

วิจัยปริมาณสารพิษตกค้างของอินดอกซาคาร์บ (indoxacarb) ในพริก
เพื่อกำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้าง
Residue Trial of Indoxacarb in Chili to Establish Maximum Residue Limit (MRL)

วิทยา บัวศรี มัลลิกา ทองเขียว ภาลินี ไชยชนะ ปกป้อง ทะนันชัย
Wittaya Buasri Malliga Thongkheaw Pasinee Chaichana Pokpong Thanachai

กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร

กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

ABSTRACT

The study of indoxacarb residue in chili was conducted in 3 trial field locations; Si Prachan district Suphan Buri province (trial 1) Doem Bang Nang Buat district Suphan Buri province (trial 2) Tha Muang district Kanchana Buri province (trial 3). All of the field trials, each consisted of two plots which were treated and untreated with indoxacarb 15% W/V EC at 30 ml/water 20 L. The formulation was applied 3 times to treated plots at 7- day intervals. Chili fruits were collected to determine indoxacarb residues using the QuEChERS method. The untreated sample was analyzed for indoxacarb residues which were not detected in all cases. The treated samples were collected and determined their indoxacarb residues at 0, 1, 3, 5, 7, 14 and 21 days after the last application. The samples were found to contain maximum residue in 3 trials of 1.16, 1.01, 0.42, 0.20, 0.13, 0.07 and 0.03 mg/kg, respectively. Currently, JMPR has set the codex-MRL value of indoxacarb in peppers to 0.3 mg/kg. EU countries set the EU-MRL value of indoxacarb in sweet peppers/bell peppers at 0.3 mg/kg. In Japan, the MRL value of indoxacarb in pimento (sweet pepper) is 1 mg/kg. For Thailand, the National Bureau of Agricultural Commodity and Food Standards has not set Thai-MRL of indoxacarb in eggplant. Therefore, these experimental results will be useful for the further determination of PHI and MRL values of indoxacarb residues in the chili of Thailand. When comparing the information from MRLs, it is able to indicate that 5 days after the last application is the safety time for harvesting.

Keyword : indoxacarb, Chili and Maximum Residue Limit (MRL)

บทคัดย่อ

การวิจัยปริมาณสารพิษตกค้างของอินดอกซาคาร์บ (indoxacarb) ในพริก เพื่อกำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้าง วางแผนการทดลองแบบ supervised residue trial ตาม Codex Guidelines ทำการทดลอง จำนวน 3 แปลงต่างพื้นที่กัน แปลงที่ 1 อ.โพธาราม จ.ราชบุรี ในปี 2563 แปลงที่ 2 อ.ท่าม่วง จ.กาญจนบุรี และแปลงที่ 3 อ.เมือง จ.นครปฐม ในปี 2564 แต่ละแปลงทดลองมี 2 การทดลองย่อย คือ การทดลองย่อยที่ 1 เป็นแปลงควบคุม และแปลงทดลองย่อยที่ 2 เป็นแปลงที่พ่นสารตามคำแนะนำ คือ indoxacarb 15% W/V EC อัตรา 30 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20 ลิตร อัตราการใช้น้ำ 80 ลิตรต่อไร่ ทำการทดลองในพริกหนุ่ม พันธุ์หยกสวรรค์ และพริกจินดา พันธุ์ชูเปอร์ฮอต โดยพ่นสาร indoxacarb 7 วันต่อครั้ง จำนวน 3 ครั้ง โดยก่อนการพ่นสารทำการสอบเทียบอัตราการไหลของเครื่องพ่นให้สม่ำเสมอตามระบบ OECD-GLP (Good Laboratory Practice) สุ่มเก็บตัวอย่างผลผลิตจากแปลงทดลองที่ระยะเวลาต่างๆ กันคือ 0 (2 ชั่วโมงหลังการพ่น), 1, 3, 5, 7, 14 และ 21 วัน ภายหลังจากพ่นสารครั้งสุดท้าย นำมาวิเคราะห์ปริมาณสารพิษตกค้างของ indoxacarb ในพริก ด้วยวิธีการ QuEChERS ซึ่งทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการแล้ว ตรวจวัด

โดยใช้เทคนิค LC-MS/MS พบปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุดจากการทดลองในแปลงที่ 1 – 3 มีค่าดังนี้ 1.16, 1.01, 0.42, 0.20, 0.13, 0.07 และ 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ที่ระยะเวลาต่างๆ ตามลำดับ ส่วนแปลงควบคุม ตรวจไม่พบสารตกค้างในทุกตัวอย่างของการทดลองทั้ง 3 แปลง ปัจจุบันได้มีการกำหนดค่า Codex MRL ของ indoxacarb (peppers) เท่ากับ 0.3 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม Japanese MRL (pimento (sweet pepper)) เท่ากับ 1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และ EU MRL (sweet peppers/bell peppers) เท่ากับ 0.3 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ซึ่งประเทศไทยยังไม่มีกำหนดค่า MRL indoxacarb ในพริก ดังนั้น ข้อมูลจากการทดลองที่ได้จะเป็นประโยชน์ในการพิจารณากำหนดค่า PHI และค่า MRL สารพิษตกค้างของ indoxacarb ในพริกสำหรับประเทศไทยต่อไป เมื่อพิจารณาข้อมูลสารพิษตกค้างกับค่า MRLs แล้ว สามารถระบุให้เก็บเกี่ยวผลผลิตได้หลังการพ่นสารครั้งสุดท้าย 5 วัน ถือว่ามีความปลอดภัย

คำสำคัญ : อินดอกซาคาร์บ พริก และ ค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้าง

คำนำ

คณะกรรมการมาตรฐานอาหารสากล โดยองค์การอาหารและเกษตรและองค์การอนามัยโลก (Codex) FAO/WHO เป็นคณะกรรมการที่จัดตั้งขึ้นเพื่อพิจารณากำหนดมาตรฐานอาหารระหว่างประเทศเพื่อปกป้องคุ้มครองผู้บริโภค และให้เกิดความเป็นธรรมในการค้าระหว่างประเทศ โดยมีประเทศต่างๆ ทั่วโลกเป็นสมาชิกในปัจจุบันทั้งที่เป็นประเทศและองค์กรประเทศทั้งสิ้น 189 ประเทศ ซึ่งประเทศไทยเข้าเป็นสมาชิกตั้งแต่ปี 1963 (Codex Alimentarius, 2022) คณะกรรมการดังกล่าวจะพิจารณากำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้างในผลผลิต และผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร (Maximum Residue Limits: MRLs) ซึ่งจะมีการจัดประชุมทุกปีเพื่อพิจารณากำหนดข้อมูลและการยอมรับค่า MRLs ที่ประเทศสมาชิกเสนอ โดยข้อมูลผลการทดลองปริมาณสารพิษตกค้างของประเทศสมาชิกจะต้องทำการศึกษาภายใต้การปฏิบัติการทางการเกษตรที่ดีที่เหมาะสม (GAP) การกำหนดค่าปริมาณสูงสุด MRLs จะขึ้นอยู่กับชนิดของวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตร และชนิดของพืช โดยการทดลองจะต้องทำซ้ำอย่างน้อย 5-6 ครั้ง ต่างสถานที่หรือต่างฤดูกาล นำข้อมูลปริมาณสารพิษตกค้างที่ได้จากพ่นวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตรตามอัตราแนะนำ ที่ระยะเวลาเก็บเกี่ยวต่างๆ หลังการพ่นครั้งสุดท้าย มาประกอบการพิจารณารวมกับข้อมูลศึกษาความเป็นพิษของวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตรชนิดนั้นๆ

