



เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน glass syringe โดยบรรจุภายในด้วย Na_2SO_4 anhydrous ประมาณ 0.5 กรัมตามด้วย SAX : PSA (1:1) ปริมาณ 1 กรัม และปิดทับด้วย Na_2SO_4 anhydrous ประมาณ 0.5 กรัม

2) ล้าง column ด้วย acetone : hexane (3:7) 5 มิลลิลิตร

3) แบ่งสารละลายตัวอย่าง 2 มิลลิลิตร นำมาเป่า N_2 ให้แห้งแล้วละลายด้วย acetone : hexane (3:7) 2 มิลลิลิตร เทใส่ column รองรับไว้ชะต่อด้วย acetone : hexane (3:7) อีก 10 มิลลิลิตร

4) นำสารละลายที่รองรับได้ ไปลดปริมาตรจนเกือบแห้งและปรับปริมาตรเป็น 2 มิลลิลิตร ด้วย ethyl acetate นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

4.3. วิธีการที่ 3

การสกัดใช้วิธีประยุกต์ของ Steinwandter (1985) ซักดสิ่งปนเปื้อนด้วย SAX, PSA และ MgSO_4

ก. การสกัด ใช้วิธีประยุกต์ของ Steinwandter (1985) ตามข้อ 4.1 วิธีการที่ 1 ข้อ 1) ถึงข้อ 5)

ข. การซัดสิ่งปนเปื้อน (clean up)

1) ดูดสารละลายตัวอย่างมา 2 มิลลิลิตร ใส่ใน tube ที่มี PSA 50 มิลลิกรัม SAX 50 มิลลิกรัม MgSO_4 300 มิลลิกรัม แล้วนำไปเขย่าด้วย vortex 1 นาที

2) นำไป centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาที นาน 3 นาที

3) ดูดสารละลายส่วนใสใส่ขวด GC vial นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

4.4. วิธีการที่ 4

สกัดด้วย acetonitrile และ Na_2SO_4

1) ชั่งตัวอย่างมั่งคุด 25 กรัม ใน lab bottle ขนาด 250 มิลลิลิตร

2) เติม acetonitrile 90 มิลลิลิตร และ Na_2SO_4 anhydrous 45 กรัม นำไปเขย่าด้วย เครื่อง shaker ความเร็ว 350 รอบต่อนาที นาน 10 นาที

3) กรองผ่าน Na_2SO_4 anhydrous

4) แบ่งสารละลายตัวอย่างมา 50 มิลลิลิตร ลงใน round bottom flask ล้างด้วย acetonitrile 5 มิลลิลิตร 2 ครั้ง นำไปลดปริมาตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 5 มิลลิลิตร ด้วย acetonitrile

5) แบ่งสารละลายมา 1 มิลลิลิตร เป่าให้แห้งด้วย N_2 และปรับปริมาตรเป็น 1 มิลลิลิตร ด้วย ethyl acetate นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

4.5. วิธีการที่ 5

การประยุกต์วิธี QuEChERS ของ Anatacedes *et al.* (2003)



ก. การสกัด

- 1) ชั่งตัวอย่างมังคุด 15 กรัม ในหลอด centrifuge tube ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 2) เติม 0.1% acetic acid ใน acetonitrile ปริมาณ 15 มิลลิลิตร NaCl 1.5 กรัม และ $MgSO_4$ 6 กรัม ปิดจุก เขย่าด้วยมือ 1 นาที
- 3) นำไปเขย่าด้วย vortex 1 นาที แล้วทำการ centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาที นาน 3 นาที

ข. การขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up)

- 1) ดูดสารละลายใส 2 มิลลิลิตร ใส่ centrifuge tube ที่บรรจุด้วย $MgSO_4$ anhydrous 300 มิลลิกรัม และ PSA 300 มิลลิกรัม
- 2) ปิดจุกเขย่าด้วยมือ และเขย่าด้วย vortex 1 นาที
- 3) นำไป centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาที นาน 3 นาที
- 4) แบ่งสารละลายมา 1 มล. เป่าให้แห้งด้วย N_2 และปรับปริมาตรเป็น 1 มิลลิลิตร ด้วย ethyl acetate นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

4.6. วิธีการที่ 6

การประยุกต์วิธี QuEChERS ของ European method – EN 15662 (2007)

ก. การสกัด

- 1) ชั่งตัวอย่างมังคุด 10 กรัม ในหลอด centrifuge tube ขนาด 50 มล.
- 2) เติม acetonitrile ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ปิดจุก เขย่าด้วยมือ 1 นาที
- 3) เติม Sampli Q EN QuEChERS extraction packet เขย่าด้วยมือ 1 นาที แล้วทำการ centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาที นาน 5 นาที

ข. การขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up)

- 1) ดูดสารละลาย 6 มิลลิลิตร ใส่ centrifuge tube ที่บรรจุด้วย Sampli Q EN dispersive SPE นำไปเขย่าด้วย vortex 1 นาที แล้วทำการ centrifuge ที่ 4,000 รอบต่อนาที นาน 5 นาที
- 2) ดูดสารละลายส่วนบน กรองผ่าน nylon syringe filter 0.2 ไมโครเมตร
- 3) แบ่งสารละลายใส 1 มิลลิลิตร เป่าให้แห้งด้วย N_2
- 4) ปรับปริมาตรเป็น 1 มิลลิลิตร ด้วย ethyl acetate ใส่ขวด GC vial นำไป inject เครื่อง GC ชนิด FPD

สำหรับสภาวะการใช้งานของเครื่อง GC ชนิด FPD ได้ทดลองปรับเปลี่ยนสภาวะการใช้งานหลายวิธีการ จนได้สภาวะการใช้งานที่เหมาะสมดังนี้

เครื่อง GC ชนิด FPD ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890

Column : DB 5.625 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 mm ยาว 30 m สารเคลือบหนา 0.25 μ m

Inlet : mode: splitless, temperature 250° C, pressure 11.11 Psi

Purge flow 70 ml/min, purge time 1.00 min



Total flow 75.7 ml/min

Saver flow 20.0 ml/min, Saver time 2.00 min

Gas type : He

Detector : temperature 250° C

Hydrogen flow 150 ml/min, Air flow 110 ml/min

Mode: constant column + make up flow, combined flow 60 ml/min

Make up gas: N₂

Oven : Oven program : 70 ° C (3 min) $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 120 ° C (1 min) $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$
250 ° C (6.33 min) $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 260 ° C (12 min) run time 35 min

Carrier gas: He flow rate 2 ml/min

ระยะเวลา ตุลาคม 2552 - กันยายน 2553

สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัย
การผลิตทางการเกษตร