

- โครงการวิจัยที่ 6 :** การพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตรให้ถูกต้องแม่นยำ ตามมาตรฐานสากล
- กิจกรรมที่ 1 :** การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ประกอบด้วย 15 การทดลอง
- กิจกรรมย่อยที่ 1.2 :** พัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผัก ผลไม้ และผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร
- การทดลองที่ 1.2.4 :** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษกลุ่ม organophosphorus pyrethroid และ endosulfan ในมะม่วง โดยวิธี QuEChERS ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC-ECD/FPD)
- Validation of QuEChERS method for determination of organophosphorus pyrethroid and endosulfan pesticide residues in mango using gas chromatography with FPD and ECD
- คณะผู้ดำเนินงาน**
- หัวหน้าการทดลอง :** ลักษณ์ เดชานุรักษ์นุกูล
- กลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
- ผู้ร่วมงาน :** วิทยา บัวศรี
- กลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

บทคัดย่อ

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (method validation) เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่มีความถูกต้องแม่นยำ เหมาะสม รวดเร็ว ทันต่อความต้องการ เสียค่าใช้จ่ายน้อย โดยใช้วิธีวิเคราะห์ QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) (Lehotay, *et al.*, 2007) ทำการสกัดตัวอย่างโดยการเขย่าด้วย acetonitrile (MeCN) containing 1% acetic acid (HAc), anhydrous MgSO₄ และ sodium acetate (NaAc) แล้วนำไป centrifuge โดยใช้ primary secondary amine (PSA) และ MgSO₄ ในการขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up) นำวิธีมาพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ด้วยเทคนิค fortified sample วัตถุพิษจำนวน 38 ชนิด ในมะม่วง และตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ด้วยเครื่อง Gas Chromatography/ECD-FPD ตาม parameter ที่ทดสอบ ทำการทดลองในมะม่วงที่ระดับความเข้มข้นของวัตถุพิษ 7 ระดับ คือ 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 และ 1.0 mg/kg ระดับความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ จากผลการทดสอบการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษกลุ่ม organophosphorus pyrethroid และ endosulfan จำนวน 39 ชนิด ในมะม่วง พบว่าวัตถุพิษจำนวน 32 ชนิด มีความเหมาะสมในการทดสอบโดยสามารถตรวจวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง (Accuracy) และมีความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ (Precision) อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ในช่วงความเข้มข้นระหว่าง 0.01-1 mg/kg มีค่า LOD เท่ากับ 0.01 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.01-0.02 mg/kg วัตถุพิษ fenvalerate ให้ผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ยอมรับที่ระดับความเข้มข้นของวัตถุพิษในมะม่วง 0.1 mg/kg มีเพียงวัตถุพิษจำนวน 6 ชนิดที่ไม่ผ่านเกณฑ์การทดสอบ ได้แก่ methamidophos acephate monocrotophos

chlorpyrifos-methyl parathion-methyl และ permethrin วิธีวิเคราะห์นี้สามารถตรวจสอบสารพิษในมะม่วงได้อย่างสะดวก รวดเร็ว และมีประสิทธิภาพ สามารถนำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่ทำเป็นงานประจำ และต้องการผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและถูกต้องแม่นยำ

คำนำ

ในปัจจุบันได้มีการคำนึงถึงเรื่องสุขภาพอนามัยและสิ่งแวดล้อมจากการใช้สาร chlorinated solvents จึงเกิดวิธีการวิเคราะห์ใหม่ๆ ที่หลีกเลี่ยงการใช้สารดังกล่าวในการสกัด โดยใช้สารอื่นที่เป็น non-halogen-containing และ solvent mixtures เช่น ethyl acetate : acetonitrile และ cyclohexane : ethyl acetate เป็นต้น จากความต้องการวิธีการตรวจวิเคราะห์ที่สะดวก รวดเร็ว ราคาไม่แพง สามารถใช้กับพืชและวัตถุดิบพืชหลายชนิดในการวิเคราะห์ครั้งเดียว รวมทั้งคุณภาพของผลการตรวจวิเคราะห์สูง ลดขั้นตอนและแรงงานคนในการสกัดตัวอย่าง ใช้สารเคมีและเครื่องแก้วน้อย ในปี 2002 Michelangelo Anastassiades และคณะได้พัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผักและผลไม้ และตั้งชื่อว่า QuEChERS Method (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) ในปี 2003 ได้เผยแพร่ตีพิมพ์ในวารสาร Journal of AOAC International หลังจากนั้นห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง CVUA Stuttgart ประเทศเยอรมัน (The pesticide residue laboratory of the CVUA Stuttgart, Germany) ได้นำวิธีนี้มาใช้สำหรับงานประจำในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผักและผลไม้ และได้เข้าร่วมทดสอบความชำนาญ (proficiency test) กับ EU-PT 4 ใน สัม (2002) ซึ่งให้ผลทดสอบที่ดีเยี่ยม ต่อมา Steven J Lehotay และ คณะ ได้มีการดัดแปลงและพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์นี้โดยการขยายขอบข่ายทั้งชนิดของสารและพืช โดยใช้ buffering salts เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการกลับคืนได้ของสารที่วิเคราะห์ (Recoveries) ที่ pH มีผลต่อสาร analytes โดยใช้ acetate buffering ในการปรับค่า pH ประมาณ 6 ในตัวอย่างที่ตรวจวิเคราะห์ และได้ตีพิมพ์ในวารสาร AOAC 2007.01 Anastassiades และคณะได้พัฒนาวิธีการนี้โดยใช้ citrate salts สำหรับเป็น buffering ในการตรวจวิเคราะห์สารที่วิเคราะห์ได้ยากในพืช และได้ตีพิมพ์และเผยแพร่ใน the European Standard EN 15662 ปี 2008 ในปัจจุบัน วิธี QuEChERS เป็นวิธีมาตรฐานที่ได้รับการนิยมนำไปใช้แพร่หลายในกลุ่มประเทศยุโรป สหรัฐอเมริกาและประเทศต่างๆ นำมาใช้ทดสอบประสิทธิภาพการวิเคราะห์ และความสามารถของวิธีการในห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง และใช้ตรวจวิเคราะห์ที่เป็นงานประจำทั้งภาครัฐและเอกชน

