1983 เนื่องจากเป็นสารที่อาจก่อให้เกิดมะเร็งและมีพิษตกค้างนาน แต่ยังคงมีการใช้สารเอนโดซัลเฟนในการควบคุมแมลงศัตรูพืช เช่น กำจัดหอยเชอรี่ในนาข้าว เป็นต้น (สุภาณี พิมพ์สมาน. 2540: 26-27)

สูตรโครงสร้างของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนบางชนิด แสดงในตาราง 1

การแพร่กระจายของสารกำจัดศัตรูพืชในดินและน้ำ

การแพร่กระจายของสารกำจัดศัตรูพืชในตัวอย่างดิน ในการเพาะปลูกพืชนั้น เกษตรกรส่วนใหญ่ต้องใช้สารกำจัดศัตรูพืชทั้งก่อนปลูก ขณะที่พืชกำลังเติบโต และก่อนการเก็บเกี่ยว ดินจึงเป็นแหล่งรองรับสารเหล่านี้โดยตรง นอกจากนี้สารกำจัดศัตรูพืชบางชนิดยังนิยมใช้ในอาคารบ้านเรือนด้วย ทำให้โอกาสที่สารเหล่านี้จะสะสมในดินจึงมีมากยิ่งขึ้น สารกำจัดศัตรูพืชที่ตกค้างอยู่ในดิน อาจมีการเปลี่ยนแปลงไปในหลายลักษณะ เช่น สลายตัวด้วยแสงแดด เคลื่อนย้ายไปสู่แหล่งน้ำ เป็นต้น สารกำจัดศัตรูพืชบางชนิดอาจสลายตัวได้ง่ายเมื่ออยู่ในดิน แต่สารกำจัดศัตรูพืชบางชนิดมีความคงทนมากในดิน สามารถตกค้างในดินได้เป็นเวลานาน ๆ โดยเฉพาะสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนซึ่งมีความคงทนในธรรมชาติสูงและมีอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม

การแพร่กระจายของสารกำจัดศัตรูพืชในตัวอย่างน้ำ การปนเปื้อนของสารกำจัดศัตรูพืชในแหล่งน้ำนั้น มาจากหลายสาเหตุด้วยกัน เช่น การใช้สารกำจัดศัตรูพืชในบริเวณพื้นที่เกษตรใกล้กับ

แหล่งน้ำ การกัดเซาะดินของฝนและน้ำไหลบ่าหน้าดินผ่านพื้นที่ที่มีการใช้สารกำจัดศัตรูพืชแล้วไหลลงสู่แหล่งน้ำ เป็นต้น (นวลศรี ทยาพัชร. 2533: 27-28)

สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนเป็นสารอันตรายที่ก่อให้เกิดผลเสียต่อสุขภาพ กลุ่มคนที่ได้รับสารเคมีชนิดนี้ ได้แก่ เกษตรกร ผู้ที่อาศัยในบริเวณที่มีการใช้ ตลอดจนผู้ที่บริโภคผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรที่มีการตกค้างของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน (Tweedy; et al. 1990: 162)

การเข้าสู่ร่างกายของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนแบ่งได้ 3 ทาง คือ

ทางผิวหนัง จากการศึกษาพบว่าร้อยละ 90 ของสารกำจัดศัตรูพืชเข้าสู่ร่างกายโดยตรง

ทางการหายใจ เกษตรกรที่ฉีดพ่นสารกำจัดศัตรูพืชมีความเสี่ยงในการรับสารลักษณะนี้เข้าไปมากที่สุด

โดยการกลืนกิน เช่น เมื่อรับประทานอาหารหรือดื่มน้ำที่ปนเปื้อนสารกำจัดศัตรูพืชเข้าไป

การแสดงอาการหลังจากที่ได้รับสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนมีอยู่ 2 แบบ (ศักดิ์ศรีนิเวศน์. 2546: 2-9) คือ

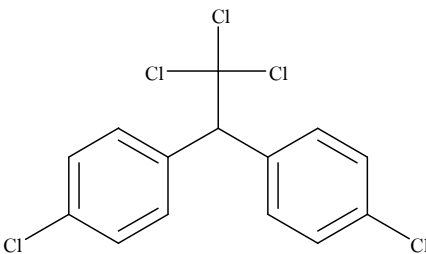
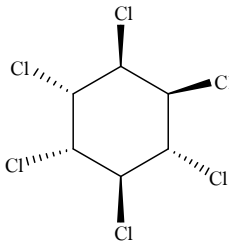
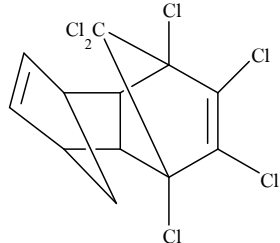
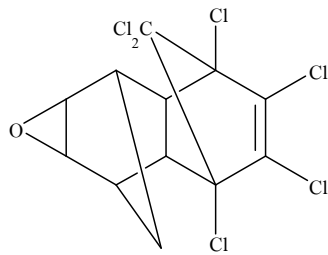
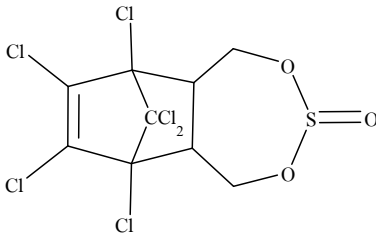
พิษเฉียบพลัน อาการจะเกิดขึ้นทันทีที่ได้รับสารพิษ เช่น ปวดศีรษะ มึนงง คลื่นไส้ อาเจียน เจ็บหน้าอก ปวดกล้ามเนื้อ ท้องร่วง เป็นตะคริวหรือตาย เป็นต้น

พิษเรื้อรัง เกิดขึ้นเมื่อได้รับพิษของสารกำจัดศัตรูพืชแล้วอาการจะเกิดขึ้นช้า ใช้เวลานาน อาจเป็นเดือนหรือเป็นปีภายหลังจากที่ได้รับสารพิษ เช่น การเป็นหมัน การเสื่อมสมรรถภาพทางเพศ การเป็นอัมพฤกษ์ อัมพาต และมะเร็ง เป็นต้น

ความเป็นพิษและความคงทนของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนแสดงในตาราง 2

และ 3

ตาราง 1 สูตรโครงสร้างของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนบางชนิด

สาร	สูตรโครงสร้าง
1. กลุ่มดีดีทีและอนุพันธ์ของดีดีที พารา-พาราดีดีที	
2. กลุ่มเบนซีนเฮกซะคลอไรด์ แกมมา-บีเอชซี หรือ ลินเดน	
3. สารประกอบไซโคลไดอิน อัลดริน	
ดีลดริน	
4. สารประกอบเทอร์ปีน เอนโดซัลเฟน	

ตาราง 2 ความเป็นพิษของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนบางชนิด

สารเคมี	LD ₅₀ (mg/kg) ในหนูตัวผู้	
	ทางปาก	ทางผิวหนัง
ดีดีที	113	2510
ไดโคพอล	570	> 5000
เมทอกซีคลอร์	6000	2820
ลินเดน	88	1000
ดีลดริน	37	60
อัลดริน	38	98
เฮปทาคลอร์	147	119
เอนโดซัลเฟน	160	> 500

ที่มา: อุดมลักษณ์ อุณจิตต์วรรณะ. (2548). พิษและกลไกการออกฤทธิ์ของวัตถุมีพิษเกษตร. หน้า 45-58.

ตาราง 3 ความคงทนของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนบางชนิดในดิน

สารเคมี	ค่าครึ่งชีวิต (ปี)
ดีดีที	3-10
บีเอชซี	2
ดีลดริน	1-7
อัลดริน	1-4
เฮปทาคลอร์	3-5
พอกซาฟิน	10

ที่มา: สุภาณี พิมพ์สมาน. (2548). สารฆ่าแมลง. หน้า 75.

การที่สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนละลายน้ำได้น้อยมาก ทำให้สารกลุ่มนี้มีความคงทนในแหล่งน้ำ นอกจากนี้ยังอาจจับกับอนุภาคของดินและสารแขวนลอยต่าง ๆ ที่อยู่ในน้ำ ส่วนใหญ่จะจมสู่ท้องน้ำแล้วไปสะสมในตะกอน (Edward. 1973: 542) ประเทศไทยได้กำหนดปริมาณของสารกำจัดศัตรูพืชที่มีได้ในแหล่งน้ำและดินธรรมชาติดังแสดงในตาราง 4 และ 5 นอกจากนี้มีรายงานผลการวิเคราะห์สารตกค้าง พบวัตถุมีพิษในดินดังแสดงในตาราง 6 และ 7

ตาราง 4 ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชที่กำหนดให้มีได้ในแหล่งน้ำธรรมชาติในประเทศไทย

สารเคมี	ปริมาณที่ยอมให้มีได้
สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนรวม	< 0.05 mg/L
ดีดีที	< 1.00 µg/L
ดีลดริน	< 0.10 µg/L
อัลดริน	< 0.10 µg/L

ที่มา: คณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ. ประกาศคณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ ฉบับที่ 8 (พ.ศ. 2537) เรื่อง กำหนดมาตรฐานคุณภาพน้ำในแหล่งน้ำผิวดิน.

ตาราง 5 ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชที่กำหนดให้มีได้ในแหล่งดินธรรมชาติในประเทศไทย

สารเคมี	ปริมาณที่ยอมให้มีได้
ดีดีที	< 17.00 mg/kg
ลินเดน	< 4.40 mg/kg
ดีลดริน	< 0.30 mg/kg
คลอเดน	< 16.00 mg/kg

ที่มา: คณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ. ประกาศคณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ ฉบับที่ 25 (พ.ศ. 2547) เรื่อง กำหนดมาตรฐานคุณภาพดิน.

ตาราง 6 ผลการวิเคราะห์พิษตกค้างในดินที่พบในประเทศไทยตั้งแต่ ปี ค.ศ. 1995–1998

สารเคมี	ปริมาณที่พบในดิน (mg/kg)			
	ปี ค.ศ. 1995	ปี ค.ศ. 1996	ปี ค.ศ. 1997	ปี ค.ศ. 1998
ดีดีทีรวม	0.000-1.198	0.000-1.524	0.000-1.460	0.000-0.0244
เฮปตะคลอรัลรวม	0.000-2.180	0.000-0.058	0.000-0.010	0.000-0.072
อัลดรินกับไดโคฟอล	0.000-5.002	0.000-0.365	0.000-0.019	0.014-0.137
แกมมา-บีเอชซี	0.000-0.003	-	-	0.000-0.014
เอนโดซัลเฟน	-	0.000-0.149	-	0.006

ที่มา: กองวัตถุมีพิษการเกษตร. (2542). *วัตถุมีพิษทางการเกษตรมีประสิทธิผลและปลอดภัยถ้าใช้อย่างถูกต้องและเหมาะสม*. หน้า 60

ตาราง 7 ปริมาณของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่พบในประเทศเวียดนาม ปี ค.ศ. 2006

สารเคมี	ปริมาณที่พบในดิน (ng/g)
ดีดีทีรวม	> 0.02 - 171.83
พารา-พารา ดีดีที	> 0.02 – 40.96
พารา-พารา ดีดีอี	> 0.02 – 98.65
พารา-พารา ดีดีดี	> 0.02 – 49.36

ที่มา: Vu Duc, Toan.; et al. (2007). Contamination by Selected Organochlorine Pesticides (OCPs) in Surface Soils in Hanoi, Vietnam. *Bulletin Environmental Contamination Toxicology*. (78): 195-200.

จะเห็นได้ว่ายังคงมีการตรวจพบการปนเปื้อนของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในสิ่งแวดล้อม ดังนั้นการพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารกลุ่มนี้ในตัวอย่างสิ่งแวดล้อมต่าง ๆ ให้มีประสิทธิภาพ

ยิ่งขึ้น จึงเป็นสิ่งสำคัญและเป็นประโยชน์ในการนำมาใช้ติดตามการสะสมและปนเปื้อนของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในสิ่งแวดล้อม เพื่อเป็นข้อมูลในการแก้ไขปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมต่อไป

เทคนิคการเตรียมสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. การสกัดด้วยตัวทำละลาย (Liquid – liquid extraction: LLE)

เป็นวิธีที่อาศัยความสามารถในการละลายของสารตัวอย่างในตัวทำละลายสองชนิดที่ไม่ละลายซึ่งกันและกัน (วรรณภา กาญจนมยุร. 2544: 8-9) โดยสภาพขั้วของตัวทำละลายมีผลต่อประสิทธิภาพของการสกัด ดังนั้นการเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมจึงมีความสำคัญมาก ตัวทำละลายที่ใช้ในงานวิจัยที่ผ่านมา เช่น ไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane) เอทิลแอซีเตต (Ethyl acetate) เฮกเซน (Hexane) สารละลายผสมระหว่างเอทิลแอซีเตตกับเฮกเซน เป็นต้น สำหรับการสกัดแบบนี้มักทำการสกัดหลาย ๆ ครั้งเพื่อให้สามารถสกัดสารที่ต้องการนำไปวิเคราะห์ได้มาก แต่หากสารตัวอย่างนั้นมีองค์ประกอบของไขมันหรือสิ่งปนเปื้อนอยู่ในปริมาณสูงต้องนำไปผ่านกระบวนการกำจัดสิ่งปนเปื้อนออกจากสารที่สกัดก่อน วิธีที่นิยมใช้ ได้แก่ วิธีโครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์ (Column chromatography) ตัวอย่างเช่นการวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำผึ้ง หลังจากสกัดด้วยไดคลอโรมีเทน 10 mL จำนวน 3 ครั้งแล้วต้องนำไปผ่านคอลัมน์ที่บรรจุด้วยซิลิกาเจล แล้วจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Rial-Otero; et al. 2007: 503-514) สำหรับข้อเสียของการสกัดด้วยตัวทำละลายนี้คือใช้ปริมาณของตัวทำละลายมากและใช้เวลาค่อนข้างนาน

2. การสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว (Single - step solvent extraction: SSE)

เป็นวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายที่ใช้ปริมาณสารตัวอย่างน้อย มีขั้นตอนที่ง่ายและรวดเร็ว อีกทั้งยังลดปริมาณการใช้ตัวทำละลายอีกด้วย โดยผสมสารตัวอย่างเข้ากับตัวทำละลายแล้วเขย่าด้วยความเร็วสูงเพื่อให้เกิดการแบ่งส่วนการละลายในตัวทำละลาย ทำให้สามารถแยกสารตัวอย่างออกมาได้ เช่น ในการวิเคราะห์ปริมาณสารกลุ่มแอมเฟตามีน เมื่อนำสารตัวอย่างและตัวทำละลายมาผสมกันแล้วเขย่าด้วยความเร็ว 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำสารที่สกัดได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี – แมสสเปกโตรเมทรี (Gas chromatography - mass spectrometry) ได้ทันที (Kankaanpaa; et al. 2004: 57-68)

3. การสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิก (Ultrasonic solvent extraction: USE)

เป็นเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายอีกประเภทหนึ่งที่มีใช้กับการสกัดสารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง โดยเฉพาะในตัวอย่างดินหรือตะกอนกันอย่างแพร่หลาย เพราะนอกจากทำให้ตัวทำละลายกับสารตัวอย่างผสมกันได้ดีแล้วยังทำให้ดินหรือตะกอนไม่จับกันเป็นก้อน ทำให้สารตัวอย่างสามารถ

สัมผัสกับตัวทำละลายได้มากขึ้นอีกด้วย ในการสกัดด้วยเทคนิคนี้จะเติมตัวทำละลายลงในสารตัวอย่างแล้วผ่านคลื่นเสียงที่มีความถี่สูง สารตัวอย่างจะเข้าไปอยู่ในชั้นของตัวทำละลายที่เหมาะสม จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการกำจัดสิ่งปนเปื้อน ก่อนนำไปวิเคราะห์ต่อไป ตัวอย่างเช่น ในการวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในดิน หลังจากที่ได้สกัดด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคส์ต้องนำไปผ่านคอลัมน์ที่บรรจุอะลูมินา (Alumina) แล้วจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Tor; Aydin; & Ozcan. 2006: 173-180)

4. การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง (Solid phase extraction: SPE)

เทคนิคการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งเริ่มพัฒนาขึ้นในปี ค.ศ.1970 เพื่อใช้แทนการสกัดด้วยตัวทำละลาย โดยอาศัยความสามารถในการกระจายของสารบนวัฏภาคที่แตกต่างกัน 2 วัฏภาคคือ วัฏภาคคงที่ (Stationary phase) ซึ่งเป็นของแข็งและวัฏภาคเคลื่อนที่ (Mobile phase) ที่เป็นของเหลว ก่อนทำการสกัดมักมีการทำสภาวะภายในของวัฏภาคของแข็งให้เหมาะสมก่อนโดยผ่านตัวทำละลายที่มีสภาพขั้วใกล้เคียงกับสารละลายตัวอย่างที่ต้องการสกัดลงไป จากนั้นจึงผ่านสารละลายตัวอย่างเข้าไป สารตัวอย่างจะถูกยึดไว้ในส่วนของวัฏภาคของแข็ง จากนั้นชะออกด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม วัฏภาคของแข็งที่ใช้ในการสกัดด้วยของแข็งมีหลายชนิดได้แก่ แบบแผ่น (Disk) แบบคาร์ทริดจ์ (Cartridge) และแบบเข็มฉีดยา (Syringe) (วรรณภา กาญจนมยุร. 2544: 8-24) เช่น ในการวิเคราะห์สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างซีรัมของมนุษย์ ทำได้โดยการทำให้โปรตีนซีรัมเสียสภาพด้วยกรดฟอร์มิก นำสารละลายที่ได้ผ่านลงในวัฏภาคของแข็งแบบแผ่น จากนั้นชะด้วยตัวทำละลายผสมระหว่าง เอทิลเอซีเตต เฮกเซน และ ไทโรเอทิลเอมีน ล้างสารละลายที่ชะออกมาด้วยกรดฟอร์มิกอีกครั้งแล้วจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Pauwels, A.; et al. 1999: 117-125) ในปัจจุบันยังมีการพัฒนาเทคนิคการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งแบบต่าง ๆ ขึ้น เพื่อให้เกิดความหลากหลายและมีสมรรถนะที่สูงขึ้น เช่น การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งแบบย่อยส่วน (Solid phase micro extraction; SPME) เป็นต้น

