

Thesis Title	Development of Simultaneous Carbaryl, Dimethoate and Fenvalerate Residual Extraction in Tangerine (<i>Citrus reticulata blanco</i>) by Liquid Chromatography-Mass Spectrometry	
Author	Miss Wachiraporn Kheowmung	
Degree	Doctor of Philosophy (Chemistry)	
Thesis Advisory Committee	Asst. Prof. Dr. Orn-anong Arquero	Advisor
	Asst. Prof. Dr. Teraboon Pojanagaroon	Co-advisor
	Dr. Krisana Jitmanee	Co-advisor
	Asst. Prof. Dr. Uraporn Sardud	Co-advisor

ABSTRACT

Three residual pesticides from different classes: dimethoate, carbaryl and fenvalerate, as representatives of organophosphate, carbamate and pyrethroid have been developed for simultaneously extraction in tangerine (*Citrus Reticulata Blanco*) peel. The methodology was carried out by means of solvent extraction in ultrasonic bath. After that the extract was evaporated to near dryness on a vacuum rotary evaporator ($40\pm 1^\circ\text{C}$). The residue was then redissolved and followed by C18 - solid phase extraction (SPE) clean-up step. Typically, the parameters influencing the extraction such as extracting solvent, sonication time and the clean-up step condition were investigated. The determination was performed by high performance liquid chromatography (HPLC) equipped with ultraviolet detector (UV) and liquid chromatography/mass spectrometry (LC/MS) without clean-up step. The samples were separated on C18 column using a mobile phase of methanol-water (10:90, v/v) and methanol-water (90:10, v/v) in line A and line B, respectively, and both lines contained ammonium acetate buffer (5 mM) at a flow rate of 0.3 mL/min. The molecular ions $[M+H]^+$ appeared at m/z 202 and 230 were

carbaryl and dimethoate, respectively, while the ammonium adducted ion $[M+NH_4]^+$ of fenvalerate appeared at m/z 437 in sample. By using SPE-HPLC, the lowest detectable concentrations were 0.20, 0.0051 and 0.00020 mg/L for dimethoate, carbaryl and fenvalerate, respectively. Average percentage recoveries were lower than 60% with relative standard deviation (R.S.D) ranged from 0.63 - 4.19% by HPLC. Meanwhile the limits of detection (LODs) are 0.50, 0.030 and 0.20 mg/L for dimethoate, carbaryl and fenvalerate, respectively. The recoveries of dimethoate, carbaryl and fenvalerate were 69, 71 and 105, respectively with relative standard deviations ranging from 1.55 to 4.60% by LC/MS without clean-up step.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีการสกัดคาร์บาริล ไคเมโทเอตและเฟนวาเลอเรต ตกค้างใน ส้มเขียวหวาน โดยวิธีลิควิด โครมาโทกราฟี แมสสเปกโตรเมตรี	
ผู้เขียน	นางสาวชัชวราภรณ์ เขียวมั่ง	
ปริญญา	วิทยาศาสตรุษฎีบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรอนงค์ อารีศรีโร	อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธีรบุญ พจนการุณ	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
	อาจารย์ ดร.กฤษณะ จิตมณี	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุภรณ์ สอาดสุด	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
	บทคัดย่อ	

ได้พัฒนาวิธีการสกัดสารตกค้างจากยาฆ่าแมลง 3 ชนิดจากกลุ่มยาฆ่าแมลงที่ต่างกัน ได้แก่ ไคเมโทเอต, คาร์บาริลและเฟนวาเลอเรตซึ่งเป็นตัวแทนของยาฆ่าแมลงกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต, คาร์บาเมต และไพรีทรอยด์ ตามลำดับ โดยสารตกค้างทั้ง 3 ชนิดจะถูกสกัดออกมาพร้อมกันจากเปลือก ส้มเขียวหวานพันธุ์สายน้ำผึ้ง ทำการสกัดสารตัวอย่างด้วยตัวทำละลายอินทรีย์สาร โดยใช้เครื่องอัลตราโซนิคหลังจากนั้นนำสารสกัดที่ได้ไประเหยจนเกือบแห้งด้วยเครื่องระเหย (40 ± 1 องศาเซลเซียส) แล้วปรับปริมาตรสารตัวอย่างตามด้วยการกำจัดสารปนเปื้อนโดยใช้วิธี C18-โซลิดเฟสเอ็กซ์แทรกชัน ทั้งนี้ยังได้ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสกัดได้แก่ ชนิดของตัวทำละลายอินทรีย์สาร, เวลาที่ใช้ในการสกัด และขั้นตอนการกำจัดสารปนเปื้อน วิเคราะห์ปริมาณสารตัวอย่างด้วยวิธีโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงคู่ควบด้วยเครื่องตรวจวัดอูลตราไวโอเลตและวิธีแมสสเปกโตรเมตรีที่ปราศจากขั้นตอนการกำจัดสารปนเปื้อน สารตัวอย่างถูกแยกบน C18 คอลัมน์โดยใช้เมทานอลกับน้ำในอัตราส่วน 10:90 โดยปริมาตรเป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ในสาย A และเมทานอลกับน้ำในอัตราส่วน 10:90 โดยปริมาตรเป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ในสาย B และในวัฏภาคเคลื่อนที่ทั้งสองนั้นประกอบด้วยแอมโมเนียมแอสซิเตทบัฟเฟอร์ที่

มีความเข้มข้น 5 มิลลิโมลาร์ที่อัตราการไหล 0.3 มิลลิลิตรต่อนาที ค่ามวลต่อประจุที่พบในสารตัวอย่างของโมเลกุลาร์ไอออนของคาร์บาริลและไดเมทโทเอทปรากฏที่ 202 และ 230 ตามลำดับในขณะที่แอมโมเนียมแอดคัทไอออนของเฟนวาเลอเร็ตค่ามวลต่อประจุปรากฏที่ 437 ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ของไดเมทโทเอท, คาร์บาริลและเฟนวาเลอเร็ตเมื่อใช้วิธีโครมาโทกราฟีสมรรถนะสูงมีค่าเท่ากับ 0.20, 0.0051 และ 0.00020 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ร้อยละของการกลับคืนเฉลี่ยมีค่าน้อยกว่า 60% และมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วงร้อยละ 0.63 - 4.19 ในขณะที่ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัดเท่ากับ 0.50, 0.0030, 0.20 มิลลิกรัมต่อลิตรสำหรับไดเมทโทเอท, คาร์บาริลและเฟนวาเลอเร็ตตามลำดับ ร้อยละของการกลับคืนของไดเมทโทเอท, คาร์บาริลและเฟนวาเลอเร็ตมีค่าเท่ากับ 69, 71 และ 105% ตามลำดับและมีค่าเบี่ยงเบนสัมพัทธ์อยู่ในช่วงร้อยละ 1.55 - 4.60 เมื่อทำการตรวจวัดโดยใช้วิธีแมสสเปกโตรเมตรีโดยปราศจากขั้นตอนการกำจัดสารปนเปื้อน



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved