

การวิเคราะห์หาปริมาณสารตกค้างกลุ่ม Carbamate และกลุ่ม Organophosphate ในน้ำดื่มและน้ำบาดาล ด้วยเทคนิค LC-MS/MS

ผู้จัดทำ: สิริรัตน์ สิทธิรัตนตรีกุล, จิรวิญญา เลี่ยมไครตวน, นิรมล จิตต์สมหมาย, จิตนภา วรนิติกุล

บทนำ

เมื่อกล่าวถึงสารตกค้าง มักหมายถึงสารเคมี ยาฆ่าแมลง วัตถุอันตรายที่อาจเกินเกณฑ์กำหนดหรือมีพิษเฉียบพลันที่เป็นอันตรายต่อผู้บริโภค โดยแหล่งที่มาหลักของสารเหล่านี้มาจากภาคเกษตรกรรมและปศุสัตว์ ซึ่งสอดคล้องกับลักษณะภูมิประเทศของประเทศไทยที่ 80% ของพื้นที่ประกอบอาชีพเกษตรกรรม ส่งผลให้สารเคมีเหล่านี้กระจายเข้าสู่สิ่งแวดล้อมต่างๆได้เช่น อากาศ พื้นดินรวมถึงอาจสามารถสะสมสู่น้ำใต้ดินหรือน้ำบาดาลได้เช่นกัน

น้ำบาดาล (Groundwater) คือ น้ำที่อยู่ใต้ผิวดิน ซึ่งเกิดจากน้ำฝนซึมผ่านรูพรุนของชั้นหินลงไปในความลึกหลายเมตร โดยน้ำบาดาลมีความสำคัญอย่างยิ่งในพื้นที่ที่มีปัญหาการขาดแคลนน้ำ น้ำบาดาลใช้ประโยชน์ในด้านการบริโภคในครัวเรือน การเกษตร และอุตสาหกรรม อย่างไรก็ตามเนื่องจากน้ำบาดาลมีความลึก จึงมีแร่ธาตุเจือปน รวมถึงสารตกค้างจากชุมชน ภาคอุตสาหกรรมและการเกษตร หากจะนำมาใช้อุปโภคบริโภค ควรผ่านกระบวนการกรองหรือทดสอบคุณภาพก่อนการใช้งาน

LC-MS/MS เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ที่ได้รับความนิยมในการตรวจหาสารตกค้างและสารปนเปื้อน เช่น กลุ่ม Carbamate และ Organophosphate โดยเทคนิค Liquid Chromatography (LC) สามารถแยกสารได้อย่างรวดเร็ว เมื่อเชื่อมต่อกับเครื่อง Mass Spectrometer (MS) ที่มีความไว (Sensitivity) และความจำเพาะสูง (Selectivity) ทำให้สามารถตรวจหาชนิดของสารได้อย่างแม่นยำทั้งในด้านการวิเคราะห์คุณภาพและปริมาณของสารในตัวอย่าง

เครื่องมือและอุปกรณ์

การแยกสารตกค้างและสารปนเปื้อนในน้ำดื่มและน้ำบาดาล สามารถตรวจได้โดยใช้เทคนิค Liquid Chromatography ต่อกับ Mass Spectrometer การทดสอบในครั้งนี้ใช้ผลิตภัณฑ์ของบริษัท Thermo Scientific™ จากประเทศสหรัฐอเมริกา รุ่น Vanquish Flex Binary Pump โดยใช้คอลัมน์ Accucore™ aQ ขนาด 150 x 2.1 mm และอนุภาคขนาด 2.6 μm ใช้ระยะเวลาวิเคราะห์เป็นเวลา 12 นาที

แมสสเปคโตรมิเตอร์

ผลิตภัณฑ์จากบริษัท Thermo Scientific™ ประเทศสหรัฐอเมริกา รุ่น TSQ Quantis™ Plus ซึ่งมี Mass Analyzer แบบ Triple Quadrupole โดยตั้งค่า Selected Reaction Monitoring (SRM) Transitions ในการวิเคราะห์ ตามที่แสดงในตารางที่ 1