การดำเนินกิจกรรมต่างๆ ในยุคปัจจุบันหลายๆกรณีต้องอาศัยผลการวัดจากห้องปฏิบัติการเป็นข้อมูลประกอบการตัดสินใจ เช่น การเฝ้าระวังกระบวนการผลิต การควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์ การยืนยันความเป็นไปตามข้อกำหนดคุณลักษณะเฉพาะของสินค้า การเฝ้าระวังความเป็นอันตรายต่อคนและสภาวะแวดล้อม รวมถึงการใช้มาตรการสุขอนามัยทางการค้าในตลาดโลก ดังนั้นการตรวจวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการที่จะให้ผลถูกต้องและเป็นที่น่าเชื่อถือ นั้น วิธีการตรวจวิเคราะห์ที่นำมาใช้ต้องมีการทดสอบความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ (method validation) เพื่อแสดงให้เห็นว่าวิธีทดสอบนั้นมีความถูกต้อง แม่นยำ น่าเชื่อถือ และเหมาะสมตามวัตถุประสงค์ของการใช้งาน (ทิพวรรณ., 2549) การพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์คุณลักษณะเฉพาะที่ต้องศึกษา ได้แก่

ช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity range) ช่วงของการใช้งาน (working range) ความแม่นยำ (accuracy) ความเที่ยง (precision) ค่าความเข้มข้นต่ำสุดของสารในตัวอย่างที่สามารถตรวจพบได้ (Limit of Detection, LOD) และค่าความเข้มข้นต่ำสุดของสารในตัวอย่างที่สามารถตรวจหาปริมาณได้โดยมีความแม่นยำและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ (Limit of Quantitation, LOQ) ภายใต้สภาวะการทดสอบที่กำหนด เนื่องจากห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง กรมวิชาการเกษตร จำเป็นต้องติดตามและเตรียมความพร้อมที่จะต้องปฏิบัติให้ได้ตามกฎเกณฑ์ต่างๆ ดังนั้นจึงพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ QuEChERS ในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต กลุ่มไพรีทรอยด์ และเอ็นโดซัลแฟนในมะม่วง ด้วยเทคนิค Chromatography GC เพื่อให้ได้วิธีการตรวจวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐาน สามารถในการตรวจวัดหาชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างที่มีอยู่ปริมาณน้อยในตัวอย่างได้ถูกต้องแม่นยำ และรวดเร็ว

วิธีดำเนินการ

1. อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 1.1 centrifuges tubes ขนาด 50 มล. (Polypropylene, LP, ITALIA)
- 1.2 centrifuge tubes ขนาด 10-15 มล (Polypropylene, LP, ITALIA)
- 1.3 graduated centrifuge tubes ขนาด 10-15 มล (Pyrex)
- 1.4 เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 2 และ 3 ตำแหน่ง
- 1.5 ตู้อบ และเตาเผา
- 1.6 เครื่องบดสับตัวอย่าง (food processor)
- 1.7 vortex mixer
- 1.8 เครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge) พร้อมด้วย adapter สำหรับ tube ขนาด 50 มลและ 10-15 มล.
- 1.9 อุปกรณ์ดูดจ่ายสารละลาย (auto pipette)ขนาด 20-200 ไมโครลิตร 0.1-1 มล. 0.5-5 มล. และ 1-10 มล. อุปกรณ์ดูดจ่ายสารเคมีจากขวด (dispenser) ขนาด 25 มล.
- 1.10 เครื่องลดปริมาตรโดยการเป่าด้วยแก๊สไนโตรเจน (nitrogen evaporator)
- 1.11 เครื่อง Gas Chromatograph ซึ่งมีหัวตรวจวัดชนิด Flame Photometric Detector: FPD และ Electron Capture Detector: ECD ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890
- 1.12 คอลัมน์ที่ใช้ สำหรับ FPD : capillary column DB-5ms ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร ความยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์มที่ใช้เคลือบในคอลัมน์ 0.25 ไมโครเมตร
- 1.13 คอลัมน์ที่ใช้ สำหรับ ECD: capillary column HP-ultra1 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.32 มิลลิเมตร ความยาว 25 เมตร ความหนาของฟิล์มที่ใช้เคลือบในคอลัมน์ 0.17 ไมโครเมตร

2 สารเคมี

- 2.1 acetonitrile, ชนิด pesticide grade J.T. Baker
- 2.2 magnesium sulfate-dried (powder, Fisher) เเผาที่ 500°C นาน 5 ชั่วโมง และเก็บไว้ที่ตู้ดูดความชื้น

- 2.3 acetic acid (HOAc): glacial
- 2.4 anhydrous sodium acetate (NaOAc) (powder-Merck)
- 2.5 primary-secondary-amine (PSA) sorbent: particle size 40 μm (Varian part No.12213024)
- 2.6 toluene ชนิด pesticide grade J.T. Baker
- 2.7 helium gas : purity 99.999% และ N_2 gas

3. สารมาตรฐาน

- 3.1 สารละลายผสมสารมาตรฐานของวัตถุมีพิษกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต 29 ชนิด ได้แก่ methamidophos, dichlofos, acephate, omethoate, etroprophos, dicrotophos, monocrotophos, phorate, dimethoate, diazinon, phosphamidon, chlorpyrifos-methyl, parathion-methyl, pirimiphos-methyl, fenitotion, malathion, chlorpyrifos, parathion-ethyl, pirimiphos-ethyl, phenthoate, methidathion, prothiophos, profenophos, ethion, triazophos, EPN, Phosalone, azinphos-methyl และ coumaphos
- 3.2 สารมาตรฐานของวัตถุมีพิษ endosulfan และ ไพรีทรอยด์ 10 ชนิด ได้แก่ α - endosulfan, β -endosulfan, endosulfan sulfate, bifenthrin, λ -cyhalothrin, permethrin, cyfluthrin, cypermethrin, fenvalerate และ deltamethrin

4. การเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างมะม่วงประมาณ 10 กิโลกรัม นำเนื้อและเปลือก มาหั่นเป็นชิ้นเล็กๆ จากนั้นนำมาปั่นให้ละเอียดด้วยเครื่องปั่น (food processor) คลุกเคล้าให้เข้ากันดีก่อนชั่งตัวอย่างละ 10 ± 0.1 กรัม ใส่ centrifuge tube ขนาด 50 มล. เป็น analytical sample เพื่อนำไปสกัดหาสารพิษตกค้าง ในตัวอย่าง (blank) ซึ่งจะนำไปทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ เก็บตัวอย่างทั้งหมดไว้ในตู้แช่แข็งอุณหภูมิ -20°C สำหรับใช้ในครั้งต่อไป

5. การสกัดและการ clean up ตัวอย่าง

- 5.1 การสกัดตัวอย่าง โดยใช้วิธีวิเคราะห์ QuEChERS (Michelangelo nastassiades, CVUA Stuttgart) ดังนี้
 - 5.1.1 ชั่งตัวอย่างมะม่วงตัวอย่างละ 10 ± 0.1 กรัม ใส่ centrifuge tubes ขนาด 50มล.
 - 5.1.2 เติม สารละลาย acetonitile จำนวน 10 มล.
 - 5.1.3 เติม Disodium hydrogencitrate sesquihydrate จำนวน 1 กรัม
 - 5.1.4 เติม Trtisodium citrate dehydrate จำนวน 1 กรัม
 - 5.1.5 เติม anhydrous magnesium sulfate (MgSO_4) จำนวน 4 กรัม และ Sodium Chloride จำนวน 1 กรัม ปิดฝา
 - 5.1.6 เขย่าด้วยมือและเขย่าด้วย vortex mixer ระดับความเร็วรอบสูงสุดนาน 1 นาที

- 5.1.7 นำไป Centrifuge ที่ความเร็วรอบ >3,500 rpm นาน 5 นาที
- 5.2 การ clean up ทำความสะอาดตัวอย่าง โดย Dispersive-SPE Cleanup
- 5.2.1 ดูดสารละลายส่วนบนตัวอย่าง จำนวน 6 มล. ด้วย autopipette ใส่ใน centrifuge tube ขนาด 15 มล. ที่ใส่ anh. MgSO₄ 0.9 กรัม และ PSA 0.15 กรัม ไว้แล้ว ปิดฝาแล้วเขย่าด้วย vortex mixer ระดับความเร็วรอบสูงสุดนาน 1 นาที
- 5.2.2 นำไป centrifuge ด้วย ที่ระดับความเร็วรอบ >3,500 rpm นาน 1 นาที
- 5.2.3 ดูดสารละลายส่วนบนของตัวอย่างด้วย autopipette จำนวน 4 มล. ใส่ใน graduated centrifuge tube ขนาด 15 มล. แล้วเติม toluene 1 มล.
- 5.2.4 นำไปเป่าลดปริมาตรด้วย N₂ evaporator ที่อุณหภูมิ 50°C จนเหลือประมาณ 0.3-0.5 มล.
- 5.2.5 ปรับปริมาตร 1 มล. ด้วย toluene
- 5.2.6 เติม anh. MgSO₄ จนถึงขีด 0.2 มล. เขย่าให้ทั่วจนถึงขีดปริมาตรที่ 6 มล.
- 5.2.7 นำไป centrifuge ด้วย ที่ระดับความเร็วรอบ >3,500 rpm นาน 1 นาที
- 5.2.8 ดูดสารละลาย 0.6 มล. ใส่ใน GC-vial ขนาด 2 มล. นำไปฉีดเข้าเครื่อง GC/FPD: ECD ปริมาณ 2 µl เพื่อตรวจหาชนิดและปริมาณของวัตถุที่มีพิษกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตและกลุ่มไพรีทรอยด์
6. การวิเคราะห์สารพิษตกค้างด้วยเครื่อง GC/FPD: ECD
- 6.1 การตั้งสภาวะของเครื่อง GC/FPD:ECD 6890 โดยใช้ FPD Column : DB-5ms; 30 m. length (i.d.) 0.25 mm 0.25 µm. film thickness ECD Column : HP-ultra1; 25 m. length (i.d.) 0.32 mm 0.25 µm. film thickness ปรับสภาวะการทำงานของเครื่องดังนี้
- 6.1.1 oven: temperature: 100°C initial temp ramped to 175°C (25°C/min), 225°C (5°C/min), 290°C (25°C/min runtime) hold 10 min, runtime = 21.6 min
- 6.1.2 carrier gas : Helium, flow 1.5 ml/min, Mode: Constant flow
- 6.1.3 injector : injection temperature 250°C, inlet: EPC Mode: pulsed splitless, injection pulse pressure 56.40 psi until 0.75 min,
- 6.1.4 injection volume 2 µl
- 6.2 การทำ Calibration curve
- ปรับสภาพเครื่องให้อยู่ในสภาพพร้อมจะใช้งาน นำสารละลาย working standard solution ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 และ 1.0 ไมโครกรัม/มล. ฉีดเข้าเครื่อง GC/FPD:ECD เพื่อทำ calibration curve เปรียบเทียบความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างกับสารละลายมาตรฐาน โดย plot กราฟระหว่าง พื้นที่ใต้ peak (peak area) ในแกน y และความเข้มข้นของสารในแกน x ซึ่ง calibration curve เป็นกราฟเส้นตรง (linear line) มีค่า correlation ของ linear regression (R²) ไม่น้อยกว่า 0.995
- 6.3 การตรวจวิเคราะห์ชนิดของสารพิษตกค้าง

ฉีดสารสกัดตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารพิษตกค้าง วิเคราะห์ข้อมูลและเปรียบเทียบค่า retention time ของ peak ตัวอย่างกับ peak ของสารมาตรฐานเพื่อพิสูจน์ว่าเป็นสารชนิดเดียวกัน (qualitative data analysis) นำมาคำนวณปริมาณโดยเทียบพื้นที่ใต้ peak ระหว่างสารละลาย มาตรฐานกับสารสกัดตัวอย่าง (quantitative data analysis)

7. การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

7.1 Accuracy เป็นการวัดความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์โดยเติมสารมาตรฐานของวัตถุที่มีพิษลงในตัวอย่างที่ไม่มีวัตถุที่มีพิษที่ต้องการตรวจวิเคราะห์ (sample blank) และทำการตรวจวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของสารที่วิเคราะห์กลับคืนได้ (% recovery) ทำการทดลองในตัวอย่างมะม่วงที่ระดับความเข้มข้นของวัตถุที่มีพิษ 7 ระดับ คือ 0.01, 0.02, 0.05, 0.10, 0.25, 0.5 และ 1.0 mg/kg ระดับความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ นำผลวิเคราะห์ 7 ซ้ำมาหาค่าเฉลี่ยประเมิน accuracy จาก % recovery โดยเกณฑ์การยอมรับ Recovery ใช้เกณฑ์กำหนดโดยทั่วไปของ Codex, 1995

7.2 Precision เป็นการวัดความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ ซึ่งได้จากการวิเคราะห์ซ้ำ(repeatability) ในห้องปฏิบัติการเดียวกันโดยใช้ระยะเวลาอันสั้น ใช้วิธีวิเคราะห์ เครื่องมือและผู้วิเคราะห์ชุดเดียวกัน ซึ่งทำการทดลองอย่างน้อย 3 ระดับความเข้มข้น ระดับความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ นำผลวิเคราะห์มาหา % RSD (relative standard deviation) และค่า HORRAT ค่า precision ที่อยู่ในเกณฑ์ยอมรับมีค่า HORRAT ไม่เกิน 2 (Horwitz, 2000)

7.3 Limit of quantitation (LOQ) LOQ เป็นค่าปริมาณต่ำสุดของวัตถุที่มีพิษในตัวอย่างที่สามารถตรวจวิเคราะห์ได้ ซึ่งผลการวิเคราะห์ต้องมีความถูกต้อง (accuracy) และความเที่ยง (precision) ผ่านเกณฑ์ที่กำหนด

7.4 Limit of detection (LOD) LOD เป็นความเข้มข้นต่ำสุดของสารในตัวอย่างที่สามารถตรวจวิเคราะห์ได้ ซึ่งผลการวิเคราะห์ต้องมีค่าอัตราส่วนของ Signal/Noise ของแต่ละสารมากกว่า 3

ระยะเวลา (เริ่มต้น-สิ้นสุด)

ตุลาคม 2553 – กันยายน 2554

สถานที่ดำเนินการ : ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง กลุ่มวิจัยวัตถุที่มีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

ผลการทดลองและวิจารณ์

1. ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างมะม่วงที่นำมาใช้ในการทดลอง (blank)

ผลการวิเคราะห์ตรวจไม่พบสารพิษตกค้างของกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต กลุ่มไพรีทรอยด์และเอ็นโดซัลแฟนรวม 39 ชนิด ในตัวอย่างมะม่วงที่นำมาใช้ทดสอบ

2. ผลการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

2.1 Linearity และ Range ผลการวิเคราะห์ พบว่า range ของวิธีวิเคราะห์ที่ความสัมพันธ์เชิงเส้น มีค่า correlation coefficient (r) อยู่ระหว่าง 0.995-0.9999 พบว่าวิธีวิเคราะห์สามารถตรวจวิเคราะห์วัตถุที่มีพิษกลุ่ม

ออร์กาโนฟอสเฟต กลุ่มไพริทรอยด์และเอ็นโดซัลแฟน 39 ชนิด อยู่ในช่วง 0.01-1.0 mg/kg

2.2 Accuracy และ Precision ทำการตรวจวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของการตรวจวิเคราะห์กลับคืน (% recovery) โดยเกณฑ์ยอมรับของ accuracy ที่ความเข้มข้นของวัตถุมีพิษในตัวอย่าง $>0.01 \text{ mg/kg} \leq 1 \text{ mg/kg}$ มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 70-120 (Codex, 1995) precision มีค่า %RSD ≤ 20 และ HORRAT ≤ 2

ผลการทดสอบพบว่าที่ระดับความเข้มข้น 0.01 mg/kg ของวัตถุมีพิษกลุ่ม จำนวน 39 ชนิดในตัวอย่าง มะม่วง (ตารางที่ 1.1 และ 1.2) %recovery ของผลวิเคราะห์ที่ผ่านเกณฑ์ยอมรับ (%recovery อยู่ในช่วง 70-120) จำนวน 26 ชนิด ได้แก่ dichlofos, etroprophos, dicrotophos, phorate, dimethoate, diazinon, phosphamidon, chlorpyrifos-methyl, parathion-methyl, fenitothion, malathion, chlorpyrifos, parathion-ethyl, pirimiphos-ethyl, phenthoate, methidathion, prothiophos, profenophos, ethion, triazophos, phosalone, azinphos-methyl, coumaphos, α -endosulfan, β -endosulfan และ bifenthrin มี % recovery ในช่วง 85-119% และค่า precision มี % RSD ในช่วง 1.1-7.7 และ HORRAT ในช่วง 0.1-0.4

ผลการวิเคราะห์วัตถุมีพิษที่ระดับความเข้มข้นที่ไม่ผ่านเกณฑ์ยอมรับที่ระดับ 0.01 mg/kg แต่ให้ผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ยอมรับระดับความเข้มข้น 0.02 mg/kg จำนวน 6 ชนิด (ตารางที่ 1.1 และ 1.2) ได้แก่ omethoate, pirimifos-methyl, EPN, endosulfan, sulfate, cypermethrin และ λ -cyhalothrin ค่า accuracy มี %recovery ในช่วง 85-114% ค่า precision % RSD ในช่วง 5.2-16.3 และ HORRAT ในช่วง 0.3-0.8

