

## รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2558

1. ชุดโครงการวิจัย : วิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
2. โครงการวิจัย : การพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์พืชและปัจจัยการผลิตทางการเกษตร  
กิจกรรมที่ 1 : พัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ย พืช ดิน น้ำ สารอินทรีย์ สารควบคุมการเจริญเติบโตพืช สารสกัดและวัตถุอันตรายทางการเกษตร  
กิจกรรมย่อย 1.5 : การวิจัยและพัฒนาเทคนิคการตรวจสอบรับรองผลิตภัณฑ์พืชมุ่งทางการเกษตร

3. ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย) : ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุพืชมุ่งทางการเกษตร atrazine

ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) Method Validation on Analysis of atrazine

#### 4. คณะผู้ดำเนินงาน

- หัวหน้าการทดลอง : นางนงพงา โอลเสน สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1
- ผู้ร่วมงาน : นางเนาวรัตน์ ตั้งมั่นคงวรกุล สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1  
นายสาคร นิยมสัจย์ สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1

#### 5. บทคัดย่อ

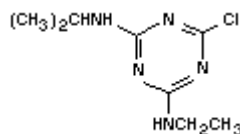
การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบของการวิเคราะห์สาร atrazine ในผลิตภัณฑ์สารกำจัดวัชพืช สูตร 90%WP (Wettable Powder) และ 80% WG (Water dispersible granules) ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gas Chromatography โดยมีตัวตรวจวัดชนิด Flame ionization detector (FID) ด้วย Capillary column HP-Ultra 1, 25 m x 320  $\mu$ m x 0.17  $\mu$ m ใช้ helium เป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 มิลลิลิตรต่อ นาที วิธีนี้ให้ผลการทดสอบช่วงของการวัด (range) ในช่วงความเข้มข้น 0.10 – 3.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า correlation coefficient : r เท่ากับ 0.99994 ให้ค่าความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.50 – 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า correlation coefficient เท่ากับ 0.99997 มีเกณฑ์การยอมรับของ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความเที่ยง (precision) โดยการตรวจสอบจากค่า repeatability มีค่า HORRAT ระหว่าง 0.1921 - 0.5215 การตรวจสอบความเที่ยงจาก reproducibility มีค่า HORRAT ระหว่าง 0.2884 - 0.8572 ความคงทนของวิธีการโดยการเปรียบเทียบผลวิเคราะห์จากคอลัมน์ Ultra 1 กับ HP-5 (robustness) ได้ HORRAT มีค่า 0.0512 - 0.1217 การตรวจสอบความคงทนของวิธีการโดยการเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ระหว่างผู้ทดสอบที่ 1 และผู้ทดสอบที่ 2 (ruggedness) ได้ HORRAT มีค่า 0.0461 - 0.1012 ซึ่งเกณฑ์การยอมรับของ

AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การตรวจสอบความแม่นยำ (accuracy) พิจารณาจากค่า % recovery มีค่า 98.2 - 100.5 เกณฑ์การยอมรับของ AOAC % recovery อยู่ในช่วง 97-103 จากการประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ สามารถนำวิธีการนี้ไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานในการตรวจวิเคราะห์ได้ที่ให้ผลการวิเคราะห์ ถูกต้อง และแม่นยำ ยอมรับในระดับสากล

Method Validation of atrazine by Gas Chromatography technique is conducted in the laboratory to confirm the acceptable and reliable result. From the experiment to prove the parameters comply with international standard , range 0.10-3.0 mg/kg with correlation coefficient = 0.99994, linearity 0.5 -2.0 mg/kg with correlation coefficient = 0.99997, precision by repeatability with HORRAT 0.1921 - 0.5215 and reproducibility with HORRAT 0.2884 - 0.8572, ruggedness/robustness with HORRAT between 0.0461 to 0.8572, accuracy by %recovery of 98.2-100.5 , selectivity and specificity are acceptable. All parameters meet standard index.