5. การกระจายเมทริกซ์ในวัฏภาคของแข็ง (Matrix solid – phase dispersion: MSPD)

เป็นเทคนิคที่รวมเทคนิคการสกัดและการกำจัดสิ่งปนเปื้อนเข้าไว้ด้วยกัน พัฒนาขึ้นครั้งแรกในปี ค.ศ.1989 ข้อดีของเทคนิคนี้คือใช้ตัวทำละลายค่อนข้างน้อย (Rial-Otero, R.; et al. 2007: 503-514) นอกจากนี้ยังลดขั้นตอนของการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นของแข็งและการกำจัดสิ่งปนเปื้อน เช่น ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตในตัวอย่างดิน ทำได้โดยนำสารตัวอย่างมาผสมกับฟลูอริซิลแล้วนำไปบรรจุไว้ในคอลัมน์ จากนั้นชะด้วยเอซีโตน นำสารที่แยกได้ไปวิเคราะห์ต่อไป (Garcia, M.; Rodriguez, I.; & Cela, R. 2007: 247-253)

เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

แก๊สโครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารผสมโดยอาศัยหลักการกระจายตัวของสารระหว่างวัฏภาคที่แตกต่างกันคือวัฏภาคเคลื่อนที่ (Mobile phase) และวัฏภาคคงที่ (Stationary phase) โดยวัฏภาคเคลื่อนที่เป็นแก๊สเรียกว่าแก๊สพา (Carrier gas) ซึ่งจะไหลผ่านคอลัมน์ตลอดเวลาขณะทำการวิเคราะห์สาร ส่วนวัฏภาคคงที่เป็นของแข็งหรือของเหลวเคลือบอยู่บนของแข็งบรรจุในคอลัมน์หรือของเหลวเคลือบอยู่ที่ผนังด้านในคอลัมน์ เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีสามารถแบ่งออกเป็น 2 เทคนิคตามชนิดของวัฏภาคคงที่ คือ

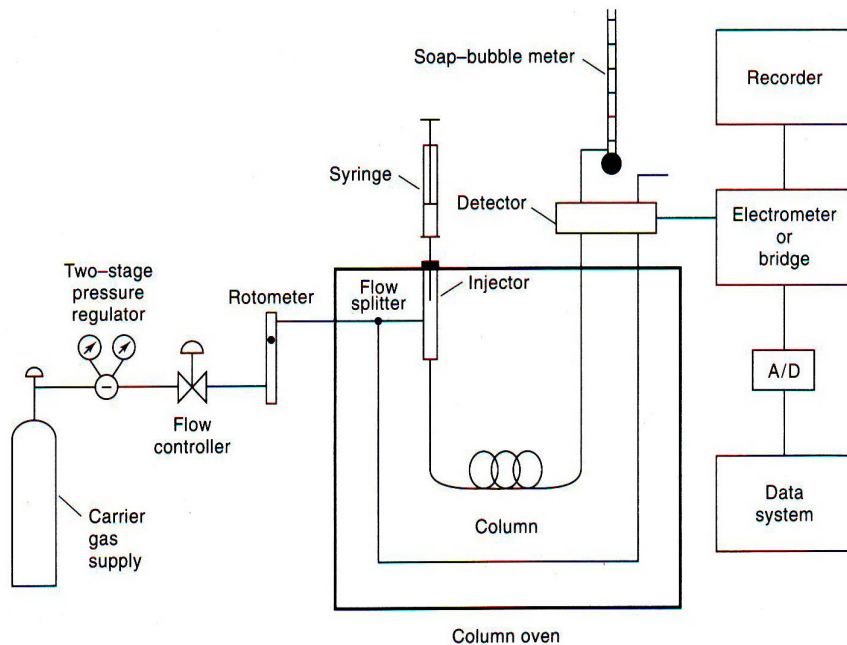
แก๊สโครมาโทกราฟีแบบของแข็ง (Gas solid chromatography) โครมาโทกราฟีประเภทนี้จะใช้ของแข็งเป็นวัฏภาคคงที่ กลไกการแยกสารที่เกิดขึ้นเป็นแบบการดูดซับ ดังนั้นการแยกสารจะดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับคุณสมบัติการดูดซับของสารที่บรรจุในคอลัมน์โดยทั่วไปแล้วโครมาโทกราฟีชนิดนี้เหมาะสำหรับการใช้วิเคราะห์แก๊ส

แก๊สโครมาโทกราฟีแบบของเหลว (Gas liquid chromatography) โครมาโทกราฟีประเภทนี้จะใช้ของเหลวที่เคลือบอยู่บนของแข็งหรือของเหลวเคลือบบนผนังของคอลัมน์ การแยกสารผสมใช้หลักการกระจายตัวของสารในวัฏภาคคงที่ได้แตกต่างกัน โดยแก๊สโครมาโทกราฟีแบบนี้เป็นที่นิยมมากเนื่องจากสารที่ใช้เป็นวัฏภาคคงที่มีให้เลือกใช้งานได้กว้าง นอกจากนี้ของเหลวยังสามารถเคลือบภายในคอลัมน์ชนิดคาปิลลารีได้ง่าย ซึ่งเป็นคอลัมน์ที่ใช้กันมากในปัจจุบัน (Willett. 1991: 1-3)

หลักการคือเมื่อตัวอย่างได้รับความร้อนจะกลายเป็นไอ แก๊สพาจะพาสารตัวอย่างเข้าสู่คอลัมน์ องค์ประกอบของสารจะถูกแยกออกจากกันภายในคอลัมน์ซึ่งบรรจุด้วยวัฏภาคคงที่ และเข้าสู่ตัวตรวจหา

ส่วนประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

ส่วนประกอบของเครื่องมือดังแสดงในภาพประกอบ 1 ได้แก่ แก๊สพา (Carrier gas) ระบบนำเข้าสู่สารตัวอย่าง (Injection system) คอลัมน์ (Column) ตู้อบ (Oven) ตัวตรวจหา (Detector) และเครื่องบันทึกสัญญาณ (Recorder)



ภาพประกอบ 1 ส่วนประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

ที่มา: Douglas, Skoog. A.; & James, Leary. J. (1992). *Principles of Instrumental analysis*. p. 607

1. แก๊สพา ใช้แก๊สเฉื่อย เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดปฏิกิริยาใด ๆ ในคอลัมน์และไม่เกิดอันตรกิริยาใด ๆ กับสารที่จะวิเคราะห์หรือวัฏภาคคงที่ ตัวอย่างของแก๊สพาได้แก่ ไฮโดรเจน ฮีเลียม ไนโตรเจน แก๊สพาที่ใช้ต้องมีความบริสุทธิ์สูงและต้องพิจารณาถึงความปลอดภัยต่อผู้ใช้เครื่องมือและมีความเหมาะสมกับตัวตรวจหา อัตราการไหลของแก๊สพาจะมีผลต่อประสิทธิภาพคอลัมน์ ดังนั้นในการวิเคราะห์สารจะต้องมีการวัดหรือควบคุมอัตราการไหลของแก๊สพา แก๊สพาที่เหมาะสมกับตัวตรวจหาชนิดต่าง ๆ ดังแสดงในตาราง 8

ตาราง 8 แก๊สพาที่เหมาะสมสำหรับตัวตรวจหาชนิดต่าง ๆ

ตัวตรวจหา	แก๊สพา	แก๊สเชื้อเพลิง (Fuel gas)	แก๊สช่วย (Auxiliary gas)
Thermal conductivity	He	-	-
Flame ionization	N ₂	H ₂	Air
Electron capture	N ₂ or He	-	-
Flame photometric	He	H ₂	Air or O ₂

2. ระบบนำเข้าสู่สารตัวอย่าง

การวิเคราะห์ด้วยระบบแก๊สโครมาโทกราฟีสามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างได้ทั้ง 3 สถานะ คือ ของเหลว แก๊ส และของแข็ง โดยสารตัวอย่างจะต้องเป็นสารที่ระเหยง่ายหรือสามารถทำให้กลายเป็นอนุพันธ์ที่ระเหยง่าย มีจุดเดือดต่ำกว่า 400 °C

กรณีสารตัวอย่างเป็นของเหลว และแก๊ส จะมีระบบนำเข้าสู่โดยการฉีด สำหรับของเหลว จะใช้ตัวอย่างอยู่ในช่วง 0.1 µL ถึง 1.0 µL โดยใช้เข็มฉีดยา (Microsyringe) ฉีดผ่านเซปตัม ซึ่งทำด้วยยางซิลิโคนที่มีความยืดหยุ่น ทำให้สารตัวอย่างและแก๊สพาไม่ดันย้อนกลับออกมา ควบคุมอุณหภูมิคงที่และสูงพอที่จะทำให้ตัวอย่างเปลี่ยนสถานะเป็นไอ สำหรับสารตัวอย่างที่เป็นแก๊สจะใช้ปริมาณตัวอย่างมากกว่าของเหลว คือประมาณ 1 µL ถึง 10 mL กรณีตัวอย่างเป็นของแข็งจะนำไปละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมก่อนนำมาวิเคราะห์ สำหรับตัวอย่างที่มีจุดเดือดสูงกว่า 400 °C ไม่สามารถวิเคราะห์ได้ เช่น สารพอลิเมอร์ ตัวอย่างดิน เส้นใยต่าง ๆ ต้องทำการแยกสลายด้วยความร้อน โดยตัวอย่างจะถูกทำให้แตกตัวเป็นโมเลกุลย่อย ๆ ซึ่งเครื่องมือนี้เรียกว่าไพโรไลเซอร์ (Pyrolyzer) โดยจะต่อเข้าแทนที่ระบบนำเข้าสู่แบบฉีด การวิเคราะห์จะต้องเลือกอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับตัวอย่างแต่ละชนิด

กรณีตัวอย่างเป็นสารผสมระหว่างแก๊สและของเหลวที่มีความหนืดน้อยหรือสารผสมที่ระเหยง่ายอยู่ร่วมกับสารที่ระเหย จะใช้วิธีนำเข้าสู่ตัวอย่างแบบเฮดสเปซ (Head space) โดยตัวอย่างจะใส่ในขวดที่มีฝาปิด โดยขวดใส่สารตัวอย่างไว้ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ เมื่อได้รับความร้อนสารตัวอย่างที่ระเหยง่ายจะระเหยเข้าสู่คอลัมน์ของเครื่องโครมาโทกราฟีโดยตรงหรือโดยการฉีด

3. ตู้อบและคอลัมน์

ตู้อบเป็นส่วนประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้ควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ จึงต้องสามารถควบคุมอุณหภูมิได้ถูกต้องและคงที่ มีระบบการเพิ่มลดอุณหภูมิได้อย่างรวดเร็ว คอลัมน์

บรรจุอยู่ในตู้อบ โดยปลายข้างหนึ่งต่อกับระบบนำเข้าสู่สารตัวอย่างและปลายอีกด้านหนึ่งต่อเข้ากับตัวตรวจหา คอลัมน์เป็นส่วนสำคัญที่สุดในการแยกองค์ประกอบของสารต่างๆออกจากกัน คอลัมน์แบ่งออกเป็นสองแบบคือ แพ็คคอลัมน์และคาพิลลารีคอลัมน์

3.1 แพ็คคอลัมน์ ประกอบด้วยท่อกลวงเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2 ถึง 6 mm ยาวประมาณ 1 ถึง 4 m คอลัมน์จะถูกขุดไว้ในตู้อบ คอลัมน์จะบรรจุด้วยวัสดุคงที่ที่เป็นของแข็งหรือของเหลวที่เคลือบอยู่บนของแข็ง วัสดุที่ใช้ทำคอลัมน์มีหลายชนิด เช่น แก้ว สแตนเลส พอลิเมอร์ อะลูมิเนียม ทองแดง เป็นต้น การเลือกใช้คอลัมน์ที่ทำด้วยวัสดุชนิดใดนั้น จะต้องพิจารณาว่าวัสดุที่ใช้ นั้นจะต้องไม่เกิดปฏิกิริยากับวัสดุคงที่ วัสดุเคลื่อนที่ หรือตัวอย่าง และมีความคงทนต่อความร้อนที่สูงได้

3.2 คาพิลลารีคอลัมน์ เป็นคอลัมน์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเล็ก ประมาณ 0.2 ถึง 0.5 mm ความยาวคอลัมน์ประมาณ 25 ถึง 100 m ภายในคาพิลลารีจะเคลือบด้วยของเหลวที่ทำหน้าที่เป็นวัสดุคงที่

ลำดับของการชะสารออกจากคอลัมน์ ขึ้นอยู่กับ

- จุดเดือดของสาร สารที่มีจุดเดือดต่ำจะออกมาก่อน ถ้าเป็นสารประเภทเดียวกัน

ลำดับการถูกชะจะเรียงตามจำนวนคาร์บอนอะตอมจากน้อยไปมาก

- ลำดับของการชะขึ้นอยู่กับคุณสมบัติความเป็นขั้วและขึ้นอยู่กับอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นของสารตัวอย่างกับวัสดุคงที่

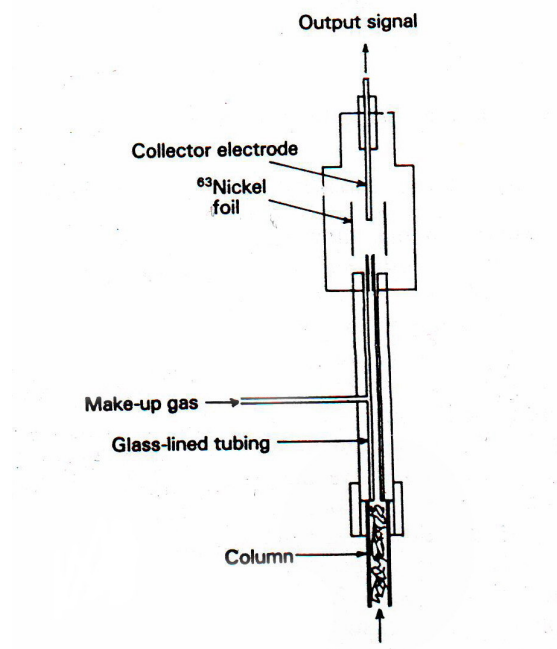
การใช้อุณหภูมิสูงเกินไปจะทำให้สารถูกชะออกมาเร็ว ทำให้ประสิทธิภาพการแยกต่ำ แต่ถ้าใช้อุณหภูมิต่ำจะทำให้สารออกมาช้า เสียเวลา ดังนั้นกรณีสารผสมหลายชนิด และมีจุดเดือดต่างกันมาก จะอาศัยการทำโปรแกรมอุณหภูมิ ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในอัตราที่เหมาะสมจะทำการวิเคราะห์ (วรรณ กาญจนมยุร. 2544: 50-64)

4. ตัวตรวจหา

เป็นเครื่องมือวัดปริมาณสารที่ออกจากคอลัมน์ โดยรายงานผลเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า ที่ใช้กันมากได้แก่ ตัวตรวจหาแบบเปลวไอออนไนเซชัน (Flame ionization detector: FID) แบบเทอร์มอลคอนดักทิวิตี (Thermal conductivity detector: TCD) และแบบเครื่องจับยึดอิเล็กตรอน (ภาพประกอบ 2) โดยแก๊สพาจะเข้าไปในตัวตรวจหาและทำปฏิกิริยากับอนุภาคเบต้าจากแหล่งกำเนิด ซึ่งนิยมใช้ไนเกิล 63 หรือทริเทียม แก๊สพาจะถูกไอออไนซ์แล้วเกิดอิเล็กตรอนขึ้นดังสมการ



ซึ่งถ้าความต่างศักย์สูงพอ อิเล็กตรอนก็จะไม่กลับไปรวมกันอีก ซึ่งจะทำให้ได้สัญญาณที่สูง เมื่อสารประกอบที่มีความสามารถในการจับอิเล็กตรอนเคลื่อนที่เข้าสู่ตัวตรวจหา จะไปจับอิเล็กตรอนที่ได้จากการไอออไนซ์ เมื่อจำนวนของอิเล็กตรอนลดลงก็จะทำให้สัญญาณลดลง โดยสัญญาณนี้จะแปรผันตรงกับความเข้มข้นของสารประกอบที่เข้ามาในตัวตรวจหา (Willett. 1991: 10-24)



ภาพประกอบ 2 ลักษณะของตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน

ที่มา: Braithwaite, A.; & Smith, F. J. (1990). *Chromatographic method*. p. 172.

