

Thesis Title	Determination of Dimethoate and Malathion in Vegetable and Fruit Samples by Single Drop Microextraction and Gas Chromatography-Flame Photometric Detection Methods
Author	Mr. Yuttasak Chammui
Degree	Master of Science (Chemistry)
Thesis Advisor	Asst. Prof. Dr. Orn-anong Arquero

ABSTRACT

Optimization of gas chromatography-flame photometric detection (GC-FPD) for determination of dimethoate and malathion was investigated. The optimum conditions for separations were performed on HP-5MS capillary column, using high-purity helium gas as a carrier gas with a constant flow at 1.0 ml/min, and nitrogen gas as a make-up gas setting at 60 ml/min. The injector and detector temperatures were kept at 250 and 200°C, respectively. The oven temperature was initially at 200°C and then it was programmed at the increasing rate of 20°C/min until 250°C was reached and hold for 3 minutes. The detector gases were air and hydrogen gas and allowed at the flow rate of 100 ml/min and 70 ml/min, respectively.

Single drop microextraction (SDME) procedure was used for extraction technique of both dimethoate and malathion. The significant parameters affecting the SDME performance such as selection of extraction solvent, drop volume, salt concentration, stirring rate, sample pH and extraction time were studied and optimized. As the result, the optimized parameters obtained were as follows: toluene as a solvent for extraction with 2.5 μL drop volume, 20% NaCl addition, 100 rpm stirring rate, pH 6, and 5 minutes of extraction time. Moreover, limits of detection were 10 $\mu\text{g/L}$ for dimethoate and 5 $\mu\text{g/L}$ for malathion. The recoveries of both insecticides from orange samples at spiking level of 20 $\mu\text{g/L}$ and 100 $\mu\text{g/L}$ were 87.6-91.2% and 102.0-103.4%, respectively. The intra-day repeatability was found between 1.4-4.0% for dimethoate and 1.6-3.7% for malathion, whereas the inter-day repeatability for dimethoate and malathion was obtained in the range of 1.1-2.7% and 0.5-2.0%, respectively. The linearity obtained over the concentration range of dimethoate and malathion were in the range of 10-1000 $\mu\text{g/L}$.

The optimized methods were applied to the determination of both dimethoate and malathion in vegetable and fruit samples collected from various sites in Chiang Mai District, Chiang Mai, Thailand. Dimethoate was found in some orange samples in the range of 59-943 $\mu\text{g/L}$. No detection of malathion was found in all samples. Overall, this method was proved to be a rapid, simple tool, and low cost for the analysis of dimethoate and malathion in vegetable and fruit samples.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การหาปริมาณไคเมโทเอตและมาลาไทออนในตัวอย่างผักและ
ผลไม้โดยวิธีซึ่งเกิดครอปไมโครเอกซ์แทร็กชันและแก๊สโคร
มาโทกราฟีเฟลมโฟโตเมตรี

ผู้เขียน

นายยุทธศักดิ์ แซ่มมูย

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อรอนงค์ อาร์คีโร

บทคัดย่อ

ได้ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมของแก๊สโครมาโทกราฟีเฟลมโฟโตเมตรี (จีซี-เอฟพีดี) สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณของไคเมโทเอตและมาลาไทออน สภาวะเหมาะสมของการแยกเกิดขึ้นในคอลัมน์รูเล็กชนิดเอชพี-5เอ็มเอส ใช้ฮีเลียมบริสุทธิ์สูงเป็นแก๊สตัวพาโดยควบคุมที่อัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อนาที และใช้แก๊สไนโตรเจนเป็นแก๊สช่วยโดยตั้งที่ 60 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิของอินเจกเตอร์และดีเทคเตอร์คงที่ที่ 250 และ 200 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยอุณหภูมิเริ่มต้นที่ 200 องศาเซลเซียส จากนั้นโปรแกรมให้เพิ่มขึ้นทีละ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียสและคงที่ไว้ 3 นาที ส่วนแก๊สที่เข้าดีเทคเตอร์จะมีอากาศและไฮโดรเจนที่อัตราการไหล 100 และ 70 มิลลิลิตรต่อนาที ตามลำดับ

วิธีซึ่งเกิดรอบปไมโครเอกซ์แทร็กซ์ชัน (เอสดีเอ็มอี) ใช้เป็นเทคนิคในการสกัดทั้ง ไคเมโทเอตและมาลาไทออน โดยปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพของเอสดีเอ็มอีที่ทำการศึกษาและหาสภาวะที่เหมาะสม ได้แก่ การเลือกตัวทำละลายที่ใช้สกัด ปริมาณของหยด ความเข้มข้นของเกลือ อัตราการหมุน พีเอชของตัวอย่าง และเวลาในการสกัด โดยสภาวะเหมาะสมที่พบเป็นดังนี้ ตัวทำละลายที่ใช้สกัด คือ โทลูอิน ปริมาณของหยด เท่ากับ 2.5 ไมโครลิตร การเติมโซเดียมคลอไรด์ เท่ากับ 20 เปอร์เซ็นต์ อัตราการหมุน เท่ากับ 100 รอบต่อนาที พีเอช เท่ากับ 6 และเวลาในการสกัด เท่ากับ 5 นาที นอกจากนั้นค่าต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ของไคเมโทเอต เท่ากับ 10 ไมโครกรัมต่อลิตร และมาลาไทออน เท่ากับ 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ร้อยละการกลับคืนทั้งไคเมโทเอตและมาลาไทออน ที่เติมลงไปในตัวอย่างส้มที่ 20 และ 100 ไมโครกรัมต่อลิตร มีค่าเท่ากับ 87.6-91.2 และ 102.0-103.4 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ การวิเคราะห์ซ้ำภายในวันเดียวกันพบในช่วง 1.4-4.0 เปอร์เซ็นต์สำหรับ ไคเมโทเอตและ 1.6-3.7 เปอร์เซ็นต์สำหรับมาลาไทออน ส่วนการวิเคราะห์ซ้ำระหว่างวันพบในช่วง 1.1-2.7 เปอร์เซ็นต์และ 0.5-2.0 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ค่าความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ของ ไคเมโทเอตและมาลาไทออนพบในช่วง 10-1000 ไมโครกรัมต่อลิตร

จากนั้นได้นำสภาวะที่เหมาะสมของทั้งสองวิธีมาใช้หาไคเมโทเอตและมาลาไทออนใน

ตัวอย่างผักและผลไม้ ซึ่งเก็บตัวอย่างจากหลาย ๆ แหล่งในเมืองเชียงใหม่ ผลที่ได้ คือ ไคเมโทเอต สามารถตรวจพบในตัวอย่างบางชนิด แต่ตรวจไม่พบมาลาไทออนในทุกตัวอย่าง โดยความเข้มข้นของไคเมโทเอตที่พบในตัวอย่างส้มบางชนิดอยู่ในช่วง 59-943 ไมโครกรัมต่อลิตร สรุปแล้วเทคนิคนี้มีความรวดเร็ว ใช้เครื่องมือแบบธรรมดาและประหยัด สำหรับการวิเคราะห์ไคเมโทเอตและมาลาไทออนในตัวอย่างผักและผลไม้