## 6. คำนำ

atrazine เป็นสารเคมีที่ใช้กำจัดวัชพืช มีการใช้อย่างแพร่หลาย atrazine มีชื่อตาม International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) คือ 2-chloro-4-ethylamine-6-isopropylamino- S-triazine มีสูตรโมเลกุล  $C_8H_{14}ClN_5$  มีสูตรโครงสร้างคือ



คุณภาพของสารกำจัดแมลงศัตรูพืชตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตรายปี 2535 นั้นจะตรวจหาชนิดและปริมาณสารออกฤทธิ์ ตรงตามข้อมูลที่ระบุไว้ในฉลากหรือข้อมูลที่แจ้งไว้ก่อนขึ้นทะเบียนหรือไม่ ทั้งนี้เพื่อควบคุมให้ผลิตภัณฑ์วัชพืชทางการเกษตรที่จำหน่ายในท้องตลาดมีคุณภาพดีและมีความสำคัญมากต่อประสิทธิภาพในการป้องกันกำจัดแมลงศัตรูพืช ถ้าคุณภาพไม่ดีหรือไม่ได้มาตรฐาน ทำให้การป้องกันกำจัดไม่มีประสิทธิภาพและอาจมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมรวมทั้งทำให้เกิดการตกค้างในพืชและสิ่งแวดล้อมได้

การวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ atrazine ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร มีการอ้างอิงใน Analytical of Technical and Formulated Pesticides, CIPAC handbook H เนื่องจากห้องปฏิบัติการไม่สามารถปฏิบัติตามกระบวนการตามวิธีมาตรฐานได้ทั้งหมด ดังนั้นทางห้องปฏิบัติการจึงดัดแปลงวิธีทดสอบจากวิธีมาตรฐาน เพื่อให้วิธีที่ทางห้องปฏิบัติการดัดแปลงเพื่อความเหมาะสมต่อการใช้งานจึงจำเป็นต้องมีการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบตามหลักเกณฑ์ของมาตรฐานสากล สามารถยืนยันความถูกต้อง แม่นยำ และเชื่อถือได้



|              |        |        |       |
|--------------|--------|--------|-------|
| Initial Temp | 180 °C | hold   | 0 min |
| 20 °C/ min   | 250 °C | hold   | 3 min |
| 10 °C/ min   | 280 °C | hold   | 3 min |
| Injection    | :      | 260 °C |       |
| Detector     | :      | 260 °C |       |

Gas Flow Rate

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| Helium   | : | 2 ml/min   |
| Hydrogen | : | 30 ml/min  |
| Air      | : | 400 ml/min |
| Nitrogen | : | 40 ml/min  |

2. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน atrazine

2.1 ชั่งสารมาตรฐาน atrazine ที่มีปริมาณสารออกฤทธิ์ 10 มิลลิกรัม ( $\pm 1.0$  มิลลิกรัม)จำนวน 2 ซ้ำ ( $C_A, C_B$ ) ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone เขย่าให้เข้ากันด้วย Ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ปรับด้วย acetone

2.2 การเตรียมสารละลายของสารเข้มข้น atrazine ชั่งสารเข้มข้น atrazine ที่เป็นเนื้อเดียวกันปริมาณ 10 มิลลิกรัม ( $\pm 1.0$  มิลลิกรัม) จำนวน 10 ซ้ำ ( $TC_1-TC_{10}$ ) ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย acetone

2.3 การฉีดสารละลายเข้าเครื่อง GC-FID เมื่อปรับสภาวะของเครื่อง GC-FID เรียบร้อยแล้วให้สังเกตหรือรอจน baseline เรียบ ทดสอบการฉีดด้วยสารละลายมาตรฐาน  $C_A$  และ  $C_B$  สลับกันหลายๆครั้ง จนได้ค่า response factor ที่คำนวณได้จากการฉีดแต่ละครั้งต่างจากค่าเฉลี่ยไม่เกิน 1%จากนั้นฉีดสารละลายของสารเข้มข้น atrazine ตามลำดับดังนี้

$C_A, TC_1, TC_2, C_B, TC_3, TC_4, C_A, \dots$

2.4 การคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ atrazine ในสูตรสารเข้มข้น

สูตรการคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ในตัวอย่าง

$$\%w/w \text{ สารออกฤทธิ์} = \frac{H_w \times f \times D_w}{W \times D_s}$$

เมื่อ  $f = \frac{S \times P}{H_s}$

S = น้ำหนัก 1st Standard (mg)

P = เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของ 1st Standard

Hs = พื้นที่ใต้ Peak หรือความสูง Peak ของ Standard

W = น้ำหนักตัวอย่าง (mg)

Hw= พื้นที่ใต้ Peak หรือความสูง Peak ของตัวอย่าง

Dw= ความเจือจางของตัวอย่าง

Ds =ความเจือจางของ Standard

จากนั้นคำนวณค่า %RPD (Relative Percent Difference)

$$\text{สูตร } \% \text{ RPD} = \frac{\text{ผลการทดสอบครั้งที่ 1} - \text{ผลการทดสอบครั้งที่ 2} \times 100}{\text{ค่าเฉลี่ยของผลการทดสอบทั้งสองครั้ง}}$$

### 3. การตรวจสอบความใช้ได้ของปริมาณสารออกฤทธิ์ atrazine 80% WG, 90% WP

#### 3.1 การตรวจสอบ range ช่วงความเข้มข้นที่ทดสอบ

3.1.1 ชั่งสารเข้มข้น atrazine ที่ทราบเปอร์เซ็นต์แน่นอน และเขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกันแล้ว ให้มีปริมาณสารออกฤทธิ์ atrazine ครอบคลุมความเข้มข้นช่วงการใช้งาน 6 ความเข้มข้นคือ 0.10, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 และ 3.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ละลายด้วย acetone

3.1.2 สารละลายฉีดเข้าเครื่อง GC-FID ที่เตรียมสถานะเครื่องแล้ว โดยฉีดสารละลายเรียงจาก ความเข้มข้นน้อยไปมาก

3.1.3 วาดกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย atrazine (แกน X) กับค่า response (แกน Y) พิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง

#### 3.2 ค่า linearity ช่วงความเข้มข้นที่ทดสอบและเป็นเส้นตรง

3.2.1 เลือกความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง 6 ความเข้มข้นจากข้อ 3.1 ให้อยู่ในช่วงใกล้เคียงการใช้งานจริง นั่นคือ 0.50, 0.70, 0.90, 1.00, 1.50 และ 2.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ละลายด้วย acetone ฉีดเข้าเครื่อง GC-FID

3.2.2 วาดกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย atrazine (แกน X) กับค่า response (แกน Y) พิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง

#### 3.3 การตรวจความแม่นยำ (precision) ของวิธีการ

##### 3.3.1 ตรวจสอบการทวนซ้ำ (repeatability)

1) ชั่งผลิตภัณฑ์ atrazine สูตร WP, WG ( $\pm 0.1$  มิลลิกรัม) ให้มีความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร อย่างละ 10 ซ้ำ ใส่ขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร ปรับด้วย acetone ประมาณครึ่งขวด เขย่าให้ละลายด้วย ultrasonic bath 5 นาที ปรับด้วย acetone ตามปริมาตรที่กำหนดไว้ แบ่งใส่ขวด vial 2 มิลลิลิตร

## 2) วิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ atrazine ในสารละลายของผลิตภัณฑ์ ที่เตรียมจากข้อ

1) วาดกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย atrazine (แกน X) กับค่า response (แกน Y) พิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรงคำนวณค่าเฉลี่ย (Mean) ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) ความคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์ (Relative standard deviation, RSD) และประเมินค่า HORRAT  $\leq 2$  ตามเกณฑ์พิจารณาของ AOAC และ EU, Codex

### สูตรการคำนวณ

$$\text{HORRAT} = \%RSD_{\text{exp}} / \%RSD_{\text{Horwitz}}$$

$$\%RSD_{\text{Horwitz}} = 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)}$$

$$C = \text{Concentration ratio}$$

### 3.3.2 ตรวจสอบการทำซ้ำ (reproducibility)

เตรียมสารละลายผลิตภัณฑ์ atrazine สูตร WP, WG ทำตามข้อ 3.3.1.1) (ต่างวันและเวลา) แล้วนำมาวิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ atrazine วาดกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย atrazine (แกน X) กับค่า response (แกน Y) พิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง คำนวณค่าเฉลี่ย (Mean) ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) ความคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์ (Relative standard deviation, RSD) และประเมินค่า HORRAT  $\leq 2$  ตามเกณฑ์พิจารณาของ AOAC และ EU, Codex

