

## T 139511

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาเพื่อหาวิธีที่เหมาะสมในการเตรียมตัวอย่างน้ำและตะกอนดินเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณสารเคมีกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์แกโนคลอรีน 11 ชนิด กลุ่มออร์แกโนฟอสเฟต 6 ชนิด และกลุ่มคาร์บาเมต 3 ชนิด โดยใช้เทคนิค gas chromatography/mass spectrometry พบว่า วิธีที่เหมาะสมในการเตรียมตัวอย่างน้ำทำโดยใช้ solid - phase extraction ด้วย styrene - divinylbenzene copolymer ละด้วยอะซิโตน เฮกเซน และเอทิลอะซิเตท ตามลำดับ วิธีที่เหมาะสมในการเตรียมตัวอย่างตะกอนดินทำโดยใช้ soxhlet extraction ด้วยอะซิโตนไนไตร์ ระเหยสารสกัดด้วย rotary evaporator เจือจางสารสกัดด้วยน้ำกลั่น(สารสกัด : น้ำกลั่น ; 1:8 ,v/v) ทำการสกัดโดยใช้ solid phase extraction ด้วย C<sub>18</sub> ละด้วยเอทิลอะซิเตท สำหรับการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการแยกและวิเคราะห์หาปริมาณสารเคมีกำจัดศัตรูพืชดังกล่าวโดยวิธี GC/MS พบว่า สภาวะเหมาะสมของ GC คือ ใช้อุณหภูมิของ injector 200°C อัตราการไหลของ carrier gas 1 ml/min อุณหภูมิของ column oven : 80°C คงไว้ 3 นาที เพิ่มขึ้นเป็น 220°C ด้วยอัตราเร็ว 8°C/min คงไว้ 6 นาที เพิ่มขึ้นเป็น 280 °C ด้วยอัตราเร็ว 5 °C /min คงไว้ 12 นาที และสภาวะเหมาะสมของ MS คือ ionization current 1,750 volt ,electron energy 70 eV, axial modulation 3.6 V, อุณหภูมิของ trap, อุณหภูมิของ manifold และอุณหภูมิของ transferline เท่ากับ 150 °C , 40 °C และ 170 °C ตามลำดับ EI auto SIS mode ช่วงมวล 65 - 650 m/z การวิเคราะห์คุณภาพยืนยันผลโดยเทียบกับ Nist library และ user library (Amomrat library) การวิเคราะห์ปริมาณทำโดยใช้ SIS mode (selected ion storage)โดยเลือก quantitation และ confirmation ion ที่เหมาะสม เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนมาของการวิเคราะห์อยู่ระหว่าง 72.82 ถึง 96.60 สำหรับตัวอย่างน้ำและอยู่ระหว่าง 87.11 ถึง 95.98 สำหรับตัวอย่างตะกอนดิน ขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์อยู่ในช่วง 0.0367 ถึง 0.2670 µg/ml จากนั้นได้ทำการเก็บตัวอย่างน้ำและตะกอนดินจากลำน้ำพอง 3 ครั้งในเดือนเมษายน สิงหาคมและพฤศจิกายน 2544 ทำการวิเคราะห์พบว่าตรวจไม่พบสารเคมีกำจัดศัตรูพืชในตัวอย่างตะกอนดิน แต่ตรวจพบ heptachlor epoxide 0.2170 ± 0.0085 µg/l และ p,p'-DDE 0.1830 ± 0.0129 µg/l ในตัวอย่างน้ำจากบ้านกุดกว้างเดือนสิงหาคม ตรวจพบ heptachlor 0.1740 ± 0.0190 µg/l , aldrin-R 0.1840 ± 0.0077 µg/l , heptachlor epoxide 0.1990 ± 0.0055 µg/l และ p,p'-DDE 0.1650±0.0090 µg/l ในตัวอย่างน้ำจากบึงโจดเดือนพฤศจิกายน ตัวอย่างน้ำที่ตรวจพบสารเคมีกำจัดศัตรูพืชคิดเป็นร้อยละ 8.33 ของตัวอย่างน้ำทั้งหมดที่วิเคราะห์ และปริมาณสารเคมีกำจัดศัตรูพืชที่ตรวจพบมีค่าไม่เกินเกณฑ์มาตรฐานคุณภาพน้ำผิวดิน

## Abstract

# TE 139511

In this study, an appropriated sample preparation methods for pesticides including 11 organochlorines, 6 organophosphates and 3 carbamates by gas chromatography / mass spectrometry (GC/MS) in water and sediment samples were investigated. It was found that the solid phase extraction using styrene-divinylbenzene copolymer(SDB) and sequentially eluted with acetone, hexane and ethyl acetate, was appropriate for water sample, while soxhlet extraction with acetonitrile, evaporated with rotary evaporator, diluted with distilled water (extract : distilled water = 1:8, v/v) followed by solid phase extraction using  $C_{18}$  and eluted with ethyl acetate, was appropriate for the sediment sample preparation. The optimum condition for the target pesticides analysis by GC/MS was as followed; the condition for GC, the injector temperature was  $200^{\circ}\text{C}$ , column flow rate was kept constant at 1 ml/min, column oven was set at  $80^{\circ}\text{C}$  hold 3 min, raise to  $220^{\circ}\text{C}$  at the rate of  $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$  hold 6 min then raise to  $280^{\circ}\text{C}$  at  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  hold 12 min. The MS condition was as followed, the ionization current was 1,750 volt, electron ionization was 70 eV, axial modulation was 3.6 v, temperature of the trap, manifold and transferline were  $150^{\circ}\text{C}$ ,  $40^{\circ}\text{C}$  and  $170^{\circ}\text{C}$ , respectively. Electron ionization selected ion storage mode (EI SIS mode): mass range from 65-650 was used. For qualitative information the mass spectrum was compared with Nist library and user library (Amomrat library). For quantitative analysis, the intensity of the selected quantitation and confirmation ions were used. The percentage recoveries of this method were varied from 72.82 to 96.60 for water samples and 87.11 to 95.98 for sediment samples. The limit of detection were varied from 0.0367-0.2670  $\mu\text{g}/\text{ml}$ . Water and sediment samples from Lum Num Pong were collected for three times in April, August and November 2544. The target analytes were not found the pesticides in all sediment samples, while heptachlor epoxide and p,p'-DDE were found to be  $0.2170 \pm 0.0085 \mu\text{g}/\text{l}$  and  $0.1830 \pm 0.0129 \mu\text{g}/\text{l}$ , respectively, in water sample from Ban Kud Kaung in August. Heptachlor, aldrin-R, heptachlor epoxide and p,p'-DDE were found to be  $0.1740 \pm 0.0190 \mu\text{g}/\text{l}$ ,  $0.1840 \pm 0.0077 \mu\text{g}/\text{l}$ ,  $0.1990 \pm 0.0055 \mu\text{g}/\text{l}$  and  $0.1650 \pm 0.0090 \mu\text{g}/\text{l}$  respectively, in water sample from Bueng Jode in November. It can be concluded that 8.33 % of water samples were contaminated but the quantities found were not exceeded the allowed quantity according to the Standard Surface Water Quality of Thailand.