อินดอกซาคาร์บ (indoxacarb) จัดเป็นสารฆ่าแมลงในกลุ่ม oxadiazine ชนิดไม่ดูดซึม (non-systemic) น้ำหนักโมเลกุล 527.84 กรัมต่อโมล ค่า ADI 0.006 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม น้ำหนักตัวต่อวัน และค่า ARfD 0.125 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม น้ำหนักตัวต่อวัน ชื่อทางเคมี (ISO common name) indoxacarb ซึ่งจะอยู่ในรูป S-enantiomer แต่ในผลิตภัณฑ์สำเร็จรูป (technical material) สำหรับใช้ป้องกันกำจัดแมลงศัตรูพืช อยู่ในรูปสารผสมของ active S-isomer (900 กรัมต่อกิโลกรัม เป็นอย่างน้อย) และ inactive R-isomer (10 กรัมต่อกิโลกรัม เป็นอย่างน้อย) ค่าปริมาณสารพิษตกค้างของ indoxacarb ให้ใช้ผลรวมของ indoxacarb และ R-enantiomer สาร indoxacarb ออกฤทธิ์โดยจับกับ sodium channels ของแมลงทำให้ถูกยับยั้งการไหลของ sodium ions เข้าสู่เซลล์ประสาท จนระบบประสาทของแมลงบกพร่องเกิดอัมพาต และตายในที่สุด (European Food Safety Authority, 2012) ข้อมูลจากเอกสารวิชาการเกษตร คำแนะนำการป้องกันกำจัดแมลงและศัตรูพืช กลุ่มกีฏและสัตววิทยา กรมวิชาการเกษตร ปี 2553 แนะนำให้ใช้ indoxacarb สำหรับกำจัดหนอนกระทู้ผัก (*Spodoptera litura*) ในพริก (*chili*) ในสูตรความเข้มข้น 15% W/V EC อัตรา 30 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20 ลิตร อัตราการใช้น้ำ 80 ลิตรต่อไร่

การศึกษาปริมาณสารพิษตกค้างของ indoxacarb ในพริก จึงเป็นการศึกษาเพื่อนำข้อมูลไปใช้ในการประกอบการพิจารณากำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้างในพืช (MRLs) จากการใช้วัตถุที่มีพิษอย่างถูกต้อง และปลอดภัย ตามมาตรฐานของ Codex เพื่อความปลอดภัยของผู้บริโภค และเพื่อประโยชน์ในการต่อรองทางด้านสินค้าเกษตรส่งออก โดยที่กรมวิชาการเกษตรได้ทำการศึกษาปริมาณสารพิษตกค้างของ indoxacarb ในพริก เพื่อนำไปเสนอพิจารณากำหนดค่า PHI ค่า Thai-MRL, Asian MRL และ Codex MRL ต่อไป

วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์

1. เครื่องมือและอุปกรณ์
 - 1.1 เครื่องพ่นสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (spray equipment) แบบเครื่องยนต์สะพายหลัง (knapsack electrical sprayer, Mitsudaiwa รุ่น TP-20)
 - 1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในแปลงทดลอง เช่น เครื่องจับเวลา เครื่องวัดความเร็วลม เครื่องวัดอุณหภูมิและความชื้น และเครื่องบันทึกอุณหภูมิ (temperature data logger) ที่สอบเทียบแล้ว
 - 1.3 หลอดทดลอง (screw-capped polypropylene centrifuge tubes) ขนาด 50 มิลลิลิตร
 - 1.4 หลอดทดลองขนาดเล็ก (micro centrifuge tubes) ขนาด 1.5 มิลลิลิตร
 - 1.5 ขวดบรรจุสาร (auto sampler vials) ขนาด 1.5 มิลลิลิตร
 - 1.6 อุปกรณ์ดูด-จ่ายสารละลาย (auto pipette) ขนาด 2-20, 10-100, 20-200, 100-1,000, 500-5,000 ไมโครลิตร และ 1-10 มิลลิลิตร ที่สอบเทียบแล้ว
 - 1.7 อุปกรณ์ดูด-จ่ายสารเคมีจากขวด (dispenser) ขนาด 10 มิลลิลิตร ที่สอบเทียบแล้ว
 - 1.8 เครื่องชั่งไฟฟ้า (electronic balances) ชนิดทศนิยม 5 ตำแหน่งและ 2 ตำแหน่ง ที่สอบเทียบแล้ว
 - 1.9 เครื่องบดตัวอย่าง (food processor)
 - 1.10 ตู้อบ (hot air oven) และเตาเผา (muffle furnace)
 - 1.11 เครื่องผสมตัวอย่าง (vortex mixer)
 - 1.12 เครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge) พร้อมด้วย adapter สำหรับหลอดทดลอง ขนาด 50 มิลลิเมตร
 - 1.13 เครื่องปั่นเหวี่ยงหลอดทดลองขนาดเล็ก (micro centrifuge) สำหรับหลอดทดลอง ขนาด 1.5 มิลลิเมตร
 - 1.14 เครื่องลดปริมาตรสารโดยการเป่าด้วยแก๊สไนโตรเจน (nitrogen evaporator)
 - 1.15 เครื่องแก้วชนิดต่างๆ เช่น volumetric flask, beaker, cylinder
 - 1.16 เข็มพร้อมเยื่อกรอง (syringe with membrane filter) ขนาด 0.20 ไมโครเมตร
 - 1.17 เครื่อง ultra performance liquid chromatography (UPLC) ต่อกับ mass spectrometry (LC-MS/MS) Agilent technologies รุ่น 6460
 - 1.18 เครื่อง gas chromatography ต่อกับ tandem mass spectrometry (GC-MS/MS) Agilent technologies รุ่น 7000C
2. สารเคมี
 - 2.1 สารมาตรฐานของ indoxacarb ($C_{22}H_{17}ClF_3N_3O_7$) ความบริสุทธิ์ 97.7%
 - 2.2 ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช indoxacarb 15% W/V EC ชื่อการค้า แอมเมท 15 อีซี
 - 2.3 acetonitrile (CH_3CN) ชนิด pesticide grade (PR)
 - 2.4 acetonitrile และ water (H_2O) ชนิด LC-MS grade
 - 2.5 anhydrous magnesium sulfate ($MgSO_4$) เเผาที่ $500\text{ }^{\circ}C$ นาน 5 ชั่วโมง
 - 2.6 sodium citrate tribasic dyhydrate ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$)
 - 2.7 disodium hydrogen citrate sesquihydrate ($C_6H_6Na_2O_7 \cdot 1.5H_2O$)
 - 2.8 ammonium formate
 - 2.9 formic acid

วิธีการ

1. การสำรวจแปลงปลูกและวางแผนการทดลอง

1.1 สำรวจแปลงปลูกพริกของเกษตรกร เพื่อวางแผนการทดลอง การปฏิบัติงาน และกำหนดระยะเวลา พันสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช โดยเลือกแปลงทดลองที่มีการปลูกตามหลักการเกษตรที่ดีที่เหมาะสม (Good Agriculture Practice; GAP) ติดต่อขอความร่วมมือจากเกษตรกรเพื่อดำเนินการทดลองจำนวน 3 แปลงต่างพื้นที่กัน แปลงที่ 1 ทำการทดลองที่ ต.บ้านสิงห์ อ.โพธาราม จ.ราชบุรี ทำการทดลองในระหว่างเดือน มกราคม – กุมภาพันธ์ 2563 ในพริกหนุ่ม พันธุ์หยกสวรรค์ แปลงที่ 2 ทำการทดลองที่ ต.ท่าม่วง อ.ท่าม่วง จ.กาญจนบุรี ทำการทดลองในระหว่างเดือน กุมภาพันธ์ – มีนาคม 2564 ในพริกจินดา พันธุ์ซูเปอร์ฮอต และแปลงที่ 3 ทำการทดลองที่ ต.บ้านยาง อ.เมือง จ.นครปฐม ทำการทดลองในระหว่างเดือน กุมภาพันธ์ – มีนาคม 2564 ในพริกจินดา พันธุ์ซูเปอร์ฮอต ซึ่งเกษตรกรยินยอมที่จะปฏิบัติตามแผนการดำเนินงานที่กำหนด

1.2 วางแผนการทดลอง แบบ Supervised Residue Trial (FAO, 2016) ตาม Codex Guidelines มี 2 การทดลองย่อย (experiments) การทดลองย่อยที่ 1 แปลงควบคุม (Control) ไม่พ่นสารสำหรับใช้เป็นแปลงเปรียบเทียบกับแปลงที่พ่นสาร และการทดลองย่อยที่ 2 แปลงทดลอง (Experimental treatment) พ่นสาร indoxacarb 15% W/V EC ความเข้มข้นตามอัตราแนะนำ (Recommended Dose) อัตรา 30 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20 ลิตร อัตราการใช้น้ำ 80 ลิตรต่อไร่ (สำนักวิจัยพัฒนาการอารักขาพืช, 2553) ทำการพ่นสาร indoxacarb 7 วันต่อครั้ง จำนวน 3 ครั้ง รายละเอียดดังแสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 วันที่พ่นสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช indoxacarb 15% W/V EC ในแปลงพริก

สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช	ครั้งที่	วันที่พ่นสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช		
		แปลงทดลองที่ 1 14°40'07.5"N 100°12'06.0"E	แปลงทดลองที่ 2 13°58'54.7"N 99°38'49.0"E	แปลงทดลองที่ 3 13°51'34.4"N 99°56'60.0"E
indoxacarb 15% W/V EC ชื่อการค้า แอมเมท 15 อีซี	1	6 มกราคม 2563	17 กุมภาพันธ์ 2564	22 กุมภาพันธ์ 2564
	2	13 มกราคม 2563	24 กุมภาพันธ์ 2564	1 มีนาคม 2564
	3	20 มกราคม 2563	3 มีนาคม 2564	8 มีนาคม 2564

การทดลอง มี 6 กรรมวิธี (treatment) คือ ระยะเวลาเก็บเกี่ยวผลผลิตพริกไปตรวจวิเคราะห์หาปริมาณสารพิษตกค้างภายหลังการพ่นสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช indoxacarb ครั้งสุดท้าย และสุ่มเก็บตัวอย่าง รายละเอียดดังแสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ระยะเวลาเก็บเกี่ยวผลผลิตจากแปลงทดลอง

ระยะเวลาหลังการฉีดพ่นครั้งสุดท้าย	วันที่เก็บเกี่ยวผลผลิตจากแปลงทดลอง		
	แปลงทดลองที่ 1 อ.โพธาราม จ.ราชบุรี	แปลงทดลองที่ 2 อ.ท่าม่วง จ.กาญจนบุรี	แปลงทดลองที่ 3 อ.เมือง จ.นครปฐม
0 วัน (2 ชั่วโมงหลังการพ่น)	20 มกราคม 2563	3 มีนาคม 2564	8 มีนาคม 2564
1 วัน	21 มกราคม 2563	4 มีนาคม 2564	9 มีนาคม 2564
3 วัน	23 มกราคม 2563	6 มีนาคม 2564	11 มีนาคม 2564
5 วัน	25 มกราคม 2563	8 มีนาคม 2564	13 มีนาคม 2564
7 วัน	27 มกราคม 2563	10 มีนาคม 2564	14 มีนาคม 2564
14 วัน	3 กุมภาพันธ์ 2563	17 มีนาคม 2564	22 มีนาคม 2564
21 วัน	11 กุมภาพันธ์ 2563	24 มีนาคม 2564	29 มีนาคม 2564

2. การปฏิบัติงานในแปลงทดลอง และการเก็บตัวอย่างพริกจากแปลงทดลอง

ปฏิบัติในแปลงทดลองปลูกพริก กำหนดพื้นที่เขตกรรม ขนาดพื้นที่ของแปลงทดลอง กว้าง x ยาว ดำเนินการปฏิบัติงานในแปลงทดลองตามระบบ OECD-GLP (Good Laboratory Practice) ดังนี้ บันทึกสภาพพื้นที่ ความลาดเอียง ลักษณะของแปลง วิธีการเพราะปลูก ระยะปลูก รูปแบบการให้น้ำ การใช้ปัจจัยการผลิตในพื้นที่

ตรวจสอบหัวฉีด (nozzle) การกระจายละอองของสารและกำหนดอัตราการไหลของเครื่องพ่นที่จะใช้ งาน (discharge calibration) ก่อนการพ่นสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชทุกครั้งต้องตรวจสอบอัตราการไหลของเครื่องให้อยู่ ในช่วง ± 5 เปอร์เซ็นต์ ของอัตราการไหลที่จะใช้งาน คำนวณเวลามาตรฐานที่ใช้ในการพ่นต่อเที่ยว (target time) ทำการทดลองเดินไม่สะพายเครื่องพ่น เดินสะพายเครื่อง และเดินสะพายเครื่องพร้อมพ่น ทุกครั้งก่อนการปฏิบัติงานพ่นในพื้นที่ เขตกรรม คำนวณอัตราการพ่นสารต่อพื้นที่ (spray volume) ปริมาตรของสารและปริมาตรของน้ำในการผสม จัดบันทึก ข้อมูลผลิตภัณฑ์ของสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่จะใช้รวมถึงวิธีการขนส่งผลิตภัณฑ์ไปยังแปลงทดลอง ขั้นตอนและเวลาในการผสม อุณหภูมิและ pH ของน้ำ กำหนดรูปแบบและจำนวนเที่ยว (pass) ของการเดินพ่นในพื้นที่เขตกรรม โดยผู้พ่นต้อง เดินจากทางขวาไปซ้าย

การบันทึกข้อมูลในการปฏิบัติงานในพื้นที่เขตกรรม ดังนี้ อายุของพืช (crop growth stage) ความสูงของต้นพืช (crop height) พื้นที่ทรงพุ่มของพืชที่ปกคลุมผิวดินโดยประมาณ (estimated % of soil area covered by crop canopy) วัดอุณหภูมิของอากาศ (measured air temperature) วัดความเร็วลมและทิศทางลม (measured wind speed and wind direction) ปริมาณของเมฆในท้องฟ้าโดยประมาณ (estimated % of clouds in the sky) วัดปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ในอากาศ (measured relative humidity, %) ลักษณะของดิน (description of soil tilth) ความชื้นของผิวดินโดยประมาณ (estimated of soil surface moisture) อุณหภูมิของดิน (soil temperature) และความลึกของดินที่วัดอุณหภูมิ (depth of measurement of soil temperature)

ในการพ่นสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ผู้พ่นสารและผู้จับเวลา ต้องสวมใส่อุปกรณ์ป้องกัน ทำการพ่นตาม รายละเอียดในตารางที่ 1 โดยใช้เครื่องพ่นสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (spray equipment) แบบเครื่องยนต์สะพายหลัง (knapsack) เมื่อพ่นสารในแต่ละเที่ยวเสร็จ ผู้จัดบันทึกต้องลงบันทึกเวลาที่ใช้ในการพ่นต่อเที่ยว ซึ่งต้องอยู่ในเกณฑ์ ± 5 เปอร์เซ็นต์ของเวลามาตรฐาน บันทึกทิศทางทางการเดิน (direction of that pass) หลังจากนั้นต้องคำนวณร้อยละของ ปริมาณสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ที่พ่นลงในพื้นที่แปลงทดลอง (amount of test substance applied per hectare) ซึ่งต้องอยู่ในเกณฑ์ -5% ถึง +10% จึงจะยอมรับผลการปฏิบัติงานในครั้งนั้นได้ โดยผู้ตรวจสอบ จะต้องสังเกตและบันทึก ผลการปฏิบัติงานให้เป็นไปตามที่กำหนดและให้คำแนะนำในระหว่างการทำงาน ร้อยละของปริมาณสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่พ่นลงในพื้นที่

ทำการสุ่มเก็บตัวอย่างมะเขือเปราะตามระยะเวลาต่างๆ ดังรายละเอียดในตารางที่ 2 โดยสุ่มเก็บผล มะเขือเปราะกระจายให้ทั่วทรงพุ่ม ทิ้งแปลงทดลอง ให้ได้น้ำหนักรวมไม่น้อยกว่า 2 กิโลกรัม โดยสุ่มเก็บตัวอย่างแปลง ละ 2 ซ้ำ เก็บใส่ถุงพลาสติกที่มีป้ายบ่งชี้ตัวอย่าง ประกอบด้วยข้อมูล รหัสการทดลอง (field ID) ชื่อตัวอย่างพืช (crop fraction) ชื่อสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (test substance) วันที่เก็บตัวอย่าง (sample date) และผู้รับผิดชอบแปลงทดลอง (filed research director name) พร้อมทั้งหมายเลขโทรศัพท์ที่ใช้การติดต่อ ทั้งนี้ในการเก็บตัวอย่างต้องบันทึกชื่อผู้สุ่ม เก็บตัวอย่างในแต่ละแปลง พร้อมทั้งเวลาที่ใช้ในการสุ่มเก็บตัวอย่าง ปิดถุงให้แน่นบรรจุลงในกล่องที่บรรจุน้ำแข็งซึ่งระบุ ประเภทของตัวอย่างไว้ในกล่อง ภายในกล่องมีเครื่องบันทึกอุณหภูมิ (temperature data logger) เพื่อขนส่งไปยัง ห้องปฏิบัติการต่อไป โดยต้องบันทึกระยะเวลา อุณหภูมิและวิธีการในการนำส่งตัวอย่างด้วย

3. การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง indoxacarb

3.1 การเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างมะเขือเปราะจากแปลงทดลอง บันทึกในเอกสารรับตัวอย่าง เวลารับตัวอย่าง สภาพของ ตัวอย่าง อุณหภูมิระหว่างการขนส่งและเมื่อถึงห้องปฏิบัติการ บันทึกน้ำหนักตัวอย่าง และจำนวนผลต่อตัวอย่าง กำหนด รหัสตัวอย่างสำหรับห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ (lab sample ID) ตัวอย่างมะเขือเปราะจะถูกหั่นให้มีขนาดเล็ก และใช้เครื่อง บดสับตัวอย่าง (food processor) เพื่อให้ตัวอย่างเป็นมีความละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วชั่งตัวอย่างจากการทดลอง

ย่อยที่ 1 แปลงควบคุม และการทดลองย่อยที่ 2 แปลงทดลอง น้ำหนัก 10 ± 0.05 กรัม ลงในหลอดทดลอง ขนาด 50 มิลลิลิตร และทำการซั่งเก็บตัวอย่างๆ ละอย่างน้อย 100 กรัม เพื่อเก็บรักษาหลังการทดสอบ ที่อุณหภูมิต่ำกว่า -18 องศาเซลเซียส ทั้งนี้ทุกขั้นตอนในการหั่น บดสับ ซั่ง และเก็บตัวอย่าง ต้องมีการจดบันทึกเวลาการทำงานด้วย จากนั้นนำตัวอย่างที่ซั่งแล้ว ไปสกัดและตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารพิษตกค้าง

3.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

3.2.1 เตรียม stock solution ของสารละลายมาตรฐาน indoxacarb โดยซั่งสารมาตรฐานให้ได้ น้ำหนักที่แน่นอนในขวดวัดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 10 มิลลิลิตร และนำค่า %purity มาคำนวณกลับเป็น น้ำหนักสารที่แท้จริง ให้มีความเข้มข้นของสารมาตรฐานประมาณ 1,000 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม โดยใช้ acetonitrile PR grade เป็นตัวทำละลาย

3.2.2 เตรียม standard solution ของสารละลายมาตรฐาน indoxacarb ความเข้มข้น 100, 10, 5 และ 1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม โดยการผสม stock solution ของสารละลายมาตรฐาน indoxacarb จากความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐานในข้อ 3.2.1 ให้ได้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานผสม 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ปริมาตร 25 มิลลิลิตร โดยใช้อุปกรณ์ดูด-จ่ายสารละลาย (auto pipette) ที่สอบเทียบแล้ว แล้วทำการเจือจางสารละลายมาตรฐาน ผสมดังกล่าว ให้มีความเข้มข้นของสารละลายผสม เท่ากับ 5 และ 1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม โดยใช้ acetonitrile PR grade เป็นตัวทำละลาย

3.2.3 เตรียม working standard in matrix solution จากความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานใน ข้อ 3.2.2 standard solution นำมาเตรียมให้ได้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานผสมที่จะใช้งาน เท่ากับ 0.002, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2 และ 0.5 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม โดยใช้ matrix solution จากการสกัดตัวอย่างแปลง ควบคุม เป็นตัวทำละลาย

3.2.4 ทำการฉีดสารละลายมาตรฐานผสมที่จะใช้งาน (working standard solution in matrix) ให้มีค่า Correlation coefficient (r) ของ linear regression ของสารละลายมาตรฐาน indoxacarb โดยต้องมีค่า $R^2 \geq 0.995$ ซึ่งเป็นเกณฑ์ที่ยอมรับได้

3.3 การหาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์

เพื่อทดสอบวิธีการที่นำมาใช้ในการทดลองว่าเป็นวิธีการที่เหมาะสมหรือไม่ โดยการเติมสารมาตรฐาน indoxacarb ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนในตัวอย่างพริกที่ไม่มีสารพิษตกค้างของ indoxacarb โดยทำการทดสอบที่ ความเข้มข้น 0.005, 0.01, 0.02, 0.05 และ 0.1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ (Eurachem, 2014) แล้วนำมาวิเคราะห์โดยใช้วิธีการสกัด การจัดสิ่งปนเปื้อนและการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง LC-MS/MS ตามวิธีการ วิเคราะห์ ในข้อ 3.4 เพื่อทดสอบหาประสิทธิภาพการเอาสารกลับคืน (recovery) โดยใช้วิธี QuEChERS (EN 15662, 2008)

3.4 การสกัดและ clean up ตัวอย่าง

การสกัดตัวอย่าง (Extraction/Partition) สกัดสารพิษตกค้าง indoxacarb โดยวิธีวิเคราะห์ QuEChERS มีขั้นตอนดังนี้

3.4.1 ซั่งตัวอย่าง 10 ± 0.05 กรัม ใส่ centrifuge tubes ขนาด 50 มิลลิลิตร

3.4.2 เติม acetonitrile ชนิด pesticide grade (PR) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ปิดฝาเขย่าด้วย vortex mixer นาน 1 นาที

3.4.3 เติม sodium chloride 1.0 กรัม magnesium sulfate 4 กรัม sodium citrate tribasic dihydrate 1 กรัม และ disodium hydrogen citrate sesquihydrate 0.5 กรัม ปิดฝาแล้ว เขย่าด้วย vortex mixer นาน 1 นาที

3.4.4 นำไป centrifuge ที่ความเร็วรอบ 3,000 rpm นาน 5 นาที

3.4.5 ใช้ auto pipette ดูดสารละลายส่วนบน 1 มิลลิลิตร ใส่ micro centrifuge tube ขนาด 1.5 มิลลิลิตร ที่มี PSA 0.05 กรัม และ magnesium sulfate 0.15 กรัม เขย่าด้วย vortex mixer นาน 1 นาที นำไป centrifuge ที่ความเร็วรอบ 5,000 rpm นาน 5 นาที

3.4.6 ดูดสารละลายส่วนบนของตัวอย่าง กรองผ่านเข็มปริมาตร 3 มิลลิลิตร พร้อมเยื่อกรองขนาด 0.20 ไมโครเมตร (syringe with membrane filter) ลงในขวดบรรจุสาร (auto sampler vials) ขนาด 1.5 มิลลิลิตร นำไปตรวจวิเคราะห์ สารพิษตกค้าง indoxacarb ด้วยเครื่อง LC-MS/MS ต่อไป

3.5 การตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารพิษตกค้างด้วยเทคนิค Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS)

ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง indoxacarb ตามวิธีการที่กำหนด ด้วยเครื่อง LC-MS/MS โดยกำหนดค่า Condition ของเครื่องมือวิเคราะห์ ดังนี้

3.5.1 เครื่องมือ (Equipment): LC-MS/MS Agilent

3.5.2 คอลัมน์ (Column): Kinetex 26u XB-C18 100A, 100 x 2.1 mm

3.5.3 Mobile phase: A: 5 mM ammonium formate+0.01% formic acid, B: acetonitrile

ตารางที่ 3 แสดงระยะเวลาและอัตราที่ใช่ของ mobile phase

Time (min)	A (%)	B (%)
0.00	80	20
0.50	80	20
6.00	20	80
9.00	20	80
10.00	80	20

3.5.4 Flow: 0.45 ml/min, Temp. 40 °C, Injection volume: 2 µl

3.5.5 Post time: 1 min, Total cycle time: 10 min

3.5.6 MS conditions: Positive mode, Gas temp.: 350 °C, Gas flow: 12 L/min, Nebulizer: 40 psi, Capillary: 3,500 V และกำหนดค่า MRM Precursor/Product Ion Transitions and Instrument Condition ได้ดังแสดงในตารางที่ 4

ตารางที่ 4 MRM Precursor/Product Ion Transitions and Instrument Condition

Analyte	Molecular formula	t _R ^a (min)	Ion transition (primary)	Dwell time	Frag (V)	CE (V)	Ion transition (secondary)	Dwell time	Frag (V)	CE (V)
indoxacarb	C ₂₂ H ₁₇ ClF ₃ N ₃ O ₇	6.197	528.1 → 249.0	100	135	10	528.1 → 150.0	100	135	16

หมายเหตุ ^a t_R = Retention time

3.6 การทำ Calibration curve

นำสารละลายมาตรฐาน working standard in matrix solution ของ indoxacarb ในข้อ 3.2.3 ที่ระดับความเข้มข้น 0.002, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2 และ 0.5 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม โดยใช้ matrix solution จากการสกัดตัวอย่างแปลงควบคุม เป็นตัวทำละลาย ฉีดเข้าเครื่อง LC-MS/MS เพื่อทำ calibration curve ในการเปรียบเทียบความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างกับสารละลายมาตรฐาน มีค่า Correlation coefficient (r) ของ linear regression ของสารละลายมาตรฐาน indoxacarb เท่ากับ 0.9993 โดยมีค่า r ≥ 0.995 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้

4. การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในพริกที่เก็บตัวอย่างพริกจากแหล่งผลิต และแหล่งจำหน่าย

4.1 เก็บตัวอย่างพริกจากแหล่งผลิต แหล่งจำหน่าย นำมาสกัดและตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง โดยใช้วิธีวิเคราะห์ QuEChERS ตามวิธีการทดสอบในข้อ 3.4 วิเคราะห์สาร indoxacarb โดยใช้เครื่อง LC-MS/MS

4.2 วิเคราะห์ตัวอย่างพริกจากแหล่งผลิต แหล่งจำหน่าย ตามวิธีของห้องปฏิบัติการที่ได้รับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2017 เพื่อหาปริมาณสารพิษตกค้าง ดังนี้ ใช้วิธี QuEChERS (TM-T04-R05) ในการสกัดตัวอย่าง

วิเคราะห์สาร multi-residue 129 ชนิด โดยใช้เครื่อง LC-MS/MS วิธี Ethyl Acetate Method (TM-T04-R06) ในการสกัดตัวอย่าง วิเคราะห์สารกลุ่มไพรีทรอยด์ (pyrethroid) 17 ชนิด และออร์กาโนฟอสเฟต (organophosphate) 47 ชนิด โดยใช้เครื่อง GC-MS/MS วิธี Ethyl Acetate Method (TM-T04-R07) ในการสกัดตัวอย่าง วิเคราะห์สารกลุ่ม คาร์บาเมท (carbamate) 16 ชนิด และ multi-residue ชนิดอื่นๆ อีก 16 ชนิด โดยใช้เครื่อง LC-MS/MS รวมจำนวนทั้งสิ้น 225 ชนิดสาร ในปี 2563 และ 161 ชนิดสาร ในปี 2564 เนื่องจากไม่ได้วิเคราะห์ในวิธี Ethyl Acetate Method (TM-T04-R06) (กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร, 2562)

5. การทดสอบความคงตัวของสารพิษตกค้าง indoxacarb ในตัวอย่างพริก

เป็นการศึกษาข้อมูลความคงตัวของสารพิษตกค้าง indoxacarb ในตัวอย่างพริก ที่ได้จากแปลงทดลอง เพื่อประเมินว่าการเก็บรักษาตัวอย่างไว้ในอุณหภูมิต่ำกว่า -18 องศาเซลเซียส นั้น ไม่มีผลกระทบต่อปริมาณสารพิษตกค้างที่วิเคราะห์ได้ภายในช่วงเวลาของการทดสอบ โดยการเติมสารละลายมาตรฐาน indoxacarb ลงในตัวอย่างจากแปลงควบคุม ให้มีความเข้มข้น 0.10 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม แล้วเก็บรักษาไว้ในอุณหภูมิที่ควบคุมให้ต่ำกว่า -18 องศาเซลเซียส นำตัวอย่างที่เก็บไว้มาวิเคราะห์สารพิษตกค้างในวันที่ 0, 7, 14, 21, 28, 58, 91 และ 182 หลังจากวันที่เก็บรักษาตัวอย่าง

ระยะเวลา ตุลาคม 2562 - กันยายน 2564

สถานที่ทำการทดลอง

ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร เขตจตุจักร กรุงเทพฯ

แปลงพริกของเกษตรกร ต.บ้านสิงห์ อ.โพธาราม จ.ราชบุรี ต.ท่าม่วง อ.ท่าม่วง จ.กาญจนบุรี และ ต.บ้านยาง อ.เมือง จ.นครปฐม

ผลการทดลองและวิจารณ์

วิจัยปริมาณสารพิษตกค้างของ indoxacarb ในพริก เพื่อกำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้าง วางแผนการทดลองแบบ supervised residue trial ตาม Codex Guidelines วิเคราะห์สารพิษตกค้างด้วยวิธีการ QuEChERS ซึ่งทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการ ตรวจวัดโดยใช้เทคนิค LC-MS/MS พบว่า มี %recovery อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ คือ 70 – 120 (SANTE, 2019) ทุกระดับความเข้มข้น ซึ่งต้องวิเคราะห์ข้อมูลให้อยู่ในรูปผลรวมของ indoxacarb และ R-enantiomer ของ indoxacarb (JMPPR, 2015) คำนวณค่า HORRAT จากสมการ Horwitz (Horwitz and Albert, 1995) มีค่าอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ คือ HORRAT ≤ 2 และประเมินค่า Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ) ซึ่งต้องพิจารณาด้วยว่าค่า %RSD_r < Horwitz %RSD_r จึงจะสามารถนำค่า SD มาคำนวณได้ (Codex Alimentarius, 2015) เมื่อประเมินด้วยวิธีการคำนวณและทำการยืนยันผลการประเมินแล้วพบว่าค่า LOD และ LOQ เท่ากับ 0.005 และ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ รายละเอียดผลการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ผลการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง indoxacarb

Analyte	Linearity / Range (mg/kg)	Spike Level (mg/kg)	Replicate (n)	%Recovery				%RSD _r	Horwitz %RSD _r	HORRAT	LOD	LOQ
				min	max	mean	SD					
indoxacarb	0.005-0.1	0.005	7	86	102	94	6.26	6.64	23.64	0.28	0.005	0.01
		0.01	7	92	104	98	4.95	5.06	21.18	0.24		
		0.02	6	87	105	95	7.08	7.46	19.18	0.39		
		0.05	7	96	109	101	4.54	4.49	16.55	0.27		
		0.1	7	93	102	97	2.79	2.88	15.00	0.19		

ทำการทดลองในพริกหนุ่ม พันธุ์หยกสวรรค์ จำนวน 1 แปลง และพริกจินดา พันธุ์ชูเปอร์ฮอต จำนวน 2 แปลง รวม 3 แปลงในพื้นที่ต่างกัน ดังนี้ แปลงที่ 1 ทำการทดลองที่ ต.บ้านสิงห์ อ.โพธาราม จ.ราชบุรี ทำการทดลองในระหว่างเดือน มกราคม – กุมภาพันธ์ 2563 แปลงที่ 2 ทำการทดลองที่ ต.ท่าม่วง อ.ท่าม่วง จ.กาญจนบุรี ทำการทดลองในระหว่างเดือน กุมภาพันธ์ – มีนาคม 2564 และแปลงที่ 3 ทำการทดลองที่ ต.บ้านยาง อ.เมือง จ.นครปฐม ทำการทดลองในระหว่างเดือน กุมภาพันธ์ – มีนาคม 2564 แต่ละแปลงทดลองมี 2 การทดลองย่อย คือ การทดลองย่อยที่ 1 แปลงควบคุมไม่พ่นสารสำหรับใช้เป็นแปลงเปรียบเทียบกับแปลงที่พ่นสาร และการทดลองย่อยที่ 2 พ่นสาร indoxacarb 15% W/V EC ความเข้มข้นตามอัตราแนะนำ (Recommended Dose) อัตรา 30 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20 ลิตร อัตราการใช้น้ำ 80 ลิตรต่อไร่ (สำนักวิจัยพัฒนาการอารักขาพืช, 2553) ดำเนินการพ่นสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชในแปลงพริก (*Capsicum spp.*) ก่อนระยะเก็บเกี่ยวผลผลิตประมาณ 21 วัน โดยพ่นสาร indoxacarb 7 วันต่อครั้ง จำนวน 3 ครั้ง ก่อนการพ่นสารทุกครั้งต้องตรวจสอบอัตราการไหลของเครื่องพ่นให้สม่ำเสมอตามระบบ GLP

ตารางที่ 6 ร้อยละของปริมาณสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช indoxacarb ที่พ่นลงในพื้นที่แปลงทดลอง