### 3.4 ตรวจสอบ Robustness ของวิธีการ

3.4.1 วิเคราะห์หาปริมาณ atrazine ที่สภาวะการใช้งานโดยการเปรียบเทียบผลวิเคราะห์จากการใช้คอลัมน์ชนิด Ultra 1 กับ HP-5 และ เปรียบเทียบผู้ทดสอบที่ 1 และ ผู้ทดสอบที่ 2

3.4.2 เตรียมสารมาตรฐาน เพื่อทำ standard calibration curve

3.4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ atrazine 80% w/w WG, 90% w/w WP เตรียมความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยชั่งผลิตภัณฑ์ atrazine 80% w/w WP , 90% w/w WG ที่เข้าให้เป็นเนื้อเดียวกัน ลงในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath ประมาณ 5 นาที ปรับปริมาตรด้วย acetone

3.4.4 วิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ atrazine โดยการฉีดสารละลายข้อ 3.4.3 เข้าเครื่อง GC-FID แล้วเปรียบเทียบกับความเข้มข้นของ standard calibration curve คำนวณตามนี้

$$\text{HORRAT} = \%RSD_{\text{exp}} / \%RSD_{\text{Horwitz}}$$

$$\%RSD_{\text{Horwitz}} = 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)}$$

$$C = \text{Concentration ratio}$$

### 3.5 ตรวจสอบ ruggedness ของวิธีการ

3.5.1 วิเคราะห์หาปริมาณ atrazine ที่สภาวะการใช้งานโดยการเปรียบเทียบผลวิเคราะห์จากผู้ทดสอบที่ 1 และ ผู้ทดสอบที่ 2

3.5.2 เตรียมสารมาตรฐาน เพื่อทำ standard calibration curve

3.5.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ atrazine 80% w/w WG, 90% w/w WP

เตรียมความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยซังผลิตภัณฑ์ atrazine 80% w/w WP , 90% w/w WG ที่เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน ลงในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath ประมาณ 5 นาที ปรับปริมาตรด้วย acetone

3.5.4 วิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ atrazine โดยการฉีดสารละลายข้อ 3.5.3 เข้าเครื่อง GC-FID แล้วเปรียบเทียบกับความเข้มข้นของ standard calibration curve คำนวณตามนี้

$$\begin{aligned} \text{HORRAT} &= \%RSD_{\text{exp}} / \%RSD_{\text{Horwitz}} \\ \%RSD_{\text{Horwitz}} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)} \\ C &= \text{Concentration ratio} \end{aligned}$$

### 3.6 การตรวจสอบความแม่นยำ (accuracy)

3.6.1 เตรียมสารมาตรฐาน atrazine เพื่อทำ standard calibration curve

3.6.2 เตรียม stock ของสารมาตรฐาน atrazine ให้มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ละลายด้วย acetone ใส่ลงขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath ประมาณ 5 นาที ปรับด้วย acetone

3.6.3 เตรียมสารละลาย เพื่อวาดกราฟ ดูดสารละลาย stock std ข้อ 3.6.2 ปริมาตร 2, 5 และ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย acetone เขย่าให้เข้ากันได้สารละลายที่มีความเข้มข้น ของ atrazine เป็น 0.4, 1.0 และ 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ตามลำดับ นำไปฉีดเข้าเครื่อง GC-FID

3.6.4 เตรียมสารละลาย stock sample (1 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร) ซังผลิตภัณฑ์ atrazine 80% WG, 90 % WP ใส่ลงบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone ใส่ลงขวดวัดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath ประมาณ 5 นาที ปรับด้วย acetone

3.6.5 เตรียมสารละลายเพื่อหา original sample ดูดสารละลาย stock sample จากข้อ 3.6.4 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร จำนวน 10 ซ้ำ ปรับปริมาตรด้วย acetone เขย่าให้เข้ากันและแบ่งใส่ขวด vial 2 มิลลิลิตร นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง GC-FID ได้ค่า O