วัตถุมีพิษจำนวน 2 ชนิด ที่ผ่านเกณฑ์ยอมรับ cyfluthrin และ deltamethrin ที่ระดับความเข้มข้น 0.05 mg/kg %recovery ให้ผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ยอมรับ ค่า accuracy มี %recovery เท่ากับ 107 และ 109% ค่า precision % RSD เท่ากับ 1.1 และ 0.4 และ HORRAT เท่ากับ 0.1 และ 0.03

วัตถุมีพิษ fenvalerate ให้ผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ยอมรับ ที่ระดับความเข้มข้น 0.1 mg/kg ค่า accuracy มี %recovery เท่ากับ 114% ค่าprecision % RSD เท่ากับ 1.9 และ HORRAT เท่ากับ 0.1

สำหรับวัตถุมีพิษ จำนวน 4 ชนิด ได้แก่ methamidophos acephate monocrotophos และ permethrin ผลวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 และ 1.0 mg/kg % recovery มีค่าต่ำและสูงกว่าเกณฑ์ยอมรับ (% recovery อยู่ในช่วง 70-120)

2.3 Limit of Detection (LOD)

จากการวิเคราะห์ fortified samples วัตถุมีพิษจำนวน 39 ชนิดในมะม่วงที่ระดับความเข้มข้น 0.01 mg/kg จำนวน 7 ซ้ำ คำนวณอัตราส่วนของ Signal/Noise ของแต่ละสารต้องมีค่ามากกว่า 3 ดังนั้นค่า LOD ของวิธีการทดสอบนี้เท่ากับ 0.01 mg/kg

2.4 Limit of Quantitation (LOQ) จากการทำ fortified samples วัตถุมีพิษจำนวน 39 ชนิด ใน

ตัวอย่างมะม่วงที่ระดับความเข้มข้น 7 ระดับ คือ 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 และ 1.0 mg/kg ระดับความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ มีผลการทดสอบดังนี้ (ตารางที่ 1.1 และ 1.2)

วัตถุมีพิษจำนวน 29 ชนิด มีค่า LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg ให้ผลการทดสอบ Accuracy และ Precision ผ่านเกณฑ์มาตรฐานที่กำหนด ได้แก่ dichlofos, etropophos, dicrotophos, phorate, dimethoate, diazinon, phosphamidon, chlorpyrifos-methyl, parathion-methyl, fenitothion, malathion, chlorpyrifos, parathion-ethyl, pirimiphos-ethyl, phenthoate, methidathion, prothiophos, profenophos, ethion, triazophos, phosalone, azinphos-methyl และ coumaphos

วัตถุมีพิษจำนวน 2 ชนิด มีค่า LOQ เท่ากับ 0.02 mg/kg ให้ผลการทดสอบ Accuracy และ Precision ผ่านเกณฑ์มาตรฐานที่กำหนด ได้แก่ omethoate และ cypermethrin

วัตถุมีพิษ fenvalerate มีค่า LOQ เท่ากับ 0.1 mg/kg สำหรับวัตถุมีพิษ จำนวน 4 ชนิด ได้แก่ methamidophos, acephate, monocrotophos และ permethrin ผลวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 และ 1.0 mg/kg %recovery มีค่าต่ำและสูงกว่าเกณฑ์ยอมรับ (% recovery อยู่ในช่วง 70-120) ไม่สามารถกำหนดค่า LOQ ของวัตถุมีพิษทั้ง 4 ชนิดได้

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

วัตถุมีพิษจำนวน 34 ชนิด มีความเหมาะสมในการทดสอบโดยสามารถตรวจวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง (Accuracy) และมีความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ (Precision) อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ในช่วงความเข้มข้นระหว่าง 0.01-0.05 mg/kg มีค่า LOD เท่ากับ 0.01 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.01-0.05 mg/kg ได้แก่ dichlofos, etropophos, dicrotophos, phorate, dimethoate, diazinon, phosphamidon, chlorpyrifos-methyl, parathion-methyl, fenitothion, malathion, chlorpyrifos, parathion-ethyl, pirimiphos-ethyl, phenthoate, methidathion, prothiophos, profenophos, ethion, triazophos, phosalone, azinphos-methyl, coumaphos, α -endosulfan, β -endosulfan, bifenthrin, omethoate, pirimiphos-methyl, EPN, endosulfan, sulfate, cypermethrin, λ -cyhalothrin, cyfluthrin และ deltamethrin มี %recovery ในช่วง 85-119% และค่า precision มี %RSD ในช่วง 1.1-16.3 และ HORRAT ในช่วง 0.1-0.8

วัตถุมีพิษ fenvalerate ให้ผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ยอมรับ %recovery เท่ากับ 114% ค่า precision % RSD เท่ากับ 1.9 และ HORRAT เท่ากับ 0.1 มีค่า LOD เท่ากับ 0.01 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.1 mg/kg มีเพียงวัตถุมีพิษจำนวน 4 ชนิดที่ไม่ผ่านเกณฑ์การทดสอบ ได้แก่ methamidophos, acephate, monocrotophos, และ permethrin ในกรณีที่วัตถุมีพิษที่ไม่ผ่านเกณฑ์ยอมรับ หรือ ค่า LOQ มีค่ามากกว่าค่า MRL ผลการทดสอบที่ได้จากกรศึกษาวิจัยครั้งนี้จะใช้เป็นข้อมูลและแนวทางสำหรับผู้ที่จะนำไปพัฒนาและทดสอบวิธีการตรวจวิเคราะห์เพื่อให้ได้วิธีการที่ดีและเหมาะสมต่อไป วิธีวิเคราะห์นี้สามารถตรวจสอบสารพิษในมะม่วงได้อย่างสะดวกรวดเร็ว และมีประสิทธิภาพ สามารถนำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่ทำเป็นงานประจำและต้องการผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและถูกต้องแม่นยำ