แปลงทดลอง	พื้นที่ (m ²)	ร้อยละของปริมาณ indoxacarb ที่พ่นลงในพื้นที่แปลงทดลอง อัตราแนะนำ 30 มิลลิลิตร/น้ำ 20 ลิตร อัตราการใช้น้ำ 80 ลิตรต่อไร่				วัตถุดิบพิษ indoxacarb (กรัม ai/ไร่)
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
1	66.0	98.34	100.72	97.99	99.02	17.82
2	93.8	100.66	100.83	104.20	101.90	18.34
3	75.85	103.54	103.97	101.33	102.95	18.53

สุ่มเก็บตัวอย่างผลผลิตจากแปลงทดลองที่ระยะเวลาต่างๆ กันคือ 0 (2 ชั่วโมงหลังการพ่น), 1, 3, 5, 7, 14 และ 21 วัน ภายหลังจากพ่นสารครั้งสุดท้าย นำมาวิเคราะห์ปริมาณสารพิษตกค้างของ indoxacarb ในพริก ด้วยวิธีการ QuEChERS ซึ่งทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการแล้ว ตรวจวัดโดยใช้เทคนิค Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS) มีรายละเอียดดังแสดงในตารางที่ 7

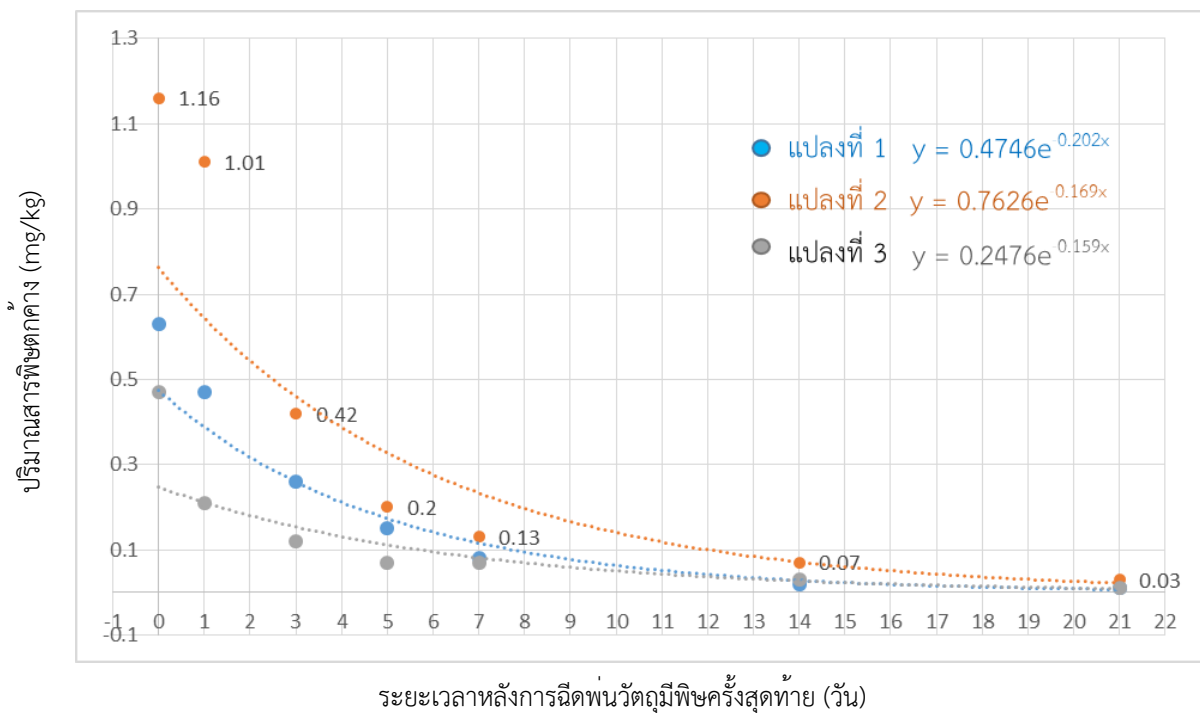
ตารางที่ 7 ปริมาณสารพิษตกค้างของ indoxacarb ในพริกที่ระยะเวลาต่างๆ ของแปลงทดลองที่ 1-3

ระยะเวลา หลังการพ่น ครั้งสุดท้าย (วัน)	ปริมาณสารพิษตกค้างเฉลี่ย (มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม, mg/kg)			
	แปลง ควบคุม	แปลงอัตราแนะนำ		
		แปลงทดลองที่ 1 อ.โพธาราม จ.ราชบุรี	แปลงทดลองที่ 2 อ.ท่าม่วง จ.กาญจนบุรี	แปลงทดลองที่ 3 อ.เมือง จ.นครปฐม
0 ^{1/}	ND ^{2/}	0.63	1.16	0.47
1	ND	0.47	1.01	0.21
3	ND	0.26	0.42	0.12
5	ND	0.15	0.20	0.07
7	ND	0.08	0.13	0.07
14	ND	0.02	0.07	0.03
21	ND	ND	0.03	0.01

^{1/} ระยะเวลา 2 ชั่วโมงหลังการฉีดพ่นครั้งสุดท้าย

^{2/} ND คือ not detected (< LOD 0.005 mg/kg)

จากผลการทดลองพบว่าเมื่อใช้สารกำจัดศัตรูพืชตามอัตราแนะนำ ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างโดยใช้เทคนิค Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS) ซึ่งต้องวิเคราะห์ข้อมูลให้อยู่ในรูปผลรวมของ indoxacarb และ R enantiomer ของ indoxacarb พบปริมาณสารพิษตกค้าง indoxacarb ในแปลงทดลองที่ 1 ดังนี้ สารพิษตกค้าง indoxacarb ตรวจพบ 0.63, 0.47, 0.26, 0.15, 0.08 และ 0.02 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ที่ระยะเวลา 0, 1, 3, 5, 7 และ 14 วัน ตามลำดับ ส่วนที่ระยะเวลา 21 วัน ตรวจไม่พบสารตกค้าง ที่ระยะเวลา 0, 1, 3, 5, 7, 14 และ 21 วัน พบปริมาณสารพิษตกค้าง indoxacarb ในแปลงทดลองที่ 2 ดังนี้ 1.16, 1.01, 0.42, 0.20, 0.13, 0.07 และ 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ และแปลงทดลองที่ 3 ดังนี้ 0.47, 0.21, 0.12, 0.07, 0.07, 0.03 และ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ



ภาพที่ 1 แสดงอัตรากาสลายตัวของสารพิษตกค้างของindoxacarb ในพริก แปลงทดลองที่ 1-3

จากภาพที่ 1 พบว่าปริมาณสารพิษตกค้างของ indoxacarb ในพริก มีปริมาณการตกค้างสูงสุดจากการทดลอง ในแปลงที่ 1 – 3 ที่ระยะเวลา 0, 1, 3, 5, 7, 14 และ 21 วัน ดังนี้ 1.16, 1.01, 0.42, 0.20, 0.13, 0.07 และ 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ

จากการสำรวจตัวอย่างพริก จำนวน 21 ตัวอย่าง ในพื้นที่จังหวัดราชบุรี นครปฐม กาญจนบุรี และสุพรรณบุรี ในช่วงเดือนมกราคม – กุมภาพันธ์ 2563 และตัวอย่างพริก จำนวน 20 ตัวอย่าง ในพื้นที่จังหวัดสมุทรสงคราม ราชบุรี ปทุมธานี และอยุธยา ในช่วงเดือนมิถุนายน 2564 พบว่า ตัวอย่างพริก ที่พบสารพิษตกค้าง จำนวน 41 ตัวอย่าง คิดเป็น 100 เปอร์เซ็นต์ของตัวอย่างทั้งหมด โดยตัวอย่างทั้งหมดพบสารพิษตกค้างมากกว่า 2 ชนิดต่อตัวอย่าง ชนิดของสารที่ตรวจพบ มีดังนี้ acetamiprid,alachlor, azoxystrobin, bifenthrin, carbaryl, carbofuran, carbosulfan, chlorpyrifos, clothianidin, cypermethrin, cyproconazole, difenoconazole, dimethoate, diuron, epoxiconazole, ethion, etofenprox, formetanate, imidacloprid, indoxacarb, iprovalicarb, mepronil, metalaxyl, methamidophos, methomyl, myclobutanil, omethoate, penconazole, prochloraz, profenofos, propamocarb, propanil, propiconazole, pyraclostrobin, pyridaben, tebuconazole thiamethoxam, triazophos และ trifloxystrobin รายละเอียดดังแสดงในตารางที่ 8