5. ระบบประมวลผลและรายงานผล

เป็นส่วนประกอบของเครื่องที่ทำหน้าที่บันทึกและรายงานผลมีหลายแบบ เช่น เครื่องบันทึกผล ทำหน้าที่บันทึกโครมาโทแกรมเพียงอย่างเดียว เครื่องบันทึกและประมวลผล บันทึกโครมาโทแกรมคำนวณผลและให้ข้อมูลต่าง ๆ เช่น พื้นที่ใต้พีก ความสูงของพีก เวลาที่โหนดขึ้น และสามารถเก็บข้อมูลได้ ปัจจุบันนิยมใช้คอมพิวเตอร์ในการควบคุมการทำงานของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี รวมทั้งบันทึกและประมวลผล (McNair; & Bonelli. 1969: 273)

การวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

ฟาโตกิและอวอโฟลู (Fatoki; & Awofolu. 2003: 225-236) ทำการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่ตกค้างในน้ำและดินตะกอนในธรรมชาติ โดยใช้เพนทะคลอโรไนโตรเบนซีน (Pentachloronitrobenzene) เป็นสารมาตรฐานภายใน ในการวิเคราะห์ใช้ตัวอย่างน้ำ 1 L สกัดด้วย ไดคลอโรมีเทนปริมาตร 15 mL สามครั้ง ส่วนในการวิเคราะห์ตัวอย่างดิน นำตัวอย่าง 10 g มาสกัดด้วยเทคนิคการสกัดแบบซอกเลต (Soxhlet extraction) ใช้ตัวทำละลายปริมาตร 120 mL สกัดเป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทำให้มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้นและผ่านคอลัมน์ที่บรรจุด้วยซิลิกาเจล (Silica gel) แล้วจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี วิธีการดังกล่าวให้ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ในตัวอย่างน้ำและดินอยู่ในช่วง 5.5 – 20.6 ng/L และ 0.6 -2.1 ng/g ตามลำดับ โดยสารกำจัดศัตรูพืชที่พบมากที่สุดคือ เบต้า-บีเอซี

ดอง เซงและหยาง (Dong; Zeng; & Yang. 2005: 4204-4210) ทำการวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและอนุพันธ์ในตัวอย่างน้ำโดยใช้เทคนิคการสกัดแบบเฮดสเปซ ร่วมกับการสกัดแบบวิภาคของแข็งแบบย่อยส่วนที่เคลือบด้วยพอลิเมทิลฟีนิลไวโนลซิลอกเซน (Polymethylphenylvinylsiloxane: PMVS) จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี ผลการศึกษาพบว่าวิธีนี้ให้ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ในช่วง 0.835–13.000 ng/L และให้ค่าร้อยละการกลับคืนในช่วง 71.5–115.5

อัลเบโร ซานเชส-บรูเนตและทาเดโอ (Albero; Sanchez-Brunete; & Tadeo. 2005: 917-924) ทำการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและกลุ่มอื่น ๆ ในน้ำผลไม้ด้วยเทคนิคการสกัดด้วยวิภาคของแข็งโดยผ่านสารตัวอย่างลงในคอลัมน์ที่บรรจุด้วย C-18 แล้วชะด้วยตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์ นำไปทำให้มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้นก่อนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมทรี ผลการทดลองพบว่าวิธีนี้ให้ค่าร้อยละการกลับคืนมากกว่า 91

และให้ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ในช่วง 0.1–4.6 $\mu\text{g/L}$ นอกจากนี้ยังพบว่าในน้ำผลไม้ชนิดต่าง ๆ มีสารกำจัดศัตรูพืชเจือปนอยู่ในปริมาณที่น้อยมาก

ริซซาโต้และคนอื่นๆ (Rissato; et al. 2006: 1949-1958) ทำการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในน้ำผิวดินและดินจากประเทศบราซิล สำหรับตัวอย่างน้ำผิวดินใช้เทคนิคการสกัดแบบวัฏภาคของเหลวด้วยไดคลอโรมีเทน 75 mL จำนวน 3 ครั้ง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี โดยวิธีนี้ให้ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ในช่วง 0.001–0.005 $\mu\text{g/L}$ และให้ค่าร้อยละการกลับคืนในช่วง 77–119 ส่วนในตัวอย่างดินทำการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดแบบชอกเลต โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับแอซีโตน 130 mL สกัดเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำไปผ่านคอลัมน์เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี วิธีนี้ให้ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ในช่วง 0.01–0.10 $\mu\text{g/g}$ และร้อยละการกลับคืนอยู่ในช่วง 75–125

ทอร์ อายดินและออสคาน (Tor; Aydin; & Ozcan. 2006: 173-180) ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์เพื่อวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดิน แล้วนำมาเปรียบเทียบกับวิธีการสกัดแบบอื่น ๆ ได้แก่ การสกัดสารแบบเขย่าขวด ทดลอง (Shake flask extraction) และการสกัดด้วยชอกเลต โดยการสกัดทุกแบบต้องผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อนและทำให้มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น ผลการศึกษาพบว่าวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์ใช้ตัวทำละลายน้อยกว่าการสกัดแบบชอกเลตและใช้เวลาในการสกัดน้อยกว่าการสกัดแบบอื่น ๆ แต่ให้ผลการทดลองใกล้เคียงกัน

แฟตต้าและคนอื่นๆ (Fatta; et al. 2006: 1-11) ทำการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและสารกลุ่มอื่น ๆ ในน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมต่าง ๆ โดยใช้การสกัดด้วยไดคลอโรมีเทน 50 mL สกัด 3 ครั้ง ผลการวิเคราะห์พบว่าน้ำทิ้งจากอุตสาหกรรมประเภทต่าง ๆ มีปริมาณของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนชนิดต่าง ๆ ตั้งแต่ 0.004–0.325 $\mu\text{g/L}$

ซูและคนอื่นๆ (Zhou; et al. 2006: 68-75) ทำการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในน้ำผิวดินและดินตะกอนจากแม่น้ำในประเทศจีน ตัวอย่างน้ำใช้การสกัดแบบวัฏภาคของแข็งโดยใช้ C-18 เป็นตัวดูดซับแล้วชะด้วยเอทิลแอซีเตต จากนั้นนำสารที่สกัดได้มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี สำหรับการวิเคราะห์ในตัวอย่างดินตะกอนใช้การสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์ 2 ครั้ง โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างไดคลอโรมีเทนกับแอซีโตนครั้งละ 60 mL แล้วนำไปผ่านคอลัมน์ที่บรรจุฟลูออริซิลแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ทั้งในตัวอย่างน้ำและดินอยู่ในระดับ ng

โอชิไและคนอื่นๆ (Ochiai; et al. 2006: 1-8) ทำการพัฒนาเทคนิคการสกัดแบบ Dual stir bar sorptive extraction เพื่อวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและกลุ่มอื่น ๆ ในน้ำจากแม่น้ำและน้ำสาเขียว โดยใช้ Stir bar ที่เคลือบด้วยพอลิไดเมทิลไซลอกเซน (Polydimethylsiloxane: PDMS) ใส่ลงในหลอดที่มีสารตัวอย่าง 20 mL ปิดฝาแล้วทำให้ Stir bar หมุนด้วยความเร็ว 1500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นไปผ่านกระบวนการคายสารด้วยความร้อน (Thermal desorption) ซึ่งต่อเข้ากับระบบแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมทรี จากผลการทดลองพบว่าวิธีดังกล่าวสามารถวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนได้มีค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ในช่วง 1.4–6.0 ng/L และให้ร้อยละการกลับคืนในช่วง 30–63

วากิและคนอื่นๆ (Vagi; et al. 2007: 146-156) ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์เพื่อใช้ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในดินตะกอน เลือกใช้ไดคลอโรมีเทน 5 mL เป็นตัวทำละลายแล้วนำไปสกัดในระบบอัลตราโซนิคส์นำไปเหวี่ยงแยกสารละลายตัวอย่างออกจากตะกอนแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟี จากการวิจัยพบว่าตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนสามารถสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนออกมาโดยมีเมทริกซ์จากดินตะกอนติดออกมาเล็กน้อย ทำให้สามารถวิเคราะห์สารกลุ่มนี้ได้โดยไม่ต้องผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อน

เบอร์เชียร์โร-กอนซาเลซและคนอื่นๆ (Berceiro-Gonzalez; et al. 2007: 165 - 173) ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดแบบวัฏภาคของแข็งแบบย่อยส่วนเพื่อใช้ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและกลุ่มอื่น ๆ ในตัวอย่างน้ำด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมทรี โดยมีการเปรียบเทียบเส้นใยที่ใช้เป็นตัวดูดซับชนิดต่างๆ ผลการศึกษาพบว่า พอลิไดไวนิลเมทิลไซลอกเซนผสมกับไดไวนิลเบนซีน ความหนา 60 μm ให้สัญญาณตอบสนองได้ดีที่สุด ซึ่งวิธีนี้สามารถวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชได้ถึง 29 ชนิด โดยค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้อยู่ในช่วง 4–17 ng/L

จากงานวิจัยที่ได้สรุปไว้ข้างต้นจะเห็นได้ว่าวิธีที่ใช้ในการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินทำได้หลายวิธี แต่การสกัดและการกำจัดสิ่งปนเปื้อนที่ได้รายงาน ค่อนข้างยุ่งยากซับซ้อน สิ้นเปลืองตัวทำละลายอินทรีย์มาก ใช้เวลานาน เช่น การสกัดด้วยตัวทำละลาย การสกัดแบบซอกเลต และการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง อีกทั้งอุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้มีราคาที่สูง นอกจากนี้มีงานวิจัยได้ทำการเปรียบเทียบการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวกับการสกัดชนิดอื่น ๆ ได้แก่ การสกัดด้วยตัวทำละลายแบบหลายขั้นตอนและการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง เพื่อวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชในตัวอย่างน้ำ พบว่าให้ผลการทดลองที่มีความแม่นยำและความเที่ยงใกล้เคียงกัน แต่การสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวทำได้

สะดวก รวดเร็ว ใช้สารเคมีน้อย (ปูลพร เหว่สำเนียง. 2548: 12-13) และจากการค้นคว้าเอกสารพบว่ามีการพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในดินด้วยการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์ ที่ทำได้สะดวกและมีความไวสูง ดังนั้นการพัฒนาวิธีการเตรียมสารตัวอย่างโดยใช้วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวและแบบอัลตราโซนิกส์ร่วมกับเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีที่มีตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน จึงเป็นแนวทางที่น่าสนใจในการพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่พบปริมาณน้อย ๆ ในตัวอย่างน้ำและดินให้มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น โดยการใช้ปริมาณสารตัวอย่างและตัวทำละลายน้อย ใช้วิธีการที่สะดวกและรวดเร็วในการเตรียมสารตัวอย่างก่อนนำไปวิเคราะห์ปริมาณด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในการวิจัยครั้งนี้ ผู้วิจัยได้ดำเนินการดังนี้

1. จัดเตรียมเครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย
2. ดำเนินการวิจัยซึ่งมีขั้นตอนดังต่อไปนี้
 - การหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจหาแบบจับยึด

อิเล็กตรอนในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน

- การพัฒนาวิธีสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน
- การสร้างกราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน
- การหาความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ใน

การวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน

- การวิเคราะห์หาค่าร้อยละการกลับคืนและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์
- การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินจากตัวอย่าง

ในธรรมชาติ

เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ จากบริษัท Hewlett-Packard รุ่น HP 6890 ประกอบด้วยตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอนและระบบการฉีดสารตัวอย่างแบบ split/splitless mode
- เครื่องผลิตน้ำปราศจากไอออน จากบริษัท Millipore รุ่น Milli-Q
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด จากบริษัท PRECISA รุ่น 202A
- แก๊สไนโตรเจนและแก๊สฮีเลียม
- ชุดอุปกรณ์การสกัดแบบอัลตราโซนิคส์
- ชุดอุปกรณ์ระบบสุญญากาศและปั๊มดูดอากาศหรือลดความดัน สำหรับเทคนิคการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง จากบริษัท Alltech รุ่น Air Cardet
- เครื่องเขย่า Vortex genie-2 จากบริษัท Scientific industries

อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

- คาพิลลารีคอลลัมน์ชนิด HP-5 (5%-phenyl 95%-dimethylpolysiloxane) ความยาว 30.0 m เส้นผ่านศูนย์กลางภายในคอลลัมน์ 0.32 mm และมีความหนาของฟิล์มเคลือบ 0.25 μm จากบริษัท Hewlett-Packard
- เข็มฉีดยาสารตัวอย่างสำหรับเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ขนาด 10 μL
- ไมโครปิเปตต์ขนาด 50, 200, 500 และ 1000 μL
- กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42
- คอลลัมน์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 cm
- C-18 คาร์ทริด จากบริษัท Chromabound รุ่น C-18 ec ขนาดความจุ 3.0 mL สำหรับเทคนิคการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง
- สารมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนคลอรีน 4 ชนิด ได้แก่ อัลดริน ดีลด์ริน เบต้า-เอนโดซัลเฟน และพารา-พาราดีดีที ชนิด Standard grade reference material จากบริษัท Chem Service
- สารมาตรฐานภายในคือเพนทะคลอโรไนโตรเบนซีน ชนิด AR เกรด จากบริษัท Sigma-Aldrich
- ตัวทำละลายอินทรีย์ ได้แก่ เมทานอล แอซีโตน เฮกเซน เอทิลแอซีเตต ไบโพรเลียมอีเทอร์ และไดคลอโรมีเทน ชนิดเกรด AR จากบริษัท Sigma-Aldrich
- โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride) โซเดียมซัลเฟตปราศจากน้ำ (Anhydrous sodium sulfate) และอะลูมินา (Alumina) ชนิดเกรด AR จากบริษัท Merck

วิธีดำเนินการวิจัย

1. การเตรียมสารละลาย

1.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานและสารละลายมาตรฐานภายใน

นำสารมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ อัลดริน ดีลด์ริน เบต้า-เอนโดซัลเฟน พารา-พาราดีดีที และสารมาตรฐานภายในเพนทะคลอโรไนโตรเบนซีน มาชั่งน้ำหนักชนิดละ 0.1000 g ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ด้วยเอทิลแอซีเตต จะได้สารมาตรฐานแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้น 1000 mg/L เพื่อใช้เป็น Stock standard solution จากนั้นนำไปเตรียมเป็นสารละลายมาตรฐานผสมที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

1.2 การเตรียมตัวอย่างน้ำผิวดินสังเคราะห์

ใช้วิธีการเตรียมตามแบบ American Society for Testing and Material (ASTM) “model” ground water (American Society for Testing and Material. 2007: 964-975) โดยชั่งโซเดียมคลอไรด์ 1.64 g และโซเดียมซัลเฟตปราศจากน้ำ 1.48 g นำไปละลายแล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนให้มีปริมาตรเป็น 1000 mL จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมได้จำนวน 100 mL มาปรับปริมาตรอีกครั้งด้วยน้ำปราศจากไอออน ให้มีปริมาตรเป็น 1000 mL

1.3 การเตรียมตัวอย่างดินสังเคราะห์

การเตรียมสารตัวอย่างดินที่มีสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนอยู่นั้นทำได้โดยชั่งสารตัวอย่างดิน 10 g (บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) เติมสารละลายมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดและสารละลายมาตรฐานภายในเพนทะคลอโรไนโตรเบนซีน ที่ความเข้มข้นที่ต้องการ แล้วเติมตัวทำละลายแอซีโตน 20 mL ลงไปแล้วเขย่าเป็นเวลา 30 นาที ทิ้งไว้ให้ระเหยที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นปิดปากภาชนะแล้วเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 4 °C จนกว่าจะนำไปวิเคราะห์

2. การหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน

2.1 ศึกษาอุณหภูมิของคอลัมน์ที่เหมาะสมในการแยกสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน

ฉีดสารละลายมาตรฐานผสมของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิด แต่ละชนิดมีความเข้มข้นเท่ากับ 1.00 mg/L และมีความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานภายในเท่ากับ 0.500 mg/L ที่ผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว โดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย เข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่ตั้งอุณหภูมิบริเวณระบบการนำเข้าสู่สารตัวอย่างและตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอนเท่ากับ 260 และ 320 °C ตามลำดับ สำหรับอุณหภูมิของคอลัมน์ที่ทำการศึกษาคือศึกษาที่อุณหภูมิ 210, 220, 230, 240 และ 250 °C เปรียบเทียบลักษณะของโครมาโทแกรมที่ได้

2.2 ศึกษาเวลาที่คงอยู่หรือเวลาริเทนชัน (Retention time) ของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน

ฉีดสารละลายมาตรฐานออร์กาโนคลอรีนแต่ละชนิดเข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่สภาวะที่เหมาะสม แล้วเปรียบเทียบโครมาโทแกรมที่ได้

3. การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำ โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

3.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว

3.1.1 การศึกษาชนิดของตัวทำละลายที่เหมาะสม

เตรียมสารละลายน้ำผิวดินสังเคราะห์ที่มีสารละลายมาตรฐานผสมความเข้มข้น

1.00 mg/L ปริมาตร 5.00 mL ใส่ลงในหลอดทดลองขนาดกลางที่มีฝาปิด จากนั้นเติมตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ได้แก่ แอซีโตน เฮกเซน เอทิลแอซีเตต และปิโตรเลียมอีเทอร์ ปริมาตร 2.0 mL ในแต่ละหลอด แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า เป็นเวลา 2 นาที เติมหาสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิมิต์ลง 1-2 หยด ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น เก็บของเหลวชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ไว้ในขวดตัวอย่างสีชา แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

3.1.2 การศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมของตัวทำละลาย

นำชนิดของตัวทำละลายที่เหมาะสมที่ศึกษาได้ในข้อ 3.1.1 มา 2 ชนิดเพื่อเตรียมเป็นตัวทำละลายผสมโดยทำการเปลี่ยนอัตราส่วนต่าง ๆ ได้แก่ ที่อัตราส่วนของเฮกเซน:เอทิลแอซีเตต 10:0, 9:1, 7:3, 5:5, 3:7, 1:9 และ 0:10 โดยปริมาตรแล้ววิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