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. นำไปใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับผู้ที่จะทำการพัฒนาและปรับวิธีการตรวจวิเคราะห์เพื่อให้ได้วิธีการที่ดีและเหมาะสมและมีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น
2. สามารถนำวิธีวิเคราะห์ที่ผ่านการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ไปขยายขอบข่ายวิธีการตรวจวิเคราะห์และขอการรับรองตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025
3. นำไปถ่ายทอดให้แก่ห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1-8 เพื่อเป็นการพัฒนาและเพิ่มศักยภาพของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของกรมวิชาการเกษตร
4. นำวิธีการไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่ทำเป็นงานประจำและต้องการผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็ว
5. จัดทำเป็นเอกสารเผยแพร่เพื่อให้ห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างทั้งในภาครัฐและเอกชนนำไปทดสอบและใช้ในการปฏิบัติงานจริงได้

เอกสารอ้างอิง

กนกพร อติสุข และทิพวรรณ นิ่งน้อย 2547. Method Validation, เอกสารการฝึกอบรม

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์.

จิรากร โกศัยเสวี ศิริพันธ์ สุขมาก พนิดา ไชยยันต์บุรณ์ จินตนา ภู่มงกุฎชัย และประชาธิปไตย พงษ์ภิญโญ 2549. รายงานผลวิจัยเรื่องเต็ม โครงการการเพิ่มประสิทธิภาพและพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในห้องปฏิบัติการ. กรมวิชาการเกษตร

ดุขฎิ มั่นความดี และอุมาพร สุขม่วง 2544. การพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีทดสอบทางเคมี (Chemical Method Validation), เอกสารการฝึกอบรม กรมวิทยาศาสตร์บริการ

ทิพวรรณ นิ่งน้อย 2549. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข. 124 หน้า

Anastassiades, M., Lehotay, S.J., Stajnbaher, D., and Schenck, F.J. 2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce. J. AOAC Int. 86, 412-431.

Codex. 1995. Codex Alimentarius volume 3. Residues of Veterinary Drugs in Food.

European Commission (EC). 2000. Guidance Document on Residue Analysis Method. SANCO/825/00 rev. 620/06/00. 16p.

Food Standard Agency. 2004. Food Standard Agency Information Bulletin on Methods of Analysis and Sampling for Foodstuffs. Institute of Food Research, UK. <http://www.food.gov.uk>.

Horwitz, W. 2000. The Potential Use of Quality Control Data to validate Pesticide Residue Method Performance. In: Principle and Practice of Method Validation. A. Fajgeij and A.

Ambrus (eds.), the Royal Society of Chemistry 2000, UK. 305 p.
Lehotay, S.J. 2007. Determination of Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partition with Magnesium Sulfate: Collaborative Study. J. AOAC Int. 90, 485-520

ตารางที่ 1.1 สรุปผลการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต 29 ชนิด ในมะม่วง ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 0.02 0.05 0.1 0.25 0.5 และ 1.0 mg/kg ระดับความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ

| No. | Pesticide | Linear Range (ng) | LOD (mg/kg) | LOQ (mg/kg) | Accuracy (%Recovery) | | | | | | | Precision (%RSD) | | | | | | | Precision (HORRAT) | | | | | | |
|-----|---------------------|-------------------|-------------|-------------|-----------------------|------|------|-----|------|-----|-----|-----------------------|------|------|------|------|------|------|-----------------------|------|------|-----|------|-----|-----|
| | | | | | Concentration (mg/kg) | | | | | | | Concentration (mg/kg) | | | | | | | Concentration (mg/kg) | | | | | | |
| | | | | | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.1 | 0.25 | 0.5 | 1.0 | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.1 | 0.25 | 0.5 | 1.0 | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.1 | 0.25 | 0.5 | 1.0 |
| 1 | methamidophos | 1 | - | - | 4 | 13 | 0 | 18 | 8 | 27 | 41 | - | - | - | - | - | 67.9 | 37.9 | - | - | - | - | - | 4.7 | 3.1 |
| 2 | diclofos | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 85 | 81 | 89 | 87 | 79 | 85 | 90 | 7.6 | 6.8 | 8.2 | 8.9 | 1.1 | 9.8 | 12.2 | 0.4 | 0.3 | 0.5 | 0.6 | 0.1 | 0.8 | 1.1 |
| 3 | acephate | 0.02-1 | - | - | 59 | 64 | 60 | 31 | 17 | 34 | 48 | - | 1.4 | 10.9 | 19.5 | 42.7 | 54.1 | 41.2 | - | 0.1 | 0.6 | 1.1 | 2.5 | 3.9 | 3.5 |
| 4 | omethoate | 0.02-2 | 0.01 | 0.02 | 58 | 85 | 95 | 77 | 74 | 72 | 75 | 3.0 | 16.3 | 5.8 | 4.1 | 1.2 | 0.9 | 2.4 | 0.1 | 0.8 | 0.3 | 0.3 | 0.1 | 0.1 | 0.2 |
| 5 | etroprophos | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 113 | 102 | 104 | 92 | 82 | 87 | 97 | 2.7 | 7.6 | 9.1 | 10.3 | 2.4 | 0.7 | 8.4 | 0.1 | 0.4 | 0.6 | 0.7 | 0.2 | 0.1 | 0.8 |
| 6 | dicrotophos | 0.01-2 | 0.01 | 0.01 | 104 | 75 | 77 | 77 | 78 | 77 | 85 | 3.6 | 4.5 | 1.8 | 5.1 | 0.7 | 6.3 | 1.7 | 0.2 | 0.2 | 0.1 | 0.3 | 0.1 | 0.5 | 0.2 |
| 7 | monocrotophos | 0.05-1 | - | - | 54 | 66 | 52 | 47 | 12 | 28 | 36 | - | - | 1.1 | 10.3 | 43.1 | 47.6 | 45.5 | - | - | 0.1 | 0.6 | 2.4 | 3.4 | 3.7 |
| 8 | phorate | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 115 | 102 | 101 | 91 | 83 | 89 | 97 | 2.6 | 7.9 | 8.5 | 8.0 | 1.8 | 1.2 | 7.0 | 0.1 | 0.4 | 0.5 | 0.5 | 0.1 | 0.1 | 0.7 |
| 9 | dimethoate | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 118 | 103 | 98 | 84 | 78 | 78 | 91 | 2.6 | 7.6 | 6.9 | 12.7 | 1.4 | 1.1 | 13.6 | 0.1 | 0.4 | 0.4 | 0.8 | 0.1 | 0.1 | 1.3 |
| 10 | diazinon | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 115 | 101 | 104 | 96 | 83 | 90 | 98 | 2.9 | 9.9 | 8.6 | 9.2 | 7.8 | 5.8 | 6.3 | 0.1 | 0.5 | 0.5 | 0.6 | 0.6 | 0.5 | 0.6 |
| 11 | phosphamidon | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 101 | 92 | 89 | 86 | 87 | 84 | 92 | 7.7 | 9.8 | 7.0 | 13.8 | 1.1 | 6.1 | 1.8 | 0.4 | 0.5 | 0.4 | 0.9 | 0.1 | 0.5 | 0.2 |
| 12 | chlorpyrifos-methyl | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 115 | 105 | 102 | 96 | 88 | 94 | 102 | 2.9 | 9.0 | 5.7 | 9.4 | 3.2 | 4.5 | 6.3 | 0.1 | 0.5 | 0.3 | 0.6 | 0.2 | 0.4 | 0.6 |
| 13 | parathion-methyl | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 115 | 105 | 102 | 96 | 88 | 94 | 102 | 2.9 | 9.0 | 5.7 | 9.4 | 3.2 | 4.5 | 6.3 | 0.1 | 0.5 | 0.3 | 0.6 | 0.2 | 0.4 | 0.6 |
| 14 | pirimifos-methyl | 0.01-1 | 0.01 | 0.02 | 56 | 106 | 103 | 94 | 87 | 93 | 103 | 1.3 | 7.3 | 5.4 | 8.8 | 1.3 | 6.4 | 7.2 | 0.1 | 0.4 | 0.3 | 0.6 | 0.1 | 0.5 | 0.7 |
| 15 | fenitrothion | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 117 | 105 | 101 | 96 | 77 | 80 | 94 | 3.0 | 8.3 | 5.5 | 10.5 | 1.3 | 1.4 | 10.7 | 0.1 | 0.4 | 0.3 | 0.7 | 0.1 | 0.1 | 1.0 |
| 16 | malathion | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 116 | 106 | 102 | 95 | 87 | 93 | 104 | 1.7 | 7.8 | 5.1 | 8.9 | 1.3 | 9.8 | 7.1 | 0.1 | 0.4 | 0.3 | 0.6 | 0.1 | 0.8 | 0.7 |
| 17 | chlorpyrifos | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 116 | 106 | 102 | 96 | 88 | 94 | 103 | 3.0 | 9.2 | 5.7 | 8.9 | 2.4 | 5.7 | 6.7 | 0.1 | 0.5 | 0.3 | 0.6 | 0.2 | 0.5 | 0.6 |
| 18 | parathion-ethyl | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 115 | 109 | 105 | 99 | 91 | 96 | 104 | 4.3 | 6.5 | 5.7 | 8.6 | 2.4 | 5.0 | 5.7 | 0.2 | 0.3 | 0.3 | 0.6 | 0.2 | 0.4 | 0.5 |
| 19 | pirimiphos-ethyl | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 117 | 106 | 102 | 96 | 86 | 92 | 102 | 1.2 | 6.6 | 5.3 | 8.5 | 8.9 | 7.0 | 6.8 | 0.1 | 0.3 | 0.3 | 0.6 | 0.7 | 0.6 | 0.6 |
| 20 | phenthoate | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 118 | 105 | 102 | 100 | 80 | 84 | 98 | 1.8 | 7.6 | 5.4 | 8.5 | 1.6 | 0.8 | 8.5 | 0.1 | 0.4 | 0.3 | 0.6 | 0.1 | 0.1 | 0.8 |
| 21 | methidathion | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 113 | 103 | 99 | 95 | 88 | 93 | 103 | 3.8 | 7.1 | 6.9 | 9.0 | 5.2 | 4.8 | 6.4 | 0.2 | 0.4 | 0.4 | 0.6 | 0.4 | 0.4 | 0.6 |
| 22 | prothiophos | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 116 | 105 | 104 | 92 | 84 | 89 | 100 | 1.7 | 5.6 | 6.0 | 9.9 | 7.4 | 1.1 | 8.4 | 0.1 | 0.3 | 0.4 | 0.7 | 0.6 | 0.1 | 0.8 |
| 23 | profenophos | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 116 | 105 | 104 | 98 | 89 | 94 | 104 | 1.3 | 10.0 | 4.8 | 10.2 | 7.1 | 4.3 | 7.6 | 0.1 | 0.5 | 0.3 | 0.7 | 0.5 | 0.4 | 0.7 |
| 24 | ethion | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 116 | 104 | 101 | 96 | 80 | 89 | 97 | 1.1 | 7.7 | 5.1 | 12.0 | 9.9 | 2.3 | 6.7 | 0.1 | 0.4 | 0.3 | 0.8 | 0.7 | 0.2 | 0.6 |
| 25 | triazophos | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 115 | 102 | 99 | 98 | 83 | 95 | 96 | 1.1 | 5.7 | 5.3 | 12.9 | 10.1 | 7.8 | 7.9 | 0.1 | 0.3 | 0.3 | 0.9 | 0.8 | 0.7 | 0.7 |
| 26 | EPN | 0.01-1 | 0.01 | 0.02 | 56 | 105 | 105 | 97 | 88 | 89 | 96 | 2.5 | 5.2 | 7.9 | 11.3 | 6.9 | 5.6 | 7.5 | 0.1 | 0.3 | 0.5 | 0.8 | 0.5 | 0.5 | 0.7 |
| 27 | phosalone | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 115 | 100 | 96 | 96 | 83 | 84 | 94 | 4.3 | 5.5 | 6.3 | 10.3 | 7.7 | 6.2 | 7.7 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.7 | 0.6 | 0.5 | 0.7 |
| 28 | aziphos-methyl | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 112 | 95 | 90 | 90 | 75 | 72 | 82 | 5.0 | 8.1 | 7.1 | 12.5 | 2.7 | 2.1 | 10.8 | 0.2 | 0.4 | 0.4 | 0.8 | 0.2 | 0.2 | 1.0 |
| 29 | coumaphos | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 112 | 97 | 87 | 89 | 74 | 71 | 77 | 3.9 | 6.0 | 8.2 | 11.3 | 3.0 | 0.8 | 8.8 | 0.2 | 0.3 | 0.5 | 0.7 | 0.2 | 0.1 | 0.8 |