ตารางที่ 8 ชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างในพริกที่ตรวจพบจากแหล่งผลิตและแหล่งจำหน่ายในพื้นที่จังหวัดต่าง ๆ

ที่	สารพิษตกค้างที่ตรวจพบ			การกำหนดค่า MRLs ของหน่วยงานต่างๆ ค่า MRL (mg/kg) (จำนวนที่เกินค่า MRL)			
	ชนิดสาร	จำนวนตัวอย่าง	ปริมาณ (mg/kg)	Thai	Codex	EU	Japan
1	acetamiprid	6	0.01 - 0.06	-	0.2	0.3	1
2	alachlor	3	0.01	-	-	0.01*	-
3	azoxystrobin	1	0.03	-	3	3	3
4	bifenthrin	4	< 0.01 - 0.65	-	-	0.5	-
6	carbaryl	2	0.02 - 0.10	0.5	0.5	0.01* (2)	-
7	carbofuran	6	< 0.01 - 0.17	0.5	-	0.002* (6)	0.01 (5)
8	carbosulfan	5	< 0.01 - 0.17	0.5	-	-	-
9	chlorpyrifos	12	< 0.01 - 0.34	3	2	0.01* (10)	-
10	clothianidin	5	< 0.01 - 0.12	-	-	0.04 (2)	-
11	cypermethrin	13	< 0.01 - 0.16	2	2	0.5	-
12	cyproconazole	2	0.01 - 0.02	-	-	0.05*	0.05
13	difenoconazole	5	0.01 - 0.03	-	0.9	0.9	2
14	dimethoate	1	0.01	-	0.5	0.01*	-
15	diuron	2	0.03	-	-	0.01* (2)	0.05
16	epoxiconazole	3	0.01 - 0.09	-	-	0.05* (1)	-
17	ethion	4	< 0.01 - 0.11	3	-	0.01* (3)	-
18	etofenprox	5	0.01 - 0.03	-	-	0.01* (4)	0.5
19	formetanate	3	< 0.01 - 0.17	-	-	0.01* (2)	-
20	imidacloprid	22	< 0.01 - 0.90	-	1	1	3
21	indoxacarb	18	< 0.01 - 0.02	-	1	0.3	-
22	iprovalicarb	2	0.03	-	-	0.01* (2)	-
23	mepronil	9	0.01 - 0.06	-	1	0.01* (5)	-
24	metalaxyl	7	< 0.01 - 0.62	-	1	0.5 (1)	2
25	methamidophos	1	0.05	-	-	0.01* (1)	-
26	methomyl	5	0.10 - 0.44	1	-	0.04 (4)	-
27	myclobutanil	1	0.14	-	-	0.5	-
28	omethoate	1	0.01	-	-	0.01*	-
29	penconazole	2	0.01	-	0.2	0.2	0.05
30	prochloraz	4	< 0.01 - 0.09	-	-	0.03* (2)	3
31	profenofos	5	0.01 - 0.37	3	3	0.01* (4)	-
32	propamocarb	3	< 0.01 - 0.02	-	-	3	-
33	propanil	9	0.01 - 0.02	-	-	0.01* (1)	-
34	propiconazole	3	0.01 - 0.02	-	-	0.01* (1)	-
35	pyraclostrobin	5	< 0.01 - 0.04	-	0.5	0.5	1
36	pyridaben	9	< 0.01 - 0.18	-	-	0.3	3
37	tebuconazole	2	0.02 - 0.05	-	1	0.6	1
38	thiamethoxam	3	0.01 - 0.07	-	-	0.7	-
39	triazophos	5	0.02 - 0.04	-	-	0.01* (5)	-

* คือ Indicates lower limit of analytical determination

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบค่า MRLs ที่กำหนด พบว่า สารพิษตกค้างที่มีการกำหนดค่า Thai-MRL คือ carbaryl, carbofuran, carbosulfan, chlorpyrifos, cypermethrin, ethion, methomyl และ profenofos มีปริมาณไม่เกินค่า MRLs ในทุกตัวอย่าง และสารพิษตกค้างที่มีการกำหนดค่า Codex-MRL คือ acetamiprid, azoxystrobin, carbaryl, chlorpyrifos, cypermethrin, difenoconazole, dimethoate, imidacloprid, indoxacarb, metalaxyl, penconazole, profenofos, pyraclostrobin tebuconazole และ thiamethoxam มีปริมาณไม่เกินค่า MRLs ในทุกตัวอย่าง ส่วนสารพิษตกค้างที่มีการกำหนดค่า EU-MRL นั้น พบว่ายังมีปริมาณสารพิษตกค้างเกินค่าที่กำหนดในบางชนิดสาร ดังแสดงในตารางที่ 8 ซึ่งค่าที่เกินกำหนดส่วนใหญ่เกิดจากค่า Indicates lower limit of analytical determination ของวิธีการวิเคราะห์ ที่กำหนดค่าให้อยู่ระดับที่ต่ำมาก จึงพบว่ามีค่าสารพิษตกค้างในบางตัวอย่างเกินเกณฑ์ที่กำหนดดังกล่าว

ผลทดสอบความคงตัวของสารพิษตกค้างในตัวอย่าง จากข้อมูลการศึกษาความคงตัว (stability) ของสารพิษตกค้าง indoxacarb ในพริก ที่เป็น fortified sample ระดับความเข้มข้น 0.10 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม โดยทำการศึกษาที่อุณหภูมิ -20 ± 5 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 0, 7, 14, 21 วัน และ 1, 2, 3, 6 เดือน ทำการสุ่มตัวอย่างทดสอบมาวิเคราะห์ 2 ตัวอย่าง มาทำการทดสอบความคงตัวของสารตกค้างในตัวอย่าง บันทึกผลการตรวจวิเคราะห์ ได้แก่ ความเข้มข้นเฉลี่ย และ %recovery ที่อุณหภูมิและระยะเวลาต่างๆ และเปรียบเทียบความแตกต่าง (%RPD : Relative Percent Difference) ของผลการทดสอบที่ระยะเวลาต่างๆ กับค่า fortified sample และทำการศึกษาเปอร์เซ็นต์ของปริมาณสารเทียบความเข้มข้นที่ fortified sample เมื่อคิดความเข้มข้นที่ fortified sample เป็น 100 เปอร์เซ็นต์

ตารางที่ 9 ผลทดสอบความคงตัวของสารพิษตกค้าง indoxacarb ในพริก

Spike Level (mg/kg)	Storage Interval (day)	Concurrent Recovery (%)	Residue in Stored Samples (mg/kg)	%RPD	%Residue
0.10	0	98, 99	0.1015	-1.49	102
	7	94, 98	0.0920	8.18	92
	14	98, 96	0.0867	13.99	87
	21	97, 96	0.0953	4.94	95
	28	94, 93	0.0853	15.73	85
	58	91, 96	0.0869	14.16	87
	91	96, 106	0.1064	-6.79	106
	182	93, 89	0.0728	29.60	73