3.1.3 การศึกษาปริมาตรที่เหมาะสมของตัวทำละลาย

นำสภาวะที่เหมาะสมที่หาได้ในข้อ 3.1.2 มาศึกษาโดยทำการเปลี่ยนปริมาตรของตัวทำละลายที่ปริมาตรต่าง ๆ ได้แก่ 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 และ 10 mL เมื่อสกัดแล้วนำไประเหยเพื่อเพิ่มความเข้มข้นภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจนให้สารละลายมีปริมาตร 0.5 mL จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

3.1.4 การศึกษาเวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการสกัด

นำสภาวะที่เหมาะสมที่หาได้ในข้อ 3.1.3 มาศึกษาเวลาที่ใช้ในการสกัด ได้แก่ เวลา 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที แล้ววิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

3.2 การศึกษาช่วงความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่ให้กราฟเป็นเส้นตรง

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมให้มีความเข้มข้น 0.0500, 0.100, 0.500, 1.00, 1.50, 2.00 2.50, 3.00, 3.50 และ 4.00 mg/L และในแต่ละความเข้มข้นมีสารมาตรฐานภายในเข้มข้น 2.00 mg/L นำสารละลายที่เตรียมได้ไปสกัดด้วยตัวทำละลายในสภาวะที่เหมาะสมที่หาได้จากข้อ 3.1.4 แล้ววิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

3.3 การศึกษาความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์

นำข้อมูลของกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างนำมาคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของแบลงค์ (Blank) จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์ ดังแสดงตัวอย่างวิธีการคำนวณในภาคผนวก ข

3.4 การศึกษาความแม่นยำของวิธี

เตรียมสารละลายน้ำผิวดินสังเคราะห์ที่มีสารละลายมาตรฐานผสมที่มีความเข้มข้น 1.00, 2.00, 3.00 mg/L มาสกัดด้วยสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ 3.1.4 นำมาฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ นำปริมาณสารที่ตรวจพบไปคำนวณร้อยละการกลับคืน

3.5 การศึกษาความเที่ยงของวิธี

เตรียมสารละลายน้ำผิวดินสังเคราะห์ที่มีสารละลายมาตรฐานผสมที่มีความเข้มข้น 2.00 mg/L ไปสกัดด้วยสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ 3.1.4 นำมาฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ ทำการทดลองซ้ำ 6 ครั้ง นำปริมาณสารที่ตรวจพบไปคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

4. การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดินโดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

4.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์

4.1.1 การศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการสกัด

นำตัวอย่างดิน 10 g (บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ที่มีสารมาตรฐานผสมเข้มข้น 10.0 µg/kg จากนั้นเติมตัวทำละลายผสมที่ได้จากข้อ 3.1.2 ปริมาตร 20 mL นำไปเขย่าด้วยเครื่องอัลตราโซนิคส์ ที่เวลา 5, 10, 15, 20 และ 25 นาที นำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 ทำการสกัดอีกครั้งแล้วนำไประเหยเพื่อเพิ่มความเข้มข้นภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจนให้มีปริมาตร 1.0 mL จากนั้นนำไปกำจัดสิ่งปนเปื้อนโดยผ่านคอลัมน์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 cm ที่บรรจุด้วยอะลูมินา 5.0 g ซะสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนออกมาด้วยตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลเอซิเตต อัตราส่วน 7:3 โดยปริมาตร นำสารละลายที่ได้ไประเหยภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจนให้เหลือปริมาตร 0.5 mL วิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

4.1.2 การเปรียบเทียบชนิดของตัวทำละลาย

นำสภาวะที่เหมาะสมที่หาได้ในข้อ 4.1.1 มาศึกษาโดยทำการเปลี่ยนชนิดของตัวทำละลาย ได้แก่ ตัวทำละลายผสมที่ได้จากข้อ 3.1.2 กับไดคลอโรมีเทน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

4.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของการกำจัดสิ่งปนเปื้อน

นำตัวอย่างดิน 10 g (บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ที่มีสารมาตรฐานผสมเข้มข้น 10.0 µg/kg มาสกัดที่สภาวะที่เหมาะสมที่หาได้จากข้อ 4.1 นำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 จากนั้นทำการสกัดอีกครั้งแล้วนำไปประเหยให้มีปริมาตร 1.0 mL นำไปผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อนแบบต่าง ๆ ดังนี้

4.2.1 แบบคอลัมน์โครมาโทกราฟี

ผ่านสารละลายที่ได้จากการกรองลงในคอลัมน์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 cm ที่บรรจุด้วยอะลูมินา 5.0 g แล้วชะสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนออกมาด้วยตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์อัตราส่วน 7:3 โดยปริมาตร จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไประเหยภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจนจนมีปริมาตร 0.5 mL นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

4.2.2 แบบการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง

ปรับสภาวะ C-18 คาร์ทริดด้วยเมทานอล 5.0 mL และน้ำปราศจากไอออน 10 mL ผ่านสารละลายที่ได้จากการกรองลงในคาร์ทริดด้วยอัตราการไหล 30 mL/min โดยใช้ปั๊มดูดอากาศ จากนั้นชะด้วยเฮกเซน 8.0 mL แล้วนำสารละลายที่ได้ไประเหยภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจนจนมีปริมาตร 0.5 mL จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

4.2.3 แบบไม่ต้องผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อน

นำสารละลายที่ได้จากการกรองไประเหยภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจนจนมีปริมาตร 0.5 mL จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

4.3 การศึกษาช่วงความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่ให้กราฟเป็นเส้นตรง

เตรียมดินส่วนละ 10 g (บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) นำแต่ละส่วนไปเติมสารมาตรฐานผสมให้มีความเข้มข้น 5.00, 10.0, 15.0, 100, 150, และ 200 µg/kg และในแต่ละความเข้มข้นมีสารมาตรฐานภายในเท่ากับ 100 µg/kg จากนั้นนำไปสกัดและกำจัดสิ่งปนเปื้อนด้วยสภาวะที่เหมาะสมที่หาได้ในข้อ 4.1 และ 4.2 แล้ววิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

4.4 การศึกษาความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์

นำข้อมูลของกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดินมาคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของเบลนค์ จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์ ดังแสดงตัวอย่างวิธีการคำนวณในภาคผนวก ข

4.5 การศึกษาความแม่นยำของวิธี

นำตัวอย่างดิน 10 g (บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ที่มีสารมาตรฐานผสมเข้มข้น 10.0, 50.0, และ 150 µg/kg ไปสกัดด้วยสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ 4.1 และ 4.2 นำมาฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี นำสัญญาณของสารที่ตรวจพบไปคำนวณร้อยละการกลับคืน

4.6 การศึกษาความเที่ยงของวิธี

นำตัวอย่างดิน 10 g (บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ที่มีสารมาตรฐานผสมเข้มข้น 50.0 µg/kg ไปสกัดด้วยสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ 4.1 และ 4.2 แล้วนำมาฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ทำการทดลองซ้ำ 6 ครั้ง นำปริมาณสารที่ตรวจพบไปคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

5. การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในน้ำและดินจากตัวอย่างในแหล่งธรรมชาติ

5.1 การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำ

นำตัวอย่างน้ำมากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman แล้วเปิดตัวอย่างน้ำมา 5.00 mL เติมลงในหลอดทดลองขนาดกลางที่มีฝาปิด นำสารละลายที่ได้ไปสกัดด้วยตัวทำละลายในสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ 3.1 แล้ววิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

5.2 การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดิน

นำตัวอย่างดินมาอบที่อุณหภูมิ 100 °C นาน 2 ชั่วโมง นำไปบดแล้วทำการคัดเลือกขนาดของเม็ดดินโดยการร่อนผ่านตะแกรงที่แต่ละช่องมีขนาด 1X1 mm จากนั้นชั่งตัวอย่างดินมา 10 g (บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) นำไปสกัดด้วยสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ 4.1 และ 4.2 นำมาฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

บทที่ 4

ผลการวิจัย

การศึกษาวิจัยครั้งนี้ ผู้วิจัยได้เสนอผลการวิจัยไว้ตามหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

1. สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน
2. สภาวะที่เหมาะสมการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน
3. กราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน
4. ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณ เพื่อใช้วิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน
5. การวิเคราะห์หาความแม่นยำและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์
6. การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน

สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน

การหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่มีตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน เพื่อใช้ในการสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนนี้ ผู้วิจัยได้ดำเนินการวิจัยศึกษาพารามิเตอร์ต่าง ๆ ดังนี้

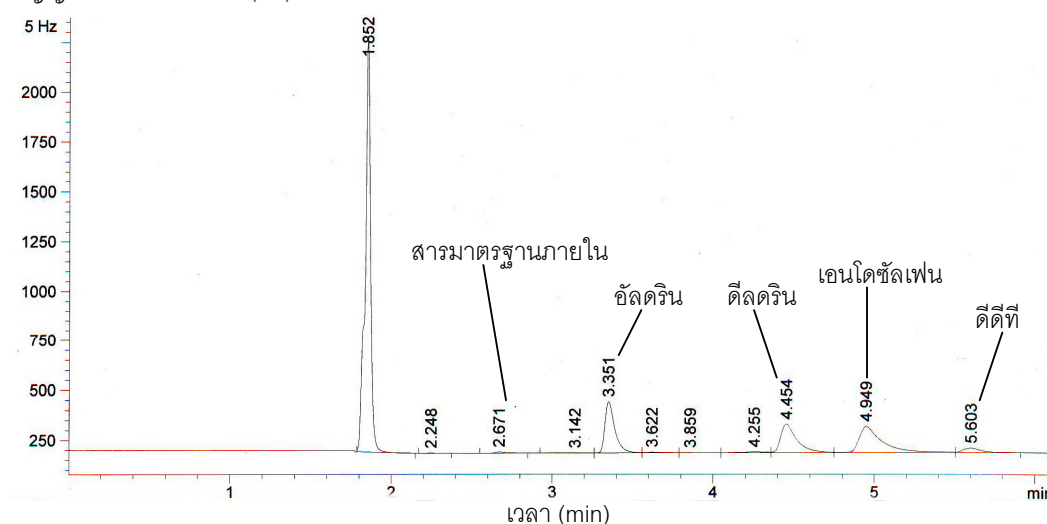
1. อุณหภูมิของคอลัมน์ที่เหมาะสมในการแยกสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิด

จากการทดลองฉีดสารละลายมาตรฐานผสมที่ความเข้มข้น 1.00 mg/L (มีสารละลายมาตรฐานภายในความเข้มข้นเท่ากับ 0.500 mg/L) พบว่าอุณหภูมิที่ 250 °C สามารถแยกสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิด รวมทั้งสารละลายมาตรฐานภายในได้อย่างมีประสิทธิภาพภายในเวลา 6 นาที โดยเวลาเรเทนชันที่ใช้ในการแยกสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดและสารมาตรฐานภายใน ที่อุณหภูมิของคอลัมน์ต่าง ๆ แสดงในตาราง 9 และโครมาโทแกรมของอุณหภูมิคอลัมน์ที่เหมาะสมแสดงในภาพประกอบ 3

ตาราง 9 ค่าเวลารีเทนชันของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและสารมาตรฐานภายใน ที่อุณหภูมิคอลัมน์ต่าง ๆ

สาร	เวลารีเทนชัน (นาที)				
	210 °C	220 °C	230 °C	240 °C	250 °C
เพนทะคลอโรไนโตรเบนซีน	4.132	3.743	3.274	2.924	2.671
อัลดริน	6.430	5.400	4.484	3.823	3.351
ดีลดริน	10.708	8.364	6.582	5.326	4.454
เบต้า-เอนโดซัลเฟน	12.705	9.737	7.541	6.015	4.949
พารา-พาราดีดีที	16.605	12.185	9.099	7.002	5.603

สัญญาณของตัวตรวจหา (Hz)



ภาพประกอบ 3 โครมาโทแกรมของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดและสารละลายมาตรฐานภายใน ที่อุณหภูมิคอลัมน์ 250 °C

2. เวลารีเทนชันของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน

จากการศึกษาแยกสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิดได้แก่ อัลดริน ดีลดริน เบต้า-เอนโดซัลเฟน พารา-พาราดีดีที และสารละลายมาตรฐานภายในเพนทะคลอโรไนโตรเบนซีนออกจากกัน โดยการใช้ อุณหภูมิคอลัมน์ที่เหมาะสม พบว่าสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนจะให้ค่าเวลารีเทนชันที่เป็น ค่าเฉพาะของสารแต่ละชนิด เมื่อนำสารละลายมาตรฐานผสมที่ความเข้มข้น 1.00 mg/L (มีสารละลาย

มาตรฐานภายในเข้มข้น 2.00 mg/L) ฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่สภาวะการทดลองดังกล่าว เป็นจำนวน 6 ครั้ง แล้วนำค่าเวลารีเทนชันของสารแต่ละชนิดไปหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ผลการทดลองแสดงในตาราง 10

ตาราง 10 ค่าเวลารีเทนชันเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของสารกำจัดศัตรูพืช ทั้ง 4 ชนิดและสารมาตรฐานภายใน

สาร	เวลารีเทนชันเฉลี่ย (นาที)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน สัมพัทธ์ ($\times 10^{-3} \%$)
เพนทะคลอโรไนโตรเบนซีน	2.816	1.528
อัลดริน	3.526	1.732
ดีลดริน	4.675	2.082
เบต้า-เอนโดซัลเฟน	5.186	2.646
พารา-พาราดีดีที	5.884	2.082

จากการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด สามารถสรุปสภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน ได้ดังตาราง 11

ตาราง 11 สภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน

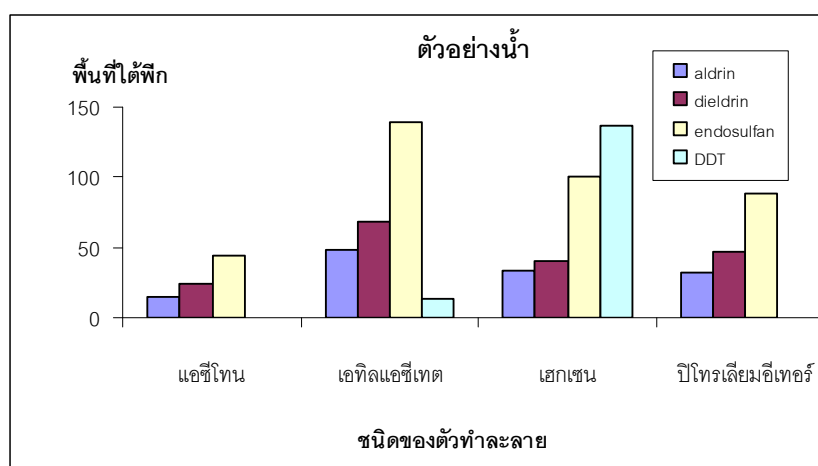
พารามิเตอร์	สภาวะการทดลอง
อุณหภูมิของคอลัมน์	250 °C
อุณหภูมิตัวตรวจหา	320 °C
ระบบการฉีดสารตัวอย่าง	split mode : split ratio 64.4:1
อุณหภูมิระบบฉีดสาร	260 °C
ปริมาตรการฉีด	1.00 μ L
ชนิดของแก๊สพา	แก๊สฮีเลียม
ชนิดของแก๊สเติมเต็ม (make up gas)	แก๊สไนโตรเจน
อัตราการไหลของแก๊สพา	1 mL/min

สภาวะที่เหมาะสมของการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน

1. สภาวะที่เหมาะสมของการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำจากการพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวในตัวอย่างน้ำ โดยศึกษาพารามิเตอร์ต่าง ๆ ได้แก่

1.1 ชนิดของตัวทำละลาย

พบว่าชนิดของตัวทำละลายที่เหมาะสม ได้แก่ เฮกเซนกับเอทิลแอซีเตตโดยพิจารณาจากพื้นที่ใต้พีคของสาร นอกจากนี้ยังพบว่าแอซีโตนและปิโตรเลียมอีเทอร์ไม่สามารถสกัดพารา-พาราดีดีที่ออกมาได้ ในการวิเคราะห์จึงไม่ปรากฏพีคของพารา-พาราดีดีที่ ผลการทดลองแสดงในภาพประกอบ 4



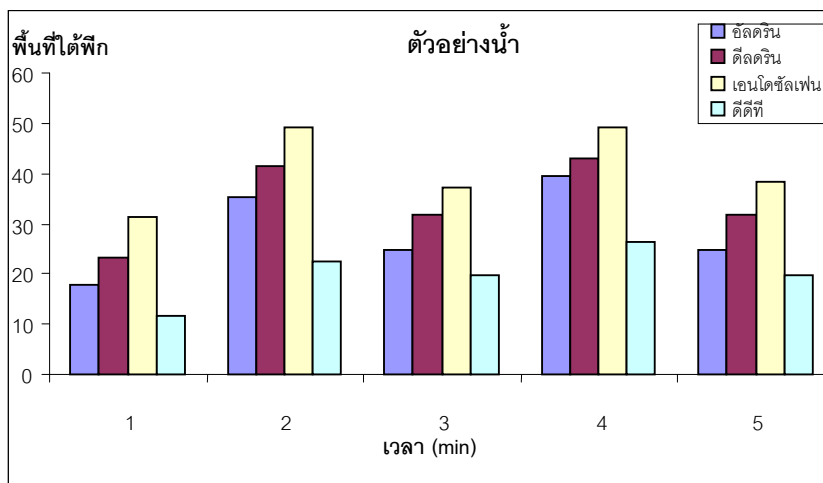
ภาพประกอบ 4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับชนิดของตัวทำละลาย

1.2 อัตราส่วนของตัวทำละลายผสม

พบว่าอัตราส่วนของตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอซีเตตที่เหมาะสมได้แก่ อัตราส่วน 9:1 โดยปริมาตร โดยพิจารณาจากอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของสาร ซึ่งให้ผลแสดงความแตกต่างชัดเจนกว่าการพิจารณาพื้นที่ใต้พีค ผลการทดลองแสดงในภาพประกอบ 5

1.4 เวลาที่ใช้ในการสกัด

พบว่าเวลาที่ใช้ในการสกัดที่เหมาะสมที่ใช้เวลาน้อยที่สุดและให้สัญญาณพื้นที่ได้ฟีกสูงใกล้เคียงกับการสกัดที่เวลานานกว่า ได้แก่ เวลา 2 นาที ผลการทดลองแสดงในภาพประกอบ 7



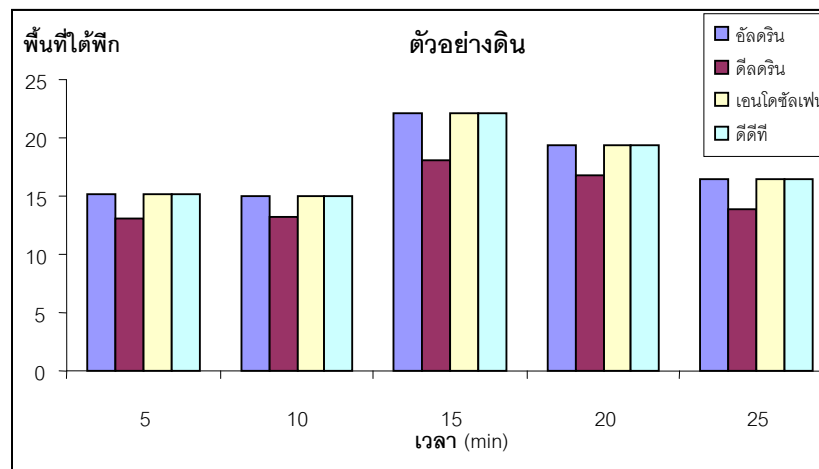
ภาพประกอบ 7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนพื้นที่ได้ฟีกกับเวลาที่ใช้ในการสกัด

2. สมภาวะที่เหมาะสมของการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดิน

จากการพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์ในตัวอย่างดิน โดยศึกษาพารามิเตอร์ต่าง ๆ ได้แก่

2.1 เวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการสกัด

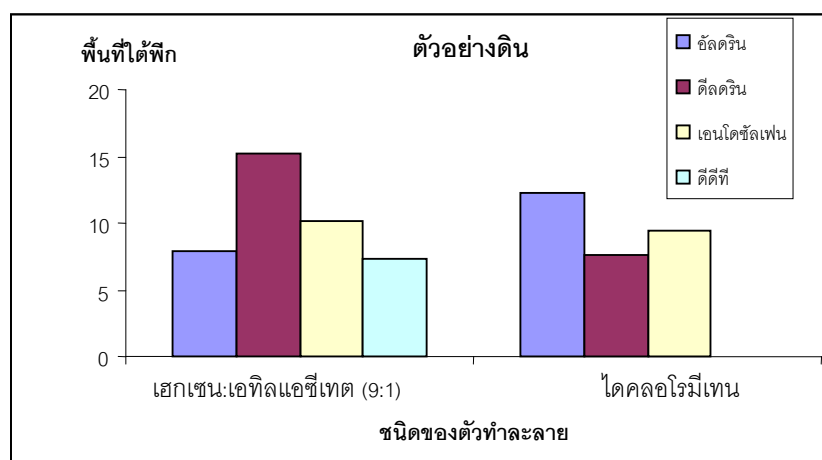
พบว่าเวลาที่ใช้ในการสกัดที่เหมาะสมที่ให้สัญญาณพื้นที่ได้ฟีกสูงและใช้เวลาน้อยที่สุด ได้แก่ เวลา 15 นาที ผลการทดลองแสดงในภาพประกอบ 8



ภาพประกอบ 8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ได้ฟักกับเวลาที่ใช้ในการสกัด

2.2 ชนิดของตัวทำละลายที่เหมาะสม

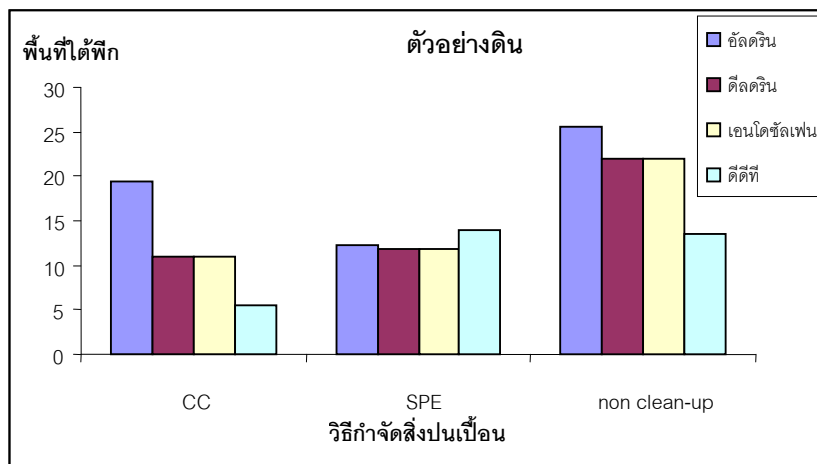
พบว่าชนิดของตัวทำละลายที่เหมาะสมได้แก่ ตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์ อัตราส่วน 9:1 โดยปริมาตร นอกจากนี้ยังพบว่าไดคลอโรมีเทนไม่สามารถสกัดพารา-พาราดีดีทีออกมาได้ ในการวิเคราะห์จึงไม่ปรากฏฟีกของพารา-พาราดีดีที ผลการทดลองแสดงในภาพประกอบ 9



ภาพประกอบ 9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ได้ฟักกับชนิดของตัวทำละลาย

2.3 การกำจัดสิ่งปนเปื้อนที่เหมาะสม

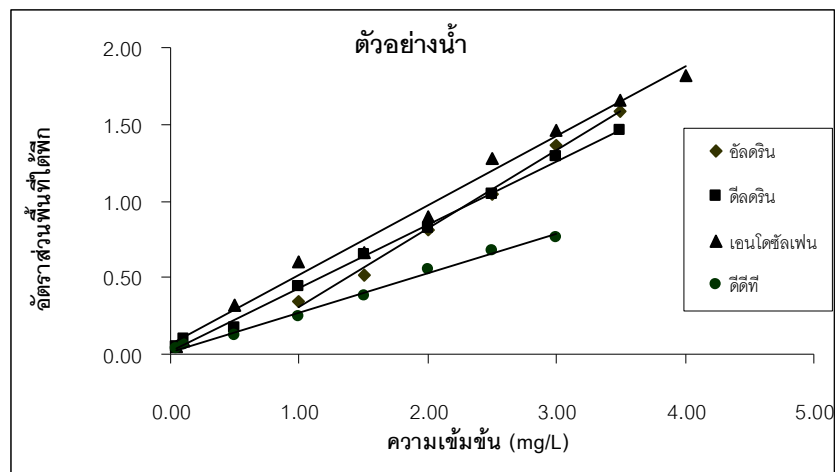
พบว่า การสกัดโดยไม่ต้องผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อน เป็นวิธีที่เหมาะสมที่สุด ผลการทดลองแสดงในภาพประกอบ 10



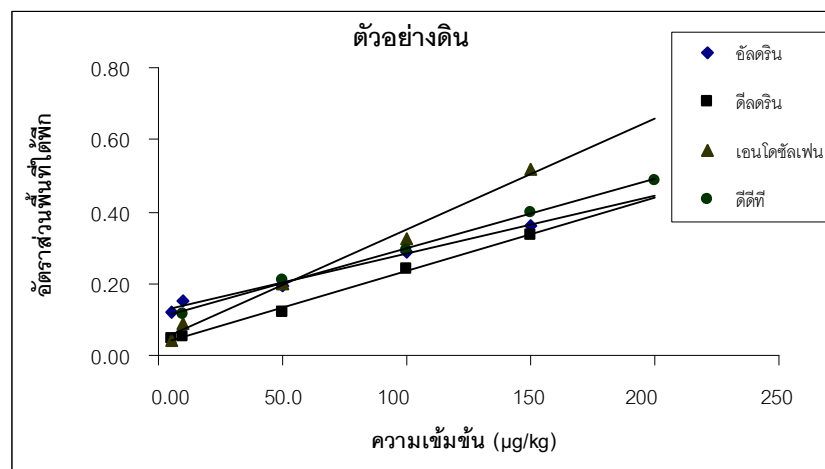
ภาพประกอบ 10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ที่ได้ฟักกับวิธีการกำจัดสิ่งปนเปื้อน (CC = คอลัมน์โครมาโทกราฟี, SPE = การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง, non clean-up = ไม่ผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อน)

กราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนจากการสกัดในตัวอย่างน้ำและดิน

ในการวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชจะต้องสร้างกราฟมาตรฐานของสารแต่ละชนิดเพื่อนำสมการเส้นตรงที่ได้จากกราฟมาคำนวณหาปริมาณของสารในตัวอย่างน้ำและดิน ซึ่งทำได้โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานผสมความเข้มข้นต่าง ๆ นำไปผ่านวิธีการสกัดที่เหมาะสม จากนั้นฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี นำอัตราส่วนพื้นที่ที่ได้ฟักของสารกำจัดศัตรูพืชแต่ละชนิดกับค่าความเข้มข้นที่เตรียมขึ้น มาสร้างกราฟมาตรฐานดังแสดงในภาพประกอบ 11 และ 12 สำหรับตัวอย่างน้ำและดินตามลำดับ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient) และสมการเส้นตรงแสดงการถดถอยของกราฟมาตรฐานที่ได้แสดงในตาราง 12 และ 13



ภาพประกอบ 11 กราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดในตัวอย่างน้ำ ที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว



ภาพประกอบ 12 กราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดในตัวอย่างดิน ที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์

ตาราง 12 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์และสมการเส้นตรงการถดถอยของกราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างน้ำที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว

ชนิดของสารกำจัดศัตรูพืช	ช่วงความเป็นเส้นตรง (mg/L)	ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์	สมการเส้นตรงการถดถอยของกราฟมาตรฐาน
อัลดริน	1.00 – 3.50	0.9949	$y = 0.5115x - 0.2085$
ดีลดริน	0.0500 – 3.50	0.9972	$y = 0.4129x + 0.0195$
เบต้า-เอนโดซัลเฟน	0.0500 – 4.00	0.9912	$y = 0.4531x + 0.0600$
พารา-พาราดีดีที	0.0500 – 3.00	0.9944	$y = 0.2559x + 0.0144$

ตาราง 13 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์และสมการเส้นตรงการถดถอยของกราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างดินที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์

ชนิดของสารกำจัดศัตรูพืช	ช่วงความเป็นเส้นตรง ($\mu\text{g/kg}$)	ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์	สมการเส้นตรงการถดถอยของกราฟมาตรฐาน
อัลดริน	5.00 – 150	0.9913	$y = 0.0016x + 0.1205$
ดีลดริน	5.00 – 150	0.9973	$y = 0.002x + 0.0320$
เบต้า-เอนโดซัลเฟน	5.00 – 150	0.9913	$y = 0.0031x + 0.0407$
พารา-พาราดีดีที	10.0 – 200	0.9982	$y = 0.0019x + 0.1034$

ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณ เพื่อใช้วิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน

ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้หรือค่า LOD เป็นค่าที่ได้จากการนำข้อมูลของกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนตัวอย่างน้ำและดิน มาคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของแบลงค์ แล้วคำนวณความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้ โดยใช้สัญญาณสามเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของแบลงค์ ดังแสดงตัวอย่างวิธีการ

คำนวณในภาค ผนวก ข ซึ่งค่า LOD ของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิดในตัวอย่างน้ำ พบว่าอยู่ในช่วง 0.117-0.261 mg/L ส่วนค่า LOD ของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิดในตัวอย่างดิน พบว่าอยู่ในช่วง 7.74-13.5 µg/kg ดังแสดงในตาราง 14 และ 15

ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์หรือค่า LOQ เป็นค่าความเข้มข้นน้อยที่สุดที่สามารถนำมาใช้วิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง การหาค่า LOQ คำนวณโดยใช้ค่าสัญญาณสิบเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของแบลงค์ ดังแสดงตัวอย่างวิธีการคำนวณในภาคผนวก ข ซึ่งค่า LOQ ของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิดในตัวอย่างน้ำ พบว่าอยู่ในช่วง 0.391-0.869 mg/L ส่วนค่า LOQ ของสารกำจัดศัตรูพืชทั้ง 4 ชนิดในตัวอย่างดิน พบว่าอยู่ในช่วง 25.8-45.0 µg/kg ดังแสดงในตาราง 14 และ 15

ตาราง 14 ค่า LOD และ LOQ ของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างน้ำที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว

ชนิดของสารกำจัดศัตรูพืช	ค่า LOD (mg/L)	ค่า LOQ (mg/L)
อัลดริน	0.261	0.869
ดีลดริน	0.117	0.391
เบต้า-เอนโดซัลเฟน	0.226	0.755
พารา-พาราดีดีที	0.154	0.514

ตาราง 15 ค่า LOD และ LOQ ของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างดินที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์

ชนิดของสารกำจัดศัตรูพืช	ค่า LOD (µg/kg)	ค่า LOQ (µg/kg)
อัลดริน	12.9	43.0
ดีลดริน	7.74	25.8
เบต้า-เอนโดซัลเฟน	13.5	45.0
พารา-พาราดีดีที	10.0	33.4

การวิเคราะห์หาความแม่นยำและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ในตัวอย่างน้ำและดิน

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี ซึ่งได้ทำการทดลองวิเคราะห์หาความแม่นยำและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ โดยการคำนวณหาค่าร้อยละการกลับคืนและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ดังนี้

1. ความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน

การหาความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้น สามารถแสดงได้ด้วยร้อยละการกลับคืน โดยนำตัวอย่างน้ำและดินที่มีสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน 3 ความเข้มข้น ไปผ่านการสกัดที่สภาวะที่เหมาะสมจากนั้นนำมาฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี จำนวน 3 ครั้ง นำอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีกเฉลี่ยที่ได้ไปคำนวณหาค่าร้อยละการกลับคืนดังแสดงตัวอย่างวิธีการคำนวณในภาคผนวก ข พบว่าได้ค่าร้อยละการกลับคืนที่ดีทั้งในตัวอย่างน้ำและดิน ดังแสดงในตาราง 16 และ 17 ตัวอย่างของโครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำและดินที่ไม่ได้เติมและที่เติมสารมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนคลอรีน ดังแสดงในภาพประกอบ 13-16 ตามลำดับ

2. ความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน

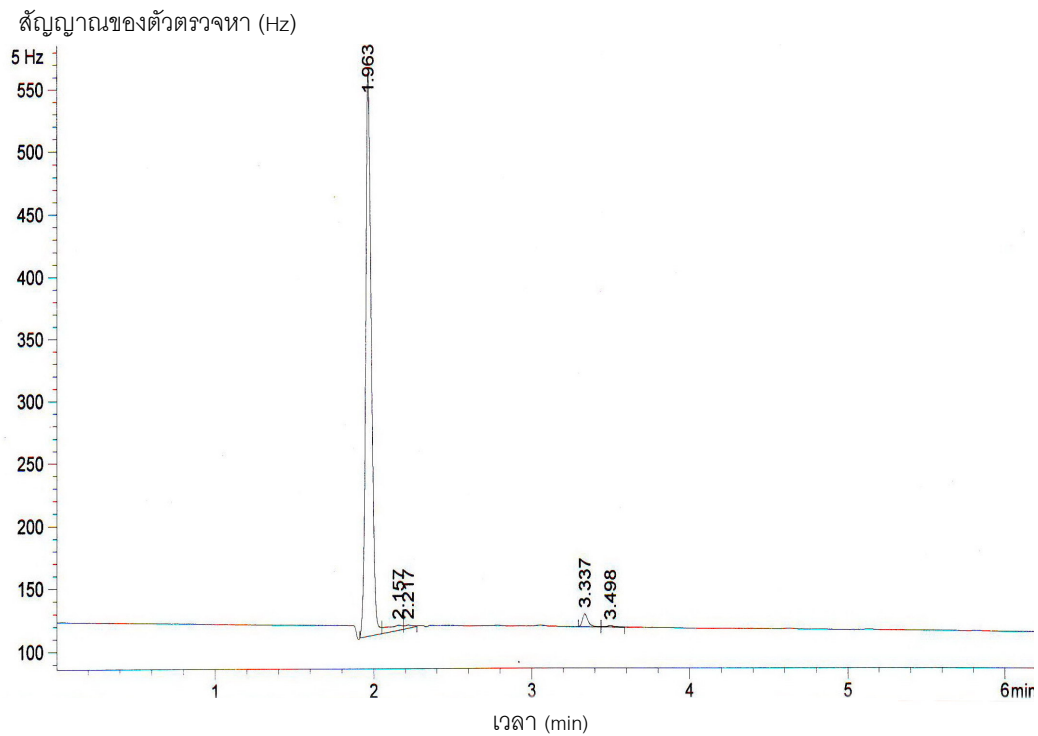
ความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างที่พัฒนาขึ้นนี้ พิจารณาได้จากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ โดยนำตัวอย่างน้ำและดินที่มีสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน ไปผ่านการสกัดด้วยสภาวะที่เหมาะสมจากนั้นนำมาฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยทำการทดลองซ้ำ 6 ครั้ง นำปริมาณสารที่ตรวจพบเฉลี่ยที่ได้ไปคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ดังแสดงตัวอย่างวิธีการคำนวณในภาคผนวก ข พบว่าวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นนี้มีความเที่ยงดี ทั้งในตัวอย่างน้ำและดิน ดังแสดงในตาราง 16 และ 17