รูปที่ 1 เครื่องแยกสารด้วยของเหลว (Liquid Chromatography) ต่อกับเครื่องวิเคราะห์น้ำหนักมวล (Triple Quadrupole Mass Spectrometer)

ขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์

การเตรียมตัวอย่างทดสอบ

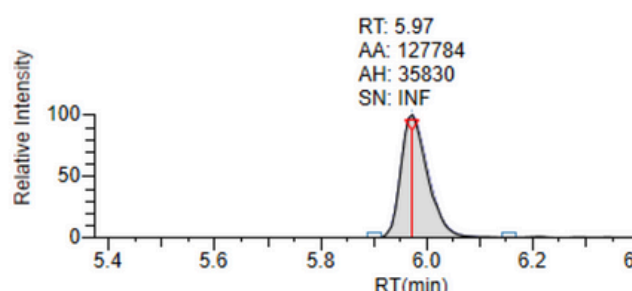
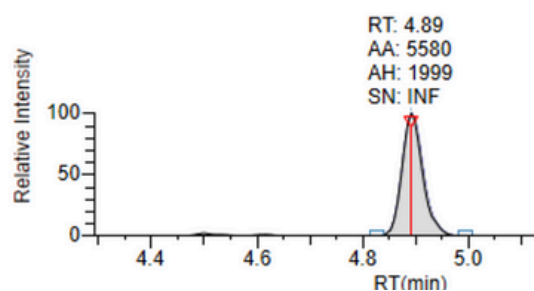
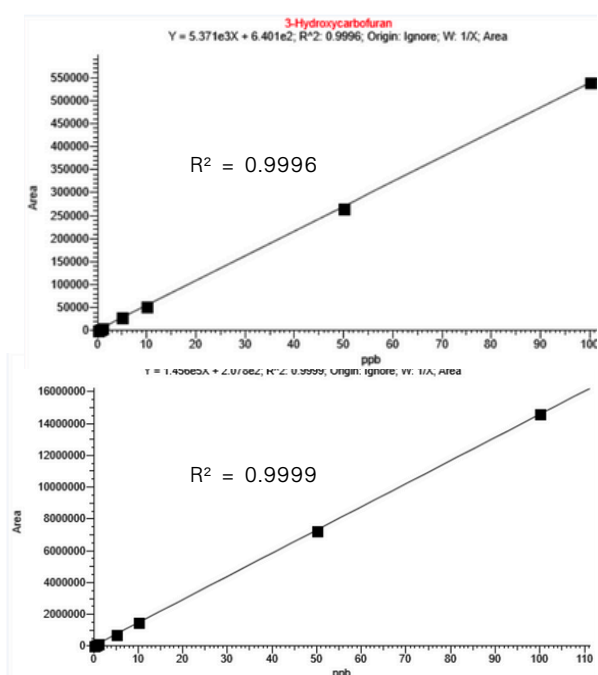
1. เตรียมสารละลาย Mixed Standard (ตารางที่ 1) ที่ความเข้มข้น 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ โดยละลายในตัวทำละลาย 20% Methanol
2. เตรียมสารละลาย Carbofuran (^{13}C - ISTD)^f และ Methomyl (^{13}C ^{15}N - Surrogate STD)^g ความเข้มข้น 400 ng/mL โดยละลายในตัวทำละลาย 20% Methanol
3. เตรียมตัวอย่างวิเคราะห์ โดยนำตัวอย่างน้ำดื่มและน้ำบาดาลที่ต้องการตรวจสอบปริมาตร 250 ml (pH 7 \pm 0.5) มาสกัดด้วยวิธี Solid Phase Extraction ตามวิธีมาตรฐาน EPA 540 ซึ่งตัวอย่างทั้งหมดจะถูกกรองผ่าน Nylon Filter ขนาด 0.22 μm ก่อนวิเคราะห์ด้วย LC-MS/MS