ตารางที่ 1.2 สรุปผลการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มไพรีทรอยด์และเอ็นโดซัลแฟน 10 ชนิด ในมะม่วง ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 0.02 0.05 0.1 0.25 0.5 และ 1.0 mg/kg ระดับความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ

| No. | Pesticide | Linear Range (ng) | LOD (mg/kg) | LOQ (mg/kg) | Accuracy (%Recovery) | | | | | | | Precision (%RSD) | | | | | | | Precision (HORRAT) | | | | | | |
|-----|---------------------|-------------------|-------------|-------------|-----------------------|------|------|-----|------|-----|-----|-----------------------|------|------|-----|------|-----|-----|-----------------------|------|------|-----|------|------|------|
| | | | | | Concentration (mg/kg) | | | | | | | Concentration (mg/kg) | | | | | | | Concentration (mg/kg) | | | | | | |
| | | | | | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.1 | 0.25 | 0.5 | 1.0 | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.1 | 0.25 | 0.5 | 1.0 | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.1 | 0.25 | 0.5 | 1.0 |
| 1 | a-endosulfan | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 119 | 103 | 89 | 92 | 74 | 84 | 89 | 4.7 | 13.6 | 0.4 | 2.1 | 1.7 | 0.8 | 0.5 | 0.2 | 0.7 | 0.02 | 0.1 | 0.1 | 0.06 | 0.05 |
| 2 | b-endosulfan | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 114 | 98 | 85 | 92 | 74 | 83 | 81 | 5.3 | 15.4 | 0.7 | 1.6 | 0.4 | 1.4 | 1.4 | 0.3 | 0.8 | 0.04 | 0.1 | 0.03 | 0.12 | 0.1 |
| 3 | endosulfan-sulphate | 0.01-1 | 0.01 | 0.02 | 153 | 114 | 94 | 95 | 82 | 85 | 85 | 5.7 | 7.6 | 1.0 | 1.4 | 1.1 | 1.7 | 0.9 | 0.3 | 0.4 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.14 | 0.1 |
| 4 | bifenthrin | 0.01-1 | 0.01 | 0.01 | 117 | 96 | 94 | 113 | 96 | 90 | 90 | 2.3 | 5.3 | 0.5 | 1.3 | 5.0 | 0.3 | 1.4 | 0.1 | 0.3 | 0.03 | 0.1 | 0.4 | 0.02 | 0.1 |
| 5 | L-cyhalothrin | 0.01-1 | 0.01 | 0.02 | 151 | 112 | 93 | 97 | 85 | 92 | 95 | 3.6 | 6.1 | 0.6 | 2.4 | 0.6 | 2.0 | 0.6 | 0.2 | 0.3 | 0.04 | 0.2 | 0.04 | 0.17 | 0.1 |
| 6 | permethrin | 0.01-1 | - | - | 477 | 437 | 454 | 474 | 432 | 453 | 462 | 5.8 | 8.0 | 8.7 | 9.6 | 6.6 | 2.2 | 2.1 | 0.3 | 0.5 | 0.7 | 0.8 | 0.6 | 0.23 | 0.3 |
| 7 | cyfluthrin | 0.01-1 | 0.01 | 0.05 | 245 | 160 | 107 | 111 | 103 | 117 | 117 | 4.5 | 2.5 | 1.1 | 1.5 | 1.8 | 0.8 | 1.0 | 0.2 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.07 | 0.1 |
| 8 | cypermethrin | 0.01-1 | 0.01 | 0.02 | 181 | 108 | 94 | 92 | 80 | 71 | 77 | 2.1 | 6.0 | 0.5 | 1.8 | 1.5 | 0.3 | 5.1 | 0.1 | 0.3 | 0.03 | 0.1 | 0.1 | 0.03 | 0.5 |
| 9 | fenvalerate | 0.05-1.0 | 0.01 | - | - | - | 14 | 114 | 99 | 113 | 113 | - | - | 6.3 | 1.9 | 6.6 | 0.5 | 0.8 | - | - | 0.3 | 0.1 | 0.5 | 0.04 | 0.1 |
| 10 | deltamethrin | 0.01-1 | 0.01 | 0.05 | 204 | 141 | 109 | 110 | 101 | 113 | 112 | 5.0 | 5.6 | 0.4 | 7.4 | 7.4 | 0.7 | 1.9 | 0.3 | 0.3 | 0.03 | 0.5 | 0.6 | 0.06 | 0.2 |

ภาคผนวก



เติม Mix Standard Solution ลงในตัวอย่าง



สกัดตัวอย่างด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)



ดูดสารละลายตัวอย่างเพื่อนำไปจัดสิ่งปนเปื้อน
โดยใช้ Dispersive-SPE Cleanup



เขย่าสารตัวอย่างด้วยเครื่อง vortex mixer



ลดปริมาตรตัวอย่างด้วยเครื่อง Nitrogen Evaporator



เครื่องGC:FPD/ECDสำหรับตรวจ
วิเคราะห์ปริมาณสารพิษตกค้าง