บทคัดย่อ

การลดขนาดการสกัดด้วยสารลดแรงตึงผิวและโครมาโทกราฟีของเหลวสำหรับสารกำจัดศัตรูพืชคาร์บาเมตตกค้างเพื่อการประยุกต์ด้านอาหารปลอดภัย

หัวหน้าโครงการ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. รจนา บุระคำ

โครงการวิจัยนี้มุ่งเน้นการพัฒนาและการประยุกต์รวมระหว่างวิธีเตรียมตัวอย่างขนาดเล็กกับวิธีวิเคราะห์สำหรับสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มคาร์บาเมต ตลอดจนสารปนเปื้อนอินทรีย์ชนิดอื่นๆ ที่ตกค้างในอาหาร โดยได้พัฒนาวิธีเตรียมตัวอย่างแบบใหม่ที่มีประสิทธิภาพโดยอาศัยหลักการสกัดด้วยวัฏภาคของเหลวและวัฏภาคของแข็งร่วมกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลว/สเปกโทรโฟโทเมทรี

วิธีเตรียมตัวอย่างที่อาศัยวัฏภาคของเหลวที่พัฒนาขึ้นมี 3 ระบบ ได้แก่ วิธี ultrasound-assisted surfactant-enhanced emulsification microextraction สำหรับเพิ่มความเข้มข้นของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มคาร์บาเมตก่อนการวิเคราะห์ด้วยโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงโดยใช้คอลัมน์มอนอลิติก ซึ่งได้ใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ Tween 20 เป็น emulsifier และคลอโรฟอร์มเป็นตัวทำละลายสกัด วิธี dispersive liquid-liquid microextraction อย่างง่ายโดยใช้ตัวทำละลายสกัดที่มีความหนาแน่นต่ำสำหรับเพิ่มความเข้มข้นของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มคาร์บาเมตก่อนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง ซึ่งวิธีนี้มีข้อดีคือ สามารถทำได้รวดเร็วและง่าย โดยใช้เครื่องแก้วพื้นฐานและไม่ต้องมีกระบวนการปั่นเหวี่ยงในขั้นตอนการแยกวัฏภาค วิธี ultrasound-assisted surfactant-enhanced emulsification microextraction ร่วมกับการใช้ตัวทำละลายสกัดที่มีความหนาแน่นต่ำสำหรับเพิ่มความเข้มข้นของยาถ่ายพยาธิกลุ่ม benzimidazole ซึ่งสามารถประยุกต์สำหรับวิเคราะห์ยาถ่ายพยาธิตกค้างในผลิตภัณฑ์นมได้

สำหรับการพัฒนาวิธีสกัดระดับจุลภาคโดยอาศัยวัฏภาคของแข็งนั้น ได้ศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของวัฏภาคของแข็งชนิดต่างๆ ด้วยสารลดแรงตึงผิว และศึกษาการคงอยู่ของสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มคาร์บาเมตบนวัฏภาคของแข็งเหล่านี้ ได้แก่ อะลูมินา ซิลิกา และซีโอไลต์ โดยปรับปรุงพื้นผิวอะลูมินาด้วย sodium dodecyl sulfate (SDS) ปรับปรุงพื้นผิวซิลิกาและซีโอไลต์ด้วย cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) พบว่า วัฏภาคของแข็งที่ปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิวมีสมบัติดูดซับสารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มคาร์บาเมตได้ดี ได้พัฒนาวิธีสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งอย่างง่ายสำหรับเพิ่มความเข้มข้นของสารกำจัดศัตรูพืชคาร์บาริลโดยใช้อะลูมินาที่ปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิวเป็นวัฏภาคของแข็งก่อนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสเปกโทรโฟโทเมทรี โดยบรรจุอะลูมินาที่ปรับปรุงด้วย sodium dodecyl sulfate ลงในกระบอกฉีดยาขนาด 1.0 มิลลิลิตร นอกจากนี้ได้ศึกษาการนำซีโอไลต์ชนิด NaY มาปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิว cetyltrimethyl ammonium bromide โดยพัฒนาเป็นระบบออนไลน์ที่เชื่อมต่อกับระบบวิเคราะห์โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงสำหรับการวิเคราะห์สารกำจัดศัตรูพืชกลุ่มคาร์บาเมตแบบอัตโนมัติ

ระบบวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นทั้งหมดนี้อยู่บนพื้นฐานของเคมีวิเคราะห์สีเขียว ซึ่งเป็นเทคโนโลยีที่มีความยั่งยืน ช่วยลดระยะเวลาในการวิเคราะห์ ลดปริมาณรีเอเจนต์ที่เป็นพิษ ลดการผลิตของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ และลดค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ได้ ซึ่งงานวิจัยนี้ได้แสดงให้เห็นว่ามีการนำวิธีที่พัฒนาขึ้นไปประยุกต์ใช้สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างจริง ซึ่งช่วยส่งเสริมการผลิตอาหารปลอดภัยให้กับประเทศ

ABSTRACT

Miniaturization on surfactant-based extraction and liquid chromatography of carbamate pesticide residues for food safety application

Principal investigator: Asst. Prof. Dr. Rodjana Burakham

This research project focused on development and implementation of miniaturized sample preparation procedures and analytical techniques for determination of carbamate pesticide residues, as well as other organic contaminants, in food samples. Novel and efficient microextraction procedures based on liquid-phase extraction and solid-phase extraction coupling with liquid chromatography/spectrophotometry were developed.

There are 3 developed sample preparation systems based on liquid-phase microextraction procedures. An ultrasound-assisted surfactant-enhanced emulsification microextraction was optimized and validated for preconcentration of carbamate pesticides prior to fast determination using HPLC with monolithic column. The non-ionic surfactant (Tween 20) was used as an emulsifier and chloroform was selected as an extraction solvent. A simple dispersive liquid-liquid microextraction using low-density solvent coupled with HPLC was modified for the preconcentration and determination of carbamate insecticides. The proposed procedure is rapid and simple which extraction can be performed in simple glassware without modification. In addition, centrifugation step is not necessary. An alternative green microextraction method based on ultrasound-assisted surfactant-enhanced emulsification microextraction using a low density extraction solvent coupled with HPLC has been developed for preconcentration and determination of six benzimidazole anthelmintics. The proposed method was successfully applied to determine the target benzimidazoles in milk formulae.

To develop the microextraction based on solid-phase extraction, different surfactant-modified solid sorbents have been comparatively investigated for retention of carbamate pesticides in aqueous solution. Three types of solid sorbent were studied, including alumina, silica and zeolite. Alumina was treated with sodium dodecyl sulfate (SDS), while silica and zeolite were modified with cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB). The present study clearly proved that the surfactant-modified sorbents are effective for extraction of carbamate pesticides in aqueous solution. A simple solid-phase extraction procedure using surfactant-modified sorbent was developed for preconcentration of carbaryl prior to spectrophotometric detection. Alumina was modified with sodium dodecylsulfate (SDS) before packing in a 1.0 mL syringe cartridge and it presented potential for preconcentration of carbaryl. Zeolite NaY modified with cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) was also considered for the first time as the

sorbent for extraction/preconcentration of carbamate pesticides using an on-line SPE-HPLC system. Hyphenation of the miniaturized sample preparation with liquid chromatographic system offered advantage in increasing the degree of automation.

The developed analytical methodologies contributed towards “green analytical chemistry” as a sustainable analytical technology, where significant reduction in analysis time, toxic reagent consumption, waste production, and costs was attained. This project showed good application of the knowledge in green analytical chemistry for serving food safety.