ตาราง 16 ค่าร้อยละการกลับคืนและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของสารกำจัดศัตรูพืช
กลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างน้ำ ที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำ
ละลายแบบชั้นตอนเดียว

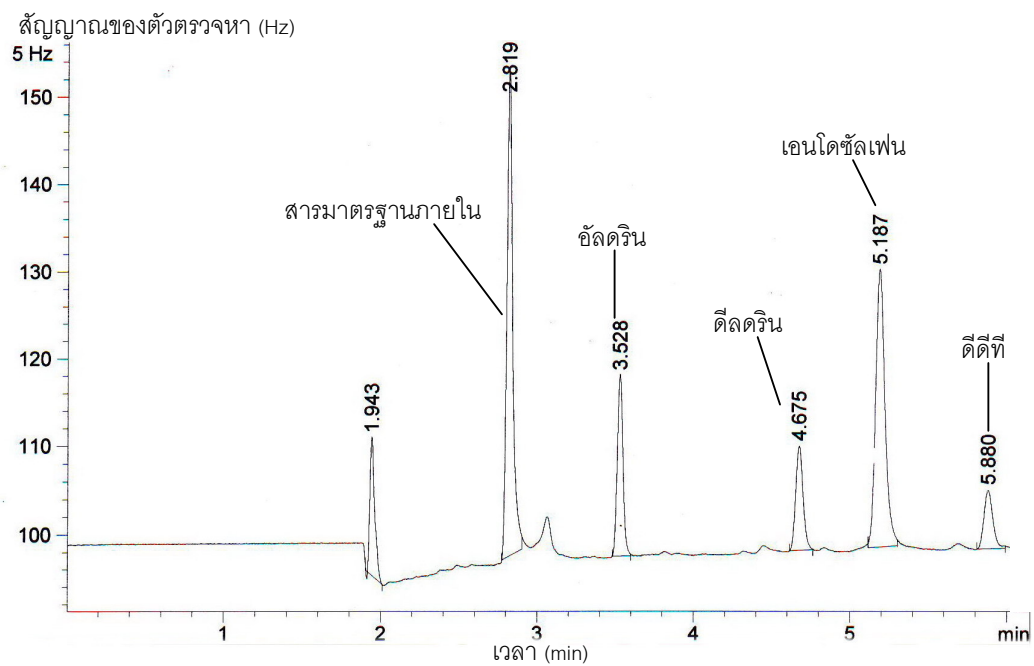
ชนิดของสารกำจัด ศัตรูพืช	ร้อยละการกลับคืน			% RSD (n = 6)
	1.00 mg/L	2.00 mg/L	3.00 mg/L	
อัลดริน	111±11.2	93.7±8.92	81.4±14.5	1.68
ดีลดริน	105±6.57	97.0±9.63	82.8±11.5	9.08
เบต้า-เอนโดซัลเฟน	106±11.6	109±9.32	107±7.62	9.43
พารา-พาราดีดีที	81.4±10.8	100±10.1	86.3±12.0	4.46

ตาราง 17 ค่าร้อยละการกลับคืนและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของสารกำจัดศัตรูพืช
กลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ในตัวอย่างดิน ที่ผ่านการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำ
ละลายแบบอัลตราโซนิคส์

ชนิดของสารกำจัด ศัตรูพืช	ร้อยละการกลับคืน			% RSD (n = 6)
	10.0 µg/kg	50.0 µg/kg	150 µg/kg	
อัลดริน	111±11.5	119±13.7	100±12.9	4.24
ดีลดริน	110±7.86	92.2±14.9	88.5±6.66	6.95
เบต้า-เอนโดซัลเฟน	99.8±11.6	94.7±12.0	102±12.8	9.25
พารา-พาราดีดีที	89.4±5.39	101±8.93	93.7±12.9	12.9

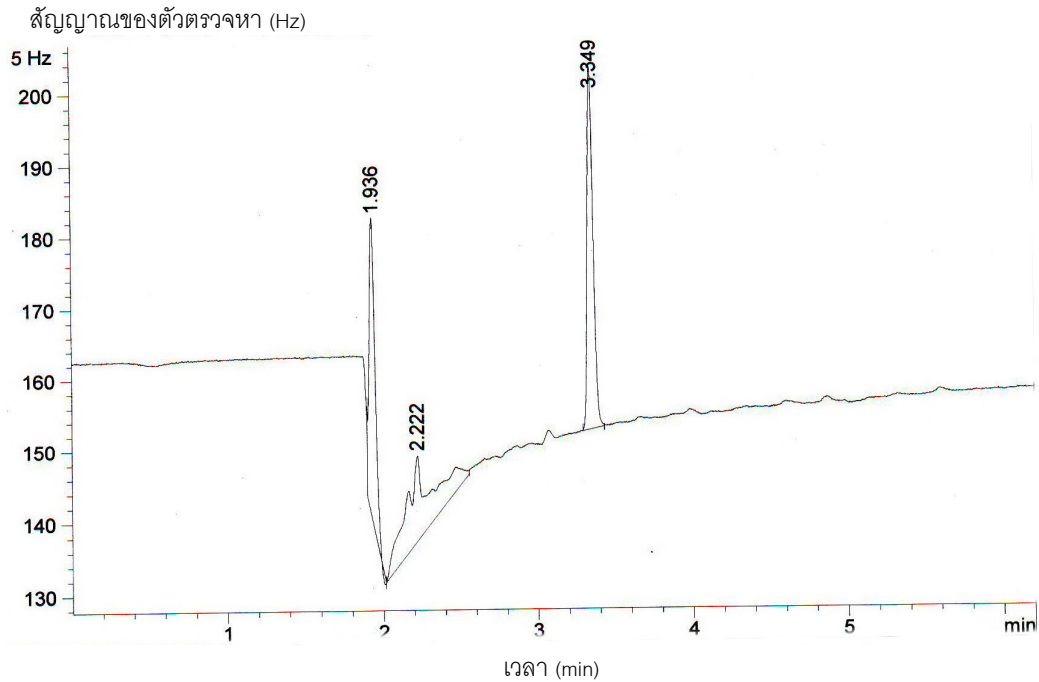


ภาพประกอบ 13 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำที่ไม่ได้เติมสารมาตรฐาน

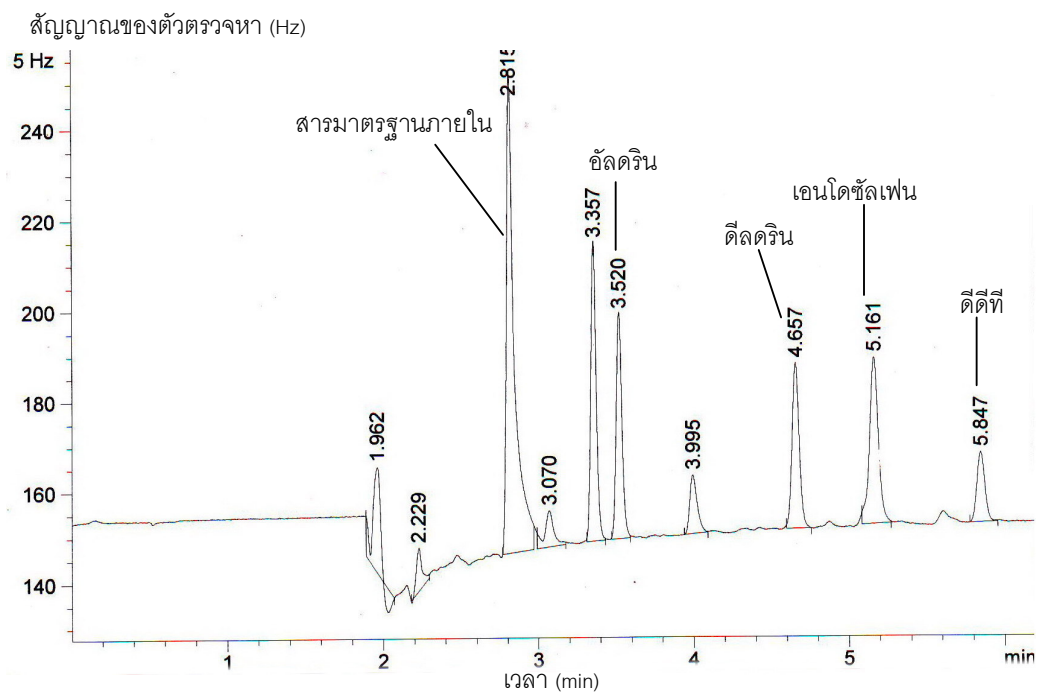


ภาพประกอบ 14 ตัวอย่างของโครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำที่เติมสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่ม

ออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดความเข้มข้น 2.00 mg/L และสารละลายมาตรฐานภายในความเข้มข้น 2.00 mg/L



ภาพประกอบ 15 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างดินที่ไม่ได้เติมสารมาตรฐาน



ภาพประกอบ 16 ตัวอย่างของโครมาโทแกรมของตัวอย่างดินที่เติมสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่ม

ออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดความเข้มข้น 50.0 µg/kg และละลายมาตรฐานภายในความเข้มข้น 100 µg/kg

การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินจากแหล่งธรรมชาติ

งานวิจัยนี้ได้ทำการประยุกต์ใช้วิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินที่พัฒนาขึ้นกับตัวอย่างในสิ่งแวดล้อมจริง โดยตัวอย่างที่นำมาใช้วิเคราะห์นั้นได้มาจากสำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร ซึ่งผลของการวิเคราะห์หาสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน ดังแสดงในตาราง 18 และ 19

ตาราง 18 ปริมาณของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่ตรวจพบในสารตัวอย่างน้ำ

สารตัวอย่าง	สารที่ตรวจพบ (mg/L)			
	อัลดริน	ดีลดริน	เบต้า-เอนโดซัลเฟน	พารา-พาราดีดีที
W101	ND	ND	ND	ND
W102	ND	0.483±0.0274	ND	ND
W103	ND	0.596±0.0249	ND	ND
W104	ND	0.483±0.00705	ND	ND

ND คือตรวจไม่พบสารชนิดนั้น

ตาราง 19 ปริมาณของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่ตรวจพบในสารตัวอย่างดิน

สารตัวอย่าง	สารที่ตรวจพบ (µg/kg)			
	อัลดริน	ดีลดริน	เบต้า-เอนโดซัลเฟน	พารา-พาราดีดีที
S101	ND	ND	ND	ND
S102	ND	281±6.83	ND	ND
S103	ND	ND	ND	ND
S104	ND	ND	265±7.92	ND

ND คือตรวจไม่พบสารชนิดนั้น

บทที่ 5

สรุปผล อภิปรายผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้ทำการพัฒนาเทคนิคการเตรียมสารตัวอย่างและเทคนิคการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน โดยได้ทำการทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมและได้วิธีการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง แม่นยำและรวดเร็ว ซึ่งจะสรุปผล อภิปรายผลและให้ข้อเสนอแนะเป็นหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

1. การหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอนในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด
2. การหาสภาวะที่เหมาะสมของวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำ
3. การหาสภาวะที่เหมาะสมของวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดิน
4. การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดิน
5. ข้อเสนอแนะ

การหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอนในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด

จากการศึกษาหาอุณหภูมิที่เหมาะสมของคอลัมน์ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟสำหรับการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ อัลดริน ดีลดริน เบต้า-เอนโดซัลเฟน และพารา-พาราดีดีที โดยสารมาตรฐานภายในที่เลือกใช้คือ เพนทะคลอโรไนโตรเบนซีน เนื่องจากฟีกของเพนทะคลอโรไนโตรเบนซีนไม่เกิดการซ้อนทับกับพีคของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนตัวอื่น ๆ และยังให้การตอบสนองที่ดีสำหรับตัวตรวจหาแบบจับยึดอิเล็กตรอน เช่นเดียวกับที่ใช้ในงานวิจัยของฟาโตกิและอวอฟอลู (Fatoki; & Awofolu. 2003: 225-236) จากผลการทดลองพบว่าอุณหภูมิของคอลัมน์ที่เหมาะสมคือ ที่อุณหภูมิ 250 °C ส่วนอุณหภูมิของบริเวณฉีดสารตัวอย่างและตัวตรวจหาเท่ากับ 260 และ 320 °C ตามลำดับ ระบบการฉีดสารตัวอย่างแบบ split ที่อัตราการ split เท่ากับ 64.4 : 1 ปริมาณการฉีดสารตัวอย่าง 1.00 µL ใช้แก๊สฮีเลียมเป็นแก๊สพาที่อัตราการไหล 1 mL/min และมีแก๊สไนโตรเจนเป็นแก๊สเติมเต็ม ซึ่งสภาวะการทดลองที่ใช้นี้สามารถแยกสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่ม

ออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิดออกจากกันได้อย่างชัดเจนอยู่ในช่วงเวลา 2.816-5.884 นาที ซึ่งใช้เวลา น้อยมากเมื่อเทียบกับเวลาที่ใช้ในการแยกสารที่อุณหภูมิคอลัมน์อื่นๆ ดังแสดงในตาราง 9 โดยค่า เบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของเวลาริเทนชั่นที่ได้จากการใช้อุณหภูมิคอลัมน์ 250 °C อยู่ในช่วง 0.001528 ถึง 0.002646 ดังแสดงในตาราง 10

จะเห็นว่าจากสภาวะการทดลองที่ได้นี้สามารถแยกสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน ได้อย่างมีประสิทธิภาพทั้งยังมีความรวดเร็วโดยใช้เวลาในการวิเคราะห์ประมาณ 6 นาทีเท่านั้น อย่างไรก็ตามเวลาที่ใช้ในการตรวจวัดสารนอกจากจะขึ้นอยู่กับสภาวะของเครื่องมือแล้ว ยังมีปัจจัยที่มี ผลอีกหลายประการ เช่น ชนิดและจำนวนของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่ผสมอยู่ใน สารละลาย ชนิดและขนาดของคอลัมน์ เป็นต้น

การหาสภาวะที่เหมาะสมของวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวในการ วิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำ

1. สภาวะที่เหมาะสมของการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำ

การพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอน เดียวในตัวอย่างน้ำ โดยศึกษาพารามิเตอร์ต่าง ๆ ได้แก่ ชนิดของตัวทำละลาย อัตราส่วนของตัวทำ ละลายผสม ปริมาตรที่เหมาะสมของตัวทำละลาย และเวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการสกัด ได้ผลการ ทดลองดังนี้

1.1 การศึกษาผลของชนิดของตัวทำละลาย

จากการศึกษาผลของชนิดของตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ได้แก่ แอซีโทน เฮกเซน เอทิล- แอซีเตต ปิโตรเลียมอีเทอร์ ในการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบ ขั้นตอนเดียว พบว่าชนิดของตัวทำละลายที่ให้สัญญาณพื้นที่ใต้พีคของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กา โนคลอรีนสูงที่สุดคือ เอทิลแอซีเตตและเฮกเซน โดยเอทิลแอซีเตตจะให้สัญญาณพื้นที่ใต้พีคที่ดีสำหรับ อัลดริน, ดีลดริน, และเบต้า-เอนโดซัลเฟน ในขณะที่เฮกเซนจะให้สัญญาณพื้นที่ใต้พีคที่ดีสำหรับ พารา-พาราดีดีที ดังภาพประกอบ 4 เนื่องจากตัวทำละลายทั้งสองชนิดมีความเหมาะสมกับสารกำจัด ศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนแต่ละชนิดแตกต่างกัน ดังนั้นจึงใช้ตัวทำละลายทั้ง 2 ชนิดผสมกันเพื่อให้ ได้สัญญาณพื้นที่ใต้พีคที่ดีที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ อัลเบโร ซานเชส-บรูเนตและทาเดโอ (Albero; Sanchez-Brunete; & Tadeo. 2005: 917-924) ที่ใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับ เอทิลแอซีเตตในการชะสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนออกจากคอลัมน์ที่บรรจุด้วย C-18

แสดงว่าตัวทำละลายผสมชนิดดังกล่าวมีความเหมาะสมสำหรับการนำไปใช้กับการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน

1.2 การศึกษาผลของอัตราส่วนของตัวทำละลายผสม

จากการศึกษาผลของการนำตัวทำละลายเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์มาผสมกันที่อัตราส่วนต่าง ๆ ได้แก่ 10:0, 9:1, 7:3, 5:5, 3:7, 1:9, และ 0:10 โดยปริมาตร พบว่าอัตราส่วนของตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์ ที่อัตราส่วน 5:5 และ 9:1 โดยปริมาตร ให้สัญญาณพื้นที่ใต้พีกที่ดีใกล้เคียงกัน แต่เมื่อพิจารณาจากอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีกของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนโดยรวม ดังภาพประกอบ 5 ซึ่งเป็นอัตราส่วนที่ใกล้เคียงกับงานวิจัยของ อัลเบโร ซานเชส-บรูเนตและทาเดโอ (Albero; Sanchez-Brunete; & Tadeo. 2005: 917-924) ที่ใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์อัตราส่วน 5:5 โดยปริมาตรและงานวิจัยของทอร์ อายดินและออสกัน (Tor; Aydin; & Ozcan. 2006: 173-180) ที่ใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์อัตราส่วน 7:3 โดยปริมาตรในการหาค่ากำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนออกจากคอลัมน์ที่บรรจุด้วย C-18 และอะลูมินา ตามลำดับ แสดงว่าตัวทำละลายผสมชนิดดังกล่าว มีข้อใกล้เคียงกับสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่นำมาใช้ในการทดลองและมีความเหมาะสมสำหรับการนำไป ใช้กับวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว

1.3 การศึกษาผลของปริมาตรของตัวทำละลายผสม

จากการศึกษาผลของปริมาตรของตัวทำละลายผสมที่ปริมาตรต่าง ๆ ได้แก่ 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 และ 10 mL จากนั้นนำไประเหยเพื่อเพิ่มความเข้มข้นภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจนให้สารละลายมีปริมาตร 0.5 mL พบว่าปริมาตรของตัวทำละลายที่เหมาะสมคือ ที่ปริมาตร 6.0 และ 8.0 mL ซึ่งจะให้สัญญาณของพื้นที่ใต้พีกที่ดีใกล้เคียงกัน ดังภาพประกอบ 6 แต่ที่ปริมาตร 6.0 mL จะใช้ปริมาตรของตัวทำละลายน้อยกว่า ด้วยเหตุนี้ผู้วิจัยจึงเลือกใช้ปริมาตรของตัวทำละลายผสมที่ 6.0 mL ซึ่งพบว่าใช้ปริมาตรของตัวทำละลายน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของริซซาโต้และคนอื่นๆ (Rissato; et al. 2006: 1949-1958) ที่ใช้ปริมาตรของตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนในการสกัดแบบวัฏภาคของเหลวถึง 225 mL และงานวิจัยของ ฟัตตาและคนอื่นๆ (Fatta; et al. 2006: 1-11) ที่ใช้ตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนในการสกัดแบบวัฏภาคของเหลว 150 mL จะเห็นว่าวิธีการสกัดที่พัฒนาขึ้นนี้ ล้นเปลี่ยนตัวทำละลายน้อยมาก นอกจากนี้ยังพบว่าวิธีนี้ใช้ปริมาตรของสารตัวอย่างเพียง 5.00 mL ซึ่งค่อนข้างน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของโอเชียอีและคนอื่นๆ (Ochiai; et al. 2006: 1-8) ที่ใช้

ปริมาตรของสารตัวอย่าง 20 mL ในการสกัดแบบ Dual stir bar sorptive extraction วิธีนี้จึงสามารถนำไปใช้กับสารตัวอย่างที่มีปริมาตรน้อย ๆ ได้

1.4 การศึกษาผลของเวลาใช้ในการสกัด

จากการศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการสกัดที่เวลาต่าง ๆ ได้แก่ 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที พบว่าเวลาที่ใช้ในการสกัดที่เหมาะสมคือที่เวลา 2 และ 4 นาที โดยจะให้สัญญาณของพื้นที่ใต้พีคที่ดีใกล้เคียงกัน แต่ที่เวลา 2 นาทีจะใช้เวลาในการสกัดน้อยกว่า ดังภาพประกอบ 7 ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกใช้เวลาในการสกัดที่ 2 นาที ซึ่งใช้เวลาน้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของริซซาโต้และคนอื่นๆ (Rissato; et al. 2006: 1949-1958) และดอง เซงและหยาง (Dong; Zeng; & Yang. 2005: 4204-4210) ที่ใช้เวลาในการสกัดถึง 32 นาที

2. กราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 5 ชนิด

จากการศึกษาหาช่วงความเข้มข้นของสารมาตรฐานเป็นเส้นตรงจากสารละลายมาตรฐานผสมทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ อัลดริน ดีลด์ริน เบต้า-เอนโดซัลเฟน และพารา-พาราดีดีที ที่ผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี พบว่าช่วงความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่ให้กราฟเป็นเส้นตรงของสารมาตรฐาน อัลดริน ดีลด์ริน เบต้า-เอนโดซัลเฟน และพารา-พาราดีดีที อยู่ในช่วง 1.00-3.50, 0.0500-3.50, 0.0500-4.00 และ 0.0500-3.00 mg/L ตามลำดับ จากนั้นนำช่วงความเข้มข้นที่ได้ไปสร้างกราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนแต่ละชนิด จะได้กราฟมาตรฐานที่มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์อยู่ในช่วง 0.9912-0.9972 ดังแสดงในตาราง 12 และภาพประกอบ 11 ซึ่งกราฟมาตรฐานที่ได้มีช่วงความเป็นเส้นตรงที่กว้าง นอกจากนี้ยังพบว่าค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของกราฟมาตรฐานของสารแต่ละชนิดมีค่าใกล้เคียงกับงานวิจัยของโอชิไเอและคนอื่นๆ (Ochiai; et al. 2006: 1-8) ที่มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ตั้งแต่ 0.9936 และมีค่ามากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของดอง เซงและหยาง (Dong; Zeng; & Yang. 2005: 4204-4210) ที่มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ตั้งแต่ 0.9800

3. ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์

จากการพัฒนาเทคนิคการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว พบว่าค่า LOD อยู่ในช่วง 0.117-0.261 และค่า LOQ อยู่ในช่วง 0.391-0.869 mg/L ตามลำดับ ดังแสดงในตาราง 14 พบว่าค่า LOD ที่ได้มีค่าค่อนข้างสูงกว่างานวิจัยอื่น ๆ เช่น งานวิจัยของเบร์เซียร์โร-กอนซาเลซและคนอื่นๆ (Berceiro-Gonzalez; et al. 2007: 165-173) ที่สามารถวิเคราะห์ได้ต่ำถึงระดับ ng (4-17 ng/L) จึงควรมีการพัฒนาขั้นตอนของการเพิ่มความเข้มข้นด้วยวิธีอื่น ๆ ต่อไป อย่างไรก็ตามวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้เป็นอีกทางเลือกหนึ่งสำหรับการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่ม

ออร์กาโนคลอรีนที่มีความเข้มข้นต่ำในระดับ mg ซึ่งเป็นวิธีที่ไม่ยุ่งยาก รวดเร็ว และใช้สารตัวอย่างในปริมาณที่น้อยอีกด้วย

4. ความแม่นยำและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ในตัวอย่งน้ำ

จากการศึกษาความแม่นยำและความเที่ยง โดยพิจารณาจากร้อยละการกลับคืนและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของการทดลองในตัวอย่งน้ำโดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว พบว่าวิธีดังกล่าวให้ร้อยละการกลับคืนอยู่ในช่วง 81.4–111 จะเห็นได้ว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้มีค่าร้อยละการกลับคืนใกล้เคียงกับงานวิจัยของดอง เซงและหยาง (Dong; Zeng; & Yang. 2005: 4204-4210) ที่มีค่าร้อยละการกลับคืนในช่วง 71.5–115.5 และมีค่าร้อยละการกลับคืนสูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของโอชิไเอและคนอื่นๆ (Ochiai; et al. 2006: 83-90) ที่มีค่าร้อยละการกลับคืนของการวิเคราะห์สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนอยู่ในช่วง 30–63

ความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ซึ่งพิจารณาจากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ พบว่าอยู่ค่าที่ได้อยู่ในช่วง 1.68–9.43% ซึ่งมีความเที่ยงดีเมื่อเทียบกับงานวิจัยของเบร์เซียร์โร-กอนซาเลซและคนอื่นๆ (Berceiro-Gonzalez; et al. 2007: 165-173) ที่มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วง 4.5–19.7%

ดังนั้นจะเห็นว่าวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวให้ผลการวิเคราะห์ที่ใกล้เคียงกับวิธีการสกัดแบบอื่น ๆ แต่วิธีการสกัดแบบขั้นตอนเดียวมีความสะดวกและรวดเร็ว ใช้สารตัวอย่างและตัวทำละลายในปริมาณที่น้อยกว่าวิธีอื่นๆ ดังผลสรุปในตาราง 20 นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อใช้วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวแล้วสามารถนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ได้ทันทีโดยไม่พบสิ่งรบกวนการวิเคราะห์

ตาราง 20 เปรียบเทียบการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียวกับการสกัดแบบอื่น ๆ

การเปรียบเทียบ	การสกัดด้วยตัวทำละลายแบบ ขั้นตอนเดียว	การสกัดแบบอื่น ๆ
ปริมาตรของสารตัวอย่าง (mL)	5.00	20
ปริมาตรของตัวทำละลาย (mL)	5.0	150-225
เวลาที่ใช้ในการสกัด (นาที)	2	32
LOD	0.117-0.261 mg/L	4-17 ng/L
ค่าร้อยละการกลับคืน	81.4-111	71.5-115.5
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์	1.68-9.43	4.5-19.7

การหาสภาวะที่เหมาะสมของวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์ในการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดิน

1. สภาวะที่เหมาะสมของการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดิน

การพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์ในตัวอย่างดิน โดยศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ได้แก่ เวลาที่ใช้ในการสกัด การเปรียบเทียบชนิดของตัวทำละลาย การเปรียบเทียบวิธีการกำจัดสิ่งปนเปื้อนแบบต่าง ๆ ได้ผลการทดลองดังนี้

1.1 การศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการสกัด

จากการศึกษาผลของชนิดของเวลาที่ใช้ในการสกัดที่เวลาต่าง ๆ ได้แก่ 5, 10, 15, 20 และ 25 นาที ต่อวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์ โดยแต่ละเวลาทำการสกัด 2 ครั้ง พบว่าที่เวลา 15 นาทีจะให้สัญญาณของพื้นที่ใต้พีกของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนสูงที่สุดและเมื่อสกัดที่เวลามากกว่า 15 นาที สัญญาณของพื้นที่ใต้พีกที่ได้เกิดการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก ดังภาพประกอบ 8 จึงเลือกใช้เวลาในการสกัดที่เวลา 15 นาที และทำการสกัด 2 ครั้ง ดังนั้นในการเตรียมสารตัวอย่างหนึ่งครั้งจะใช้เวลาในการสกัดประมาณ 30 นาที ซึ่งพบว่าใช้เวลาในการสกัดดังกล่าวน้อยกว่างานวิจัยของซุและคนอื่นๆ (Zhou; et al. 2006: 68-75) ที่ใช้เวลาในการสกัดถึง 60 นาที

1.2 การเปรียบเทียบชนิดของตัวทำละลาย

จากงานวิจัยของวากิและคนอื่นๆ (Vagi; et al. 2007: 146-156) ที่พบว่าไดคลอโรมีเทนเป็นตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์ ผู้วิจัยจึงเปรียบเทียบใช้ตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนกับตัวทำละลายผสมที่ได้จากการพัฒนาวิธีการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำจากผลการทดลองพบว่าตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับเอทิลแอลกอฮอล์ อัตราส่วน 9:1 โดยปริมาตร ให้สัญญาณของพื้นที่ใต้พีกของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่สูงกว่าไดคลอโรมีเทนโดยไดคลอโรมีเทนไม่สามารถสกัดพารา-พาราดีดีที ที่ความเข้มข้นเดียวกันออกมาได้ ดังภาพประกอบ 9 ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกใช้ตัวทำละลายผสม เป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์ในตัวอย่างดิน

1.3 การเปรียบเทียบวิธีการกำจัดสิ่งปนเปื้อนแบบต่าง ๆ

การเปรียบเทียบวิธีการกำจัดสิ่งปนเปื้อนแบบต่าง ๆ ได้แก่ แบบคอลัมน์โครมาโทกราฟี การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง และไม่ต้องผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อน พบว่าการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์โดยไม่ต้องผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อนจะให้สัญญาณของพื้นที่ใต้พีกสูงที่สุดและไม่

ปรากฏฟีกอื่น ๆ ครอบคลุม ดังภาพประกอบ 10 เนื่องจากการกำจัดสิ่งปนเปื้อนทั้งแบบคอลัมน์โครมาโทกราฟีและแบบการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งอาจทำให้เกิดการสูญเสียสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในสารตัวอย่าง โดยอาจจะเกิดการสูญเสียไปในขั้นตอนต่าง ๆ เช่น ในขั้นตอนของการชะสารด้วยตัวทำละลาย อาจชะสารออกมาไม่หมดทำให้สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนยังคงติดอยู่ที่วัฏภาคของแข็ง เป็นต้น ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกไม่ใช้การกำจัดสิ่งปนเปื้อนซึ่งจะทำให้ลดความยุ่งยากในการเตรียมคอลัมน์และประหยัดเวลาในการเตรียมสารตัวอย่างอีกด้วย

2. กราฟมาตรฐานของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 4 ชนิด

จากการศึกษาหาช่วงความเข้มข้นของสารมาตรฐานเป็นเส้นตรงจากสารละลายมาตรฐานผสมทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ อัลดริน ดีลดริน เบต้า-เอนโดซัลเฟน และพารา-พาราดีดีที ที่ผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์ แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี พบว่าช่วงความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่ให้กราฟเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วง 5.00–150 µg/kg ยกเว้น พารา-พาราดีดีที จะอยู่ในช่วง 10.0–200 µg/kg เนื่องจากมีค่า LOD สูงกว่าสารมาตรฐานตัวอื่น ๆ ดังแสดงในตาราง 15 กราฟมาตรฐานที่ได้จะมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์อยู่ในช่วง 0.9913-0.9982 ดังแสดงในตาราง 13 และภาพประกอบ 12 พบว่าค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของกราฟมาตรฐานของสารแต่ละชนิดมีค่าสูงเมื่อเทียบกับงานวิจัยวากิและคนอื่นๆ (Vagi; et al. 2007: 146 -156) ที่มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ตั้งแต่ 0.9652

3. ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์

จากการพัฒนาเทคนิคการสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์ พบว่าค่า LOD และค่า LOQ อยู่ในช่วง 7.74–13.5 และ 25.8–45.0 µg/kg ตามลำดับ ดังแสดงในตาราง 15 โดยค่า LOD ที่ได้มีค่าค่อนข้างสูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของทอร์ อายดินและออสคาน (Tor; Aydin; & Ozcan. 2006: 173-180) ที่มีค่า LOD อยู่ในช่วง 1.6–3.4 µg/kg จึงควรมีการพัฒนาขั้นตอนของการเพิ่มความเข้มข้นด้วยวิธีอื่น ๆ ต่อไป อย่างไรก็ตามวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้เป็นอีกทางเลือกหนึ่งสำหรับการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนที่มีความเข้มข้นต่ำในระดับ µg ซึ่งเป็นวิธีที่ไม่ยุ่งยาก สะดวก และรวดเร็ว

4. ความแม่นยำและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ในตัวอย่างดิน

จากการศึกษาความแม่นยำและความเที่ยง โดยพิจารณาจากร้อยละการกลับคืนและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของการทดลองในตัวอย่างดินโดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิคส์ พบว่าวิธีดังกล่าวให้ร้อยละการกลับคืนอยู่ในช่วง 88.5–119 จะเห็นได้ว่าวิธีที่พัฒนาขึ้น

นี้มีค่าร้อยละการกลับคืนใกล้เคียงกับงานวิจัยของริซซาโต้และคนอื่นๆ (Rissato; et al. 2006: 1949-1958) ที่มีค่าร้อยละการกลับคืนในช่วง 77–125

ความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ซึ่งพิจารณาจากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ พบว่าอยู่ในช่วง 4.24 – 12.9 % ซึ่งพบว่ามีค่าใกล้เคียงกับงานวิจัยของซุและคนอื่นๆ (Zhou; et al. 2006: 68-75) ที่มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานอยู่ในช่วง 4–11%

ดังนั้นจะเห็นว่าวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์ให้ผลการวิเคราะห์ที่ใกล้เคียงกับวิธีการสกัดแบบอื่น ๆ โดยวิธีการสกัดแบบอัลตราโซนิกส์ที่พัฒนาขึ้นไม่จำเป็นต้องผ่านการกำจัดสิ่งปนเปื้อน จึงทำให้การสกัดด้วยวิธีนี้มีความสะดวก รวดเร็ว และใช้เวลาน้อยกว่าการสกัดแบบอื่น ๆ ดังผลสรุปในตาราง 21

ตาราง 21 เปรียบเทียบการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิกส์กับการสกัดแบบอื่น ๆ

การเปรียบเทียบ	การสกัดด้วยตัวทำละลาย แบบอัลตราโซนิกส์	การสกัดแบบอื่น ๆ
ปริมาตรของตัวทำละลาย (mL)	40	120
เวลาที่ใช้ในการสกัด (นาที)	30	60
LOD	7.74–13.5	1.6–3.4
ค่าร้อยละการกลับคืน	88.5–118.7	77–125
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์	4.24–12.9	4–11

การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในน้ำและดินจากตัวอย่างในธรรมชาติ

จากการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำจากแหล่งธรรมชาติ พบว่ามีปริมาณของดีลดรินอยู่ในช่วง 0.483–0.596 mg/L

ส่วนการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดิน พบว่ามีปริมาณของดีลดรินและเบต้า-เฮนโดซัลเฟน 281 และ 265 µg/kg

จากผลการวิเคราะห์จะเห็นว่ายังมีสารกำจัดศัตรูพืชตกค้างอยู่ในสิ่งแวดล้อมอยู่เป็นจำนวนมากถึงแม้ว่าสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มนี้จะมีการห้ามใช้ไปแล้วก็ตาม ดังนั้นการพัฒนาเทคนิคการ

วิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มนี้จึงมีประโยชน์เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ติดตามปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชที่ตกค้างในสิ่งแวดล้อม ซึ่งจะนำไปสู่แนวทางการแก้ไขปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมต่อไป