^f แทนที่ด้วย C-13 จำนวน 6 ตำแหน่ง

^g แทนที่ด้วย C-13 จำนวน 2 ตำแหน่ง, N-15 จำนวน 1 ตำแหน่ง

Compound	RT(min)	Precursor(m/z)	RF(v)	Quant(m/z)	CE(v)	Confirm#1 (m/z)	CE(v)	Confirm#2(m/z)	CE(v)
Methomyl	4.50	163	81	88	10	106	11	122	6
Methomyl (Surro STD)	4.50	166	82	91	9	109	11	122	6
3-Hydroxycarbofuran	4.88	238	148	181	12	163	17	220	6
Fenamiphos-sulfoxide	5.40	320	202	233	25	292	17	171	25
Phorate sulfoxide	5.59	277	123	199	11	143	22	171	15
Carbofuran (ISTD)	5.60	228	130	171	13	129	24	55	30
Disulfoton sulfoxide	5.60	291	141	213	11	185	16	157	24
Phorate sulfone	5.60	293	137	97	35	171	13	247	7
Bensulide	5.95	398	154	356	8	314	12	158	25
Fenamiphos	5.98	304	199	217	22	202	36	234	18
Chlorpyrifos oxon	6.01	334	190	278	18	198	33	306	14
Fenamiphos sulfone	6.01	336	207	280	18	200	35	308	14

ตารางที่ 1 Retention Time และ SRM Transitions ของสารตกค้างและสารปนเปื้อนในตัวอย่างน้ำ



รูปที่ 2 เส้นแสดงตัวอย่างกราฟมาตรฐาน และ Chromatogram ของสาร 3-Hydroxycarbofuran (บน) และ สาร Fenamiphos (ล่าง)

ผลการตรวจวิเคราะห์

การวิเคราะห์สารตกค้างและสารปนเปื้อนในกลุ่ม Carbamate และ Organophosphate ในน้ำดื่มและน้ำบาดาลพบว่า เส้นกราฟมาตรฐานของสารตกค้างทุกชนิดในช่วงความเข้มข้น 0.025-100 ng/mL มีค่า $R^2 \geq 0.995$ และเมื่อคำนวณค่า Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ) จาก Signal to Noise Ratio พบว่าค่าต่ำสุดคือ 0.001 $\mu\text{g/L}$ (ตามที่แสดงในตารางที่ 2) ซึ่งทำให้เทคนิค Liquid Chromatography ที่ใช้ในการตรวจสอบสารปนเปื้อนในกลุ่ม Carbamate และ Organophosphate มีประสิทธิภาพสูงทำให้ได้ผลลัพธ์ที่เชื่อถืออีกด้วย

Compound	Linear Regression, R^2	LOD ($\mu\text{g/L}$)	LOQ ($\mu\text{g/L}$)
Methomyl	0.9983	0.006	0.020
3-Hydroxycarbofuran	0.9994	0.006	0.019
Fenamiphos-sulfoxide	0.9991	0.001	0.002
Phorate sulfoxide	0.9981	0.001	0.002
Disulfoton sulfoxide	0.9970	0.000	0.001
Phorate sulfone	0.9960	0.034	0.113
Bensulide	0.9957	0.017	0.056
Fenamiphos	0.9999	0.001	0.003
Chlorpyrifos oxon	0.9997	0.002	0.005
Fenamiphos sulfone	0.9978	0.034	0.011

ตารางที่ 2 แสดงค่า R-Square, LOD, LOQ ของสารตกค้างและสารปนเปื้อนในตัวอย่างน้ำ

เอกสารอ้างอิง

- EPA Document #: EPA/600/R-13/119 METHOD 540 DETERMINATION OF SELECTED ORGANIC CHEMICALS IN DRINKING WATER BY SOLID PHASE EXTRACTION AND LIQUID CHROMATOGRAPHY/TANDEM MASS SPECTROMETRY (LC/MS/MS)
- รายชื่อสารเคมีกำจัดศัตรูพืชและสัตว์ที่ขึ้นทะเบียนในประเทศไทย จากกองควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร กรมวิชาการเกษตร 2540



บริษัท ชายน์ สเปค จำกัด
10 ซอยกาญจนาภิเษก 0010 แยกสอง
เขตบางแค กทม. 10160
โทร 02 454 8533

thermo
scientific

Authorized Distributor



scispec



@scispec



www.scispec.co.th