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ/คำแนะนำ

การวิจัยปริมาณสารพิษตกค้างของอินโดซาคาร์บ (indoxacarb) ในพริก เพื่อกำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้าง (Maximum Residue Limit, MRL) วางแผนการทดลองแบบ Supervised residue trial ตาม Codex Guidelines ทำการทดลอง จำนวน 3 แปลงต่างพื้นที่กัน พบว่าเมื่อใช้สาร indoxacarb 15% W/V EC อัตราแนะนำ 30 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20 ลิตร อัตราการใช้น้ำ 80 ลิตรต่อไร่ พันสาร indoxacarb ในแปลงพริกทุก 7 วันต่อครั้ง รวม 3 ครั้ง โดยศึกษาในพริกพริกหนุ่ม พันธุ์หยกสวรรค์ และพริกจินดา พันธุ์ชูเปอร์ฮอต พบว่า indoxacarb มีการสลายตัวอย่างรวดเร็ว โดยที่แปลงทดลองที่ 1 ที่ระยะเวลา 0, 1, 3, 5, 7 และ 14 วัน ตรวจพบ 0.63, 0.47, 0.26, 0.15, 0.08 และ 0.02 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ ส่วนที่ระยะเวลา 21 วัน ตรวจไม่พบสารตกค้าง แปลงทดลองที่ 2 ตรวจพบ 1.16, 1.01, 0.42, 0.20, 0.13, 0.07 และ 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ที่ระยะเวลาต่างๆ ตามลำดับ และแปลงทดลองที่ 3 ดังนี้ 0.47, 0.21, 0.12, 0.07, 0.07, 0.03 และ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ที่ระยะเวลาต่างๆ ตามลำดับ ส่วนแปลงควบคุม ตรวจไม่พบสารตกค้างในทุกตัวอย่างของการทดลองทั้ง 3 แปลง กำหนดให้ค่า LOD และ LOQ ของวิธีการทดสอบ เท่ากับ 0.005 และ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ ซึ่งพบว่าข้อมูลการตกค้างจากแปลงที่ 2 เป็นปริมาณการตกค้างสูงสุดจากการทดลอง โดยที่ช่วงเวลาการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในห้องปฏิบัติการนั้นสารพิษตกค้าง indoxacarb ในพริก มีความคงตัวอยู่ได้ตลอดช่วงเวลาการวิเคราะห์ ตามข้อมูลผลการทดสอบความคงตัว หากพิจารณาข้อมูลการจากตรวจพบสารตกค้างเมื่อเปรียบเทียบกับค่า MRL indoxacarb ในพริก มีการกำหนดจากหน่วยงานต่างๆ ดังนี้ Codex MRL (peppers) เท่ากับ 0.3 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม Japanese MRL (pimento (sweet pepper)) เท่ากับ 1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และ EU MRL (sweet peppers/bell peppers) เท่ากับ 0.3 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ซึ่งประเทศไทยยังไม่มีกำหนดค่า MRL indoxacarb ในพริก ดังนั้น ข้อมูลการทดลองที่ได้จะเป็นประโยชน์ในการพิจารณากำหนดค่า MRL สารพิษตกค้างของประเทศไทยสำหรับ indoxacarb ในพริกต่อไป

เมื่อพิจารณาตามหลักการในการกำหนดค่า PHI ที่ได้จากการทดลองเปรียบเทียบกับค่า MRL ตามชนิดพืชสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ที่ได้ทำการทดลองสารพิษตกค้างแล้ว โดยใช้ข้อมูลสารพิษตกค้างที่ตรวจพบเปรียบเทียบกับค่า Codex-MRL, EU-MRL และ Japan-MRL กำหนดให้การใช้สาร indoxacarb 15% W/V EC อัตรา 15 มิลลิลิตรต่อน้ำ 20 ลิตร ในพริก มีค่า PHI เท่ากับ 5 วัน จึงจะสามารถบริโภคพริกหลังการพ่นสารครั้งสุดท้ายได้อย่างปลอดภัย แต่ทั้งนี้เกษตรกรผู้ปลูกพริกก็ควรปฏิบัติตามหลัก GAP และเลือกใช้สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืช เพื่อป้องกันและควบคุมศัตรูพืชตามการระบาดเท่านั้น และควรใช้ตามคำแนะนำอย่างเคร่งครัด ถึงแม้ indoxacarb จะเป็นสารที่มีพิษต่ำก็ตาม

จากการสำรวจตัวอย่างพริก จำนวน 41 ตัวอย่าง ในพื้นที่จังหวัดราชบุรี นครปฐม กาญจนบุรี และสุพรรณบุรี ในช่วงเดือนมกราคม – กุมภาพันธ์ 2563 และตัวอย่างพริก จำนวน 20 ตัวอย่าง ในพื้นที่จังหวัดสมุทรสงคราม ราชบุรี ปทุมธานี และอยุธยา ในช่วงเดือนมิถุนายน 2564 พบว่า ตัวอย่างพริก ที่พบสารพิษตกค้าง จำนวน 41 ตัวอย่าง คิดเป็น 100 เปอร์เซ็นต์ของตัวอย่างทั้งหมด โดยตัวอย่างทั้งหมดพบสารพิษตกค้างมากกว่า 2 ชนิดต่อตัวอย่าง เป็นสารพิษตกค้าง indoxacarb ที่ตรวจพบ 18 ตัวอย่าง ซึ่งไม่เกินค่า MRL ที่กำหนดจาก Codex และ EU MRL

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. ได้ข้อมูลการสลายตัวของ indoxacarb ในพริก เพื่อนำไปใช้ในการพิจารณากำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้างในประเทศไทย ตลอดจนนำไปเสนอ เพื่อกำหนดค่า MRL ของอาเซียนและของ Codex ต่อไป
2. ข้อมูลที่ได้จากการสำรวจพริกจากแหล่งผลิต และแหล่งจำหน่ายจะเป็นข้อมูลพื้นฐานให้ทราบถึง สถานการณ์สารพิษตกค้างในผลผลิตทางการเกษตร เพื่อเป็นข้อมูลในการคุ้มครองผู้บริโภค และแนวทางในการแก้ปัญหาสารพิษตกค้างในพริก หรือพืชผักอื่นๆ เพื่อให้การผลิตพืชผลทางการเกษตรของประเทศไทยมีคุณภาพปลอดภัยเป็นที่ยอมรับทั้งในประเทศและต่างประเทศ
3. ระยะเวลาหลังจาก 5 วันหลังจากการใช้สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช indoxacarb ในพริก ตามอัตราแนะนำ เป็นระยะเวลาการเก็บเกี่ยวที่เหมาะสมและปลอดภัย ซึ่งสามารถนำไปแนะนำให้เกษตรกรใช้เก็บเกี่ยวผลผลิตอย่างถูกต้อง และปลอดภัย เพื่อลดปัญหาสารพิษตกค้างในผลผลิตผลการเกษตรและสิ่งแวดล้อมซึ่งจะช่วยให้เกิดความปลอดภัยต่อ ผู้บริโภคและในการส่งออก
4. นำข้อมูลระยะเวลาเก็บเกี่ยวที่เหมาะสมที่ได้มาร่วมพิจารณาการกำหนดค่าปริมาณสูงสุดของสารพิษตกค้างของ indoxacarb ในผลผลิตทางการเกษตรในประเทศ (National MRL) ซึ่งเป็นผลดีในด้านเศรษฐกิจ โดยใช้เป็นค่าต่อรอง และรักษาผลประโยชน์ในการค้าขายผลผลิตทางการเกษตรระหว่างประเทศ
5. ข้อมูลจากการทดลองนี้นำไปเผยแพร่แก่นักวิชาการในกรมวิชาการเกษตร และหน่วยงานอื่นๆ ที่เกี่ยวข้อง นิสิต นักศึกษา ประชาชน เกษตรกร ได้ทราบถึงสารพิษตกค้างของสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช indoxacarb ในพริก และ รมัตระวังการบริโภคให้ปลอดภัย

เอกสารอ้างอิง

- กลุ่มกีฏและสัตววิทยา. 2553. คำแนะนำการป้องกันกำจัดแมลงและสัตว์ศัตรูพืช. สำนักวิจัยพัฒนาการอารักขาพืช, กรมวิชาการเกษตร. 303 หน้า.
- กลุ่มวิจัยวัตถุดิบพืชการเกษตร, 2562. In-house method TM-T04-R05 base on QuEChERS EN 15662:2008 by LC-MS/MS และ In-house method TM-T04-R06, TM-T04-R07 base on Ethyl Acetate Method (EURL-FV) by GC-MS/MS. กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร, กรมวิชาการเกษตร.
- Codex Alimentarius. 2015. Codex Alimentarius Commission Procedure Manual, 23rd ed.
- Codex Alimentarius. 2022. "Members" [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/about-codex/members/en/> (18 เมษายน 2565)
- EN 15662. 2008. Foods of plant origin-determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE-QuEChERS-method.
- Eurachem. 2014. The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, 2nd ed. 62 p.
- European Food Safety Authority, 2012 EFSA Journal 2012;10(7):2833. Reasoned opinion on the modification of the existing MRLs for indoxacarb in various crops¹, European Food Safety Authority 2, European Food Safety Authority (EFSA), Parma, Italy, p 1-33.
- SANTE. 2019. Analytical Quality Control and Method Validation Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed. Document No SANTE/12682/2019, Implemented 2020.
- FAO. 2016. FAO plant production and protection paper 225. Submission and evaluation of pesticide residues data for the estimation of maximum residue levels in food and feed. FAO, Rome. 286 p.



Horwitz, W. and R. Albert. 1995. Precision in analytical measurements: Expected values and consequences in geochemical analysis. *Fresenius J Anal Chem*, 351:507-513

JMPR. 2015. Joint FAO/WHO Food Standards Programme Codex Committee on Pesticide Residues 47th Session. Beijing, P.R. China, 13-18 April 2015.