ข้อเสนอแนะ

1. การวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำและดินอาจพัฒนาขั้นตอนของการเพิ่มความเข้มข้นด้วยวิธีอื่น ๆ เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ปริมาณสารตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่ำ ๆ ได้
2. วิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นนี้อาจนำไปใช้กับสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงกัน หรือนำไปประยุกต์ใช้กับการวิเคราะห์ตัวอย่างประเภทอื่น ๆ เช่น ตัวอย่างทางชีวภาพ ผลผลิตทางการเกษตร เป็นต้น

บรรณานุกรม

บรรณานุกรม

- กองวัดภูมิพิษการเกษตร. (2542). *วัดภูมิพิษทางการเกษตรมีประสิทธิผลและปลอดภัยถ้าใช้อย่างถูกต้องและเหมาะสม*. กรุงเทพฯ: กองวัดภูมิพิษการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.
- นวลศรี ทยาพัชร. (2526). *ปัญหาที่เกิดจากวัดภูมิพิษที่ใช้ในทางการเกษตร*. กรุงเทพฯ: กองวัดภูมิพิษการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.
- (2533). *ปัญหาสารพิษทางการเกษตรในประเทศไทย*. กรุงเทพฯ: กองวัดภูมิพิษการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.
- นันทนา ต้นวัฒนกุลและคนอื่นๆ. (2524). *การวิจัยวัดภูมิพิษตกค้างจากผลิตภัณฑ์ประมงในเขตจังหวัดชลบุรีและระยอง*. กรุงเทพฯ: คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ.
- ปลุพร เหว้าสำเนียง. (2548). *วิธีที่รวดเร็วสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำโดยเทคนิคัลติคาพิลลารีคอลัมน์แก๊สโครมาโทกราฟี*. ปรินซ์นิพนธ์ วท.ม. (เคมีชีวภาพ). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ. ถ่ายเอกสาร.
- วรรณ กาญจนมยุร. (2544). *การแยกทางเคมีและโครมาโทกราฟี*. มหาสารคาม: ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม.
- ศักดิ์ ศรีนิเวศน์. (2546). *พิษภัยสารเคมีกำจัดศัตรูพืช*. กรุงเทพฯ: เครือข่ายสาขานโยบายการเกษตรและชนบท.
- สิริวัฒน์ วงษ์ศิริ. (2523). *ยาฆ่าแมลง*. กรุงเทพฯ: นำอักษร.
- สุภาณี พิมพ์สมาน. (2540). *สารฆ่าแมลง*. ขอนแก่น: คลังนันทวิทยา.
- คณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ. (2537). *ประกาศคณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ ฉบับที่ 8 (พ.ศ. 2537) เรื่อง กำหนดมาตรฐานคุณภาพน้ำในแหล่งน้ำผิวดิน*.
- (2543). *ประกาศคณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ ฉบับที่ 25 (พ.ศ. 2547) เรื่อง กำหนดมาตรฐานคุณภาพดิน*.
- อุดมลักษณ์ อุณจิตต์วรรณะ. (2548). *พิษและกลไกการออกฤทธิ์ของวัดภูมิพิษเกษตร*. กรุงเทพฯ: ชุมชนสหกรณ์การเกษตร.
- Albero, Beatriz; Sanchez-Brunete, Consuelo; & Tadeo, Jose. (2005). Multiresidue Determination of Pesticides in Juice by Solid-Phase Extraction and Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *Talanta*. (66): 917-924.

- American Society for Testing and Material. (2007). D 5812; Standard Test Method for Determination of Organochlorine Pesticides in Water by Capillary Column Gas Chromatography In *Annual Book of ASTM*, V.11. pp. 964-975. United States; ASTM International.
- Braithwaite, A.; & Smith, F. J. (1990). *Chromatographic Method*. London: Chapman and Hall.
- Berceiro-Gonzalez, E.; et al. (2007). Optimization and Validation of a Solid-phase Microextraction Method for Simultaneous Determination of Different Types of Pesticides in Water by Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *Journal of Chromatography A*. (1141): 165-173.
- Berdie, Lourdes; & Grimoalt, Joan O. (1998). Assessment of the Sample Handling Procedures in a Labor-saving Method for the Analysis of Organochlorine Compounds in a Large Number of Fish Samples. *Journal of Chromatography A*. (823): 373-380.
- Berijani, Sana.; et al. (2006). Dispersive Liquid-liquid Microextraction Combined with Gas Chromatography-Flame Photometric Detection Very Simple, Rapid and Sensitive Method for Determination of Organophosphorus Pesticides in Water. *Journal of Chromatography A*. (1123): 1-9.
- Conka, K.; et al. (2005). Simple Solid-phase Extraction Method for Determination of Polychlorinated Biphenyls and Selected Organochlorine Pesticides in Human Serum. *Journal of Chromatography A*. (1084): 33-38
- Dong, Chunzhou; Zeng, Zhaorui; & Yang, Ming. (2005). Determination of Organochlorine Pesticides and their Derivations in Water after HS-SPME Using Polymethyl-phenylvinylsiloxane-Coated Fiber by GC-ECD. *Water Research*. (39): 4204-4210.
- Edward, C. (1973). *Pesticides Residues in Soil and Water : Environmental Pollution by Pesticides*. London: Plenum Press.
- Fatoki, O.; & Awofolu, R. (2003). Methods for Selective Determination of Persistent Organochlorine Pesticide Residues in Water and Sediments by Capillary Gas Chromatography and Electron-Capture Detection. *Journal of Chromatography A*. (983): 225-236.

- Fatta, D.; et al. (2007). Organochlorine and Organophosphoric Insecticides, Herbicides and Heavy Metals Residue in Industrial Wastewaters in Cyprus. *Journal of Hazardous Material*. (145): 169-179.
- Fidalgo-Used, Natalia; et al. (2003). Solid-phase Microextraction as a Clean-up and Preconcentration Procedure for Organochlorine Pesticides Determination in Fish Tissue by Gas Chromatography with Electron Capture Detection. *Journal of Chromatography A*. (1017): 35-44.
- Garcia, M.; Rodriguez, I.; & Cela, R. (2007). Optimisation of a Matrix Solid Phase Dispersion Method for the Determination of Organophosphate Compounds in Dust Samples. *Journal of Chromatography A*. (1152): 247-253.
- Guardia-Rubio, Maria; et al. (2006). Simplified Pesticide Multiresidue Analysis in Virgin Olive Oil by Gas Chromatography with Thermoionic Specific, Electron-Capture and Mass Spectrometric Detection. *Journal of Chromatography A*. (1108): 231-239.
- Hussen, Ahmed; et al. (2007). Selective Pressurized Liquid Extraction for Multi-residue Analysis of Organochlorine Pesticides in Soil. *Journal of Chromatography A*. (1152): 247-253.
- Ji, Jie; et al. (2007). Microwave-assisted Steam Distillation for the Determination of Organochlorine Pesticides and Pyrethroids in Chinese Teas. *Talanta*. (71): 1068-1074.
- Kankaanpaa, Aino; et al. (2004). Single Step Procedure for Gas Chromatography-Mass Spectrometry Screening and Quantitative Determination of Amphetamine-Type Stimulants and Related Drugs in Blood, Serum, Oral Fluid and Urine Samples. *Journal of Chromatography B*. (810): 57-68.
- Matsumura, F. (1980). *Toxicology of Insecticides*. New York: Plenum Press.
- McNair, H. M.; & Bonelli, E. J. (1969). *Basic Gas Chromatography*. 5th ed. California: Varian aerograph.
- Ochiai, N.; et al. (2006). Fast Screening of Pesticide Multiresidues in Aqueous Samples by Dual Stir Bar Sorptive Extraction-Thermal Desorption-Low Thermal Mass Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *Journal of Chromatography A*. (1130): 83-90

- Pauwels, A.; et al. (1999). Improved Sample Preparation Method for Selected Persistent Organochlorine Pollutants in Human Serum Using Solid-phase Disk Extraction with Gas Chromatographic Analysis. *Journal of Chromatography B.* (723): 117-125.
- Polese, Luciana; et al. (2000). Extraction and Clean-up Procedure for Analysis of Organochlorine Pesticide Residues in Ethoxylated Lanolin. *Il Farmaco.* (55): 637-640.
- Rial-Otero, R.; et al. (2007). Chromatographic-Based Methods for Pesticide Determination in Honey: An Overview. *Talanta.* (71): 503-514.
- Rissato, Sandro; et al. (2006). Organochlorine Pesticides and Polychlorinated Biphenyls in Soil and Water Samples in the Northeastern Part of Soa Paulo State, Brazil. *Chemosphere.* (65): 1949-1958.
- Scheyer, Anne; et al. (2005). Analysis of Some Organochlorine Pesticides in an Urban Atmosphere (Strasbourg, East of France). *Chemosphere.* (58): 1517-1524.
- Schomburg, Gerhard. (1990). *Gas Chromatography : A Practical Course.* Weinheim: VCH.
- Sharif, Z.; et al. (2006). Determination of Organochlorine and Pyrethroid Pesticides in Fruit and Vegetables Using Solid Phase Extraction Clean-up Cartridges. *Journal of Chromatography A.* (1127): 254-261.
- Skoog, Douglas A.; & Leary, James J. (1992). *Principles of Instrumental Analysis.* 4th ed. New York: Saunders Colledge Publishing.
- Skoog, Douglas A.; West, Donald M.; & Holler, James F. (1992). *Fundamental of Analytical Chemistry.* 6th ed. Orlando: Saunders College.
- Smith, Roger M. (1988). *Gas and Liquid Chromatography in Analytical Chemistry.* London: John Wiley & Sons.
- Sundberg, Sarah H.; et al. (2006). A Simple and Fast Extraction Method for Organochlorine Pesticides and Polychlorinated Biphenyls in Small Volumes of Avian Serum. *Journal of Chromatography B.* (831): 99-104.
- Tomkins, Bruce A.; & Barnard, Angela R. (2002). Determination of Organochlorine Pesticides in Ground Water Using Solid-phase Microextraction Followed by Dual-Column Gas Chromatography with Electron-Capture Detection. *Journal of Chromatography A.* (946): 21-33.

- Tor, Ali; Aydin, Mehmet; & Ozcan, Senar. (2006). Ultrasonic Solvent Extraction of Organochlorine Pesticides from Soil. *Analytica Chimica Acta*. (559): 173-180.
- Tweedy, B.; et al. (1990). *Pesticide Residues and Food Safety*. Alabama: Maple Press.
- Vagi, M.; et al. (2007). Determination of Organochlorine in Marine Sediments Samples Using Ultrasonic Solvent Extraction Followed by GC/ECD. *Desalination*. (210): 146-156.
- Vu Duc, Toan; et al. (2007). Contamination by Selected Organochlorine Pesticides (OCPs) in Surface Soils in Hanoi. *Vietnam Bulletin Environmental Contamination Toxicology*. (78): 195-200.
- Wang, Wentao; et al. (2007). Extraction of Polycyclic Hydrocarbons and Organochlorine Pesticides from Soils: A Comparison between Soxhlet Extraction, Microwave-assisted Extraction and Accelerated Solvent Extraction Techniques. *Analytical Chimica Acta*. (602): 247-253.
- Willett, J. E. (1991). *Gas Chromatography*. Singapore: John Wiley & Sons.
- Zhou, R.; et al. (2006). Distribution of Organochlorine in Surface Water and Sediments from Qiantang River, East China. *Journal of Hazardous Material*. (137): 68-75.
- .

ภาคผนวก

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

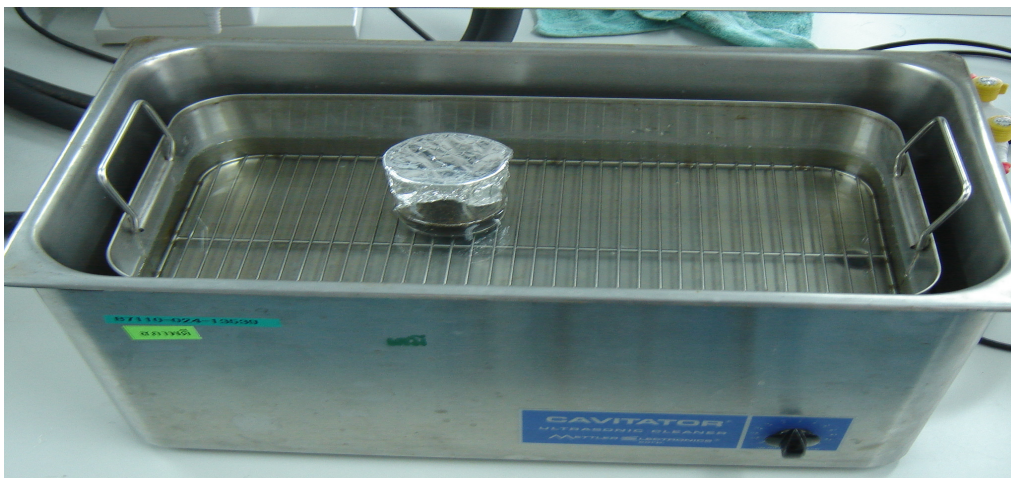
เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. ชุดการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว (Single step solvent extraction)



ภาพประกอบ 17 การสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างน้ำด้วยวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบขั้นตอนเดียว

2. ขั้นตอนการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิก (Ultrasonic solvent extraction)



ภาพประกอบ 18 การสกัดสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในตัวอย่างดินด้วยวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบอัลตราโซนิก

3. อุปกรณ์สำหรับคัดเลือกขนาดของเม็ดดิน



ภาพประกอบ 19 วิธีการคัดเลือกขนาดของเม็ดดิน

ภาคผนวก ข

การวิเคราะห์ผลทางสถิติ และค่าพารามิเตอร์ในการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ผลทางสถิติ และคำนวณค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในงานวิจัย ได้แก่ การคำนวณอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีค ร้อยละการกลับคืนของวิธีวิเคราะห์ ค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์ได้ มีสูตรในการคำนวณดังนี้

1. อัตราส่วนพื้นที่ใต้พีค (peak area ratio)

$$\text{peak area ratio} = \frac{(\text{peak area of standard})}{(\text{peak area of internal standard})}$$

เมื่อ peak area ratio แทนอัตราส่วนของพื้นที่ใต้พีค
 peak area of standard แทนพื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐาน
 peak area of internal standard แทนพื้นที่ใต้พีคของสารมาตรฐานภายใน

2. ร้อยละการกลับคืนของวิธีวิเคราะห์ (% recovery)

$$\% \text{ recovery} = \frac{(\text{amount found} \times 100)}{(\text{amount taken})}$$

เมื่อ % recovery แทนร้อยละการกลับคืนของวิธีวิเคราะห์
 amount found แทนปริมาณของสารที่ตรวจพบ
 amount taken แทนปริมาณของสารที่เติมลงไป

3. ค่าเฉลี่ย (mean; $\bar{X}$)

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{N}$$

เมื่อ	$\bar{X}$	แทนค่าเฉลี่ย
	X_i	แทนค่าที่ได้จากการทดลองในแต่ละครั้ง
	N	แทนจำนวนครั้งในการทดลอง

4. ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation; SD)

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$$

เมื่อ	SD	แทนค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	$\bar{X}$	แทนค่าเฉลี่ย
	X_i	แทนค่าที่ได้จากการทดลอง
	N	แทนจำนวนครั้งในการทดลอง

5. ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (relative of standard deviation; %RSD)

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$

เมื่อ	RSD	แทนค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์
	SD	แทนค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	$\bar{X}$	แทนค่าเฉลี่ย

6. ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณและค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์ได้ (Skoog; West; & Holler. 1992: 55-60)

$$S_{xx} = \sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{N}$$

$$S_{yy} = \sum y_i^2 - \frac{(\sum y_i)^2}{N}$$

$$S_{xy} = \sum x_i y_i - \frac{\sum x_i \sum y_i}{N}$$

$$S_r = \sqrt{\frac{S_{yy} - m^2 S_{xx}}{N - 2}}$$

$$S_b = S_r \sqrt{\frac{1}{N - (\sum x_i)^2 / \sum x_i^2}}$$

$$LOD = \frac{3S_b}{m}$$

$$LOQ = \frac{10S_b}{m}$$

เมื่อ

S_r	แทนค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของการถดถอย (Regression)
S_b	แทนค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของส่วนตัด (Intercept) หรือแบลงค์
m	แทนความชันของกราฟมาตรฐาน
LOD	แทนความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาได้
LOQ	แทนความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์

ประวัติย่อผู้วิจัย

ประวัติย่อผู้วิจัย

ชื่อ ชื่อสกุล	นายธนาวัฒน์ จุ่มแพง
วันเดือนปีเกิด	วันที่ 3 เดือนมกราคม ปีพุทธศักราช 2526
สถานที่เกิด	โรงพยาบาลวานรนิวาส อำเภovanรนิวาส จังหวัดสกลนคร
สถานที่อยู่ปัจจุบัน	310 หมู่ที่14 ซอยรุ่งพัฒนา 2 ตำบลธาตุเชิงชุม อำเภอเมือง จังหวัดสกลนคร
ตำแหน่งหน้าที่การงานปัจจุบัน	-
สถานที่ทำงานปัจจุบัน	-
ประวัติการศึกษา	
พ.ศ. 2540	มัธยมศึกษาตอนต้น จากโรงเรียนสกลราชวิทยานุกูล สกลนคร
พ.ศ. 2543	มัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนสกลราชวิทยานุกูล สกลนคร
พ.ศ. 2548	วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมี จากมหาวิทยาลัยมหาสารคาม มหาสารคาม
พ.ศ. 2551	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ กรุงเทพมหานคร