3.6.6 เตรียมสารละลาย fortified sample โดยทำ fortified sample ที่ระดับความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ดูดสารละลาย stock sample จากข้อ 2.5.4 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร จำนวน 30 ซ้ำ จากนั้นดูด สารละลาย stock std 2, 3 และ 5 มิลลิลิตร ตามลำดับ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ ฉีดเข้าเครื่อง GC-FID ได้ค่า F

3.6.7 การประเมินค่า accuracy จาก %recovery

$$\%recovery = \frac{F - O}{C} \times 100$$

เมื่อ F คือ ปริมาณสาร atrazine ในสารละลาย fortified sample (มก./25 มล)

O คือ ปริมาณสาร atrazine ในสารละลาย original sample (มก./25 มล)

C คือ ปริมาณ added sample (มก)

ค่า %recovery ต้องอยู่ในช่วง 98-103% ตามเกณฑ์ AOAC

7.4 ระยะเวลา ตุลาคม 2557 – กันยายน 2558  
สถานที่ทำการทดลอง ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต  
สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1 เชียงใหม่

## 8. ผลการทดลองและวิจารณ์

จากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณ atrazine ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ผลการทดสอบพบว่า

1. range ช่วงที่ความเข้มข้นหรือปริมาณของสารที่ใช้ทดสอบสามารถวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ อยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.10 – 3.00 mg/ml correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99994 (ตารางที่ 1)

ตารางที่ 1 การตรวจสอบช่วงของการวัด Range ความเข้มข้น 0.10 – 3.00 mg/ml

| ความเข้มข้น (mg/ml) | Peak area | Level |
|---------------------|-----------|-------|
| 0.1                 | 25.4650   | 1     |
| 0.5                 | 149.7600  | 2     |
| 1.0                 | 310.4730  | 3     |
| 1.5                 | 463.7200  | 4     |
| 2.0                 | 627.4700  | 5     |
| 3.0                 | 948.3100  | 6     |

ค่าของ correlation coefficient (r) มีค่าเท่ากับ 0.99994

2. linearity หรือความสัมพันธ์ ระหว่าง response กับปริมาณของสารที่วิธีทดสอบสามารถทำได้ มีความเข้มข้น 0.5 – 2.0 mg/ml correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99997 (ตารางที่ 2)

ตารางที่ 2 การตรวจสอบความเป็นเส้นตรง linearity ความเข้มข้น 0.50 – 2.0 mg/ml

| ความเข้มข้น (mg/ml) | Peak area | Level |
|---------------------|-----------|-------|
| 0.5                 | 155.8720  | 1     |
| 0.7                 | 220.7620  | 2     |
| 0.9                 | 275.9200  | 3     |
| 1.0                 | 364.0120  | 4     |
| 1.5                 | 455.3420  | 5     |
| 2.0                 | 643.7450  | 6     |



ค่า correlation coefficient (r) มีค่าเท่ากับ 0.99997

### 3. precision จากการทำ

3.1 repeatability คือ การตรวจสอบความใกล้เคียงกันระหว่างข้อมูลที่วิเคราะห์ซ้ำ แสดงผลในรูปของ %RSD และ ค่า HORRAT

ตารางที่ 3 เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้นจากการทวนซ้ำ (repeatability) สำหรับ atrazine 80%

| n                     | ความเข้มข้น 0.5 mg/ml |            | ความเข้มข้น 1.0 mg/ml |            | ความเข้มข้น 1.5 mg/ml |                       |  |        |
|-----------------------|-----------------------|------------|-----------------------|------------|-----------------------|-----------------------|--|--------|
|                       | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ            |  |        |
| 1                     | 15.40                 | 80.95      | 31.00                 | 80.25      | 46.60                 | 80.21                 |  |        |
| 2                     | 15.50                 | 79.21      | 31.00                 | 80.12      | 46.60                 | 80.53                 |  |        |
| 3                     | 15.50                 | 80.93      | 31.00                 | 80.42      | 46.60                 | 80.83                 |  |        |
| 4                     | 15.50                 | 80.51      | 31.00                 | 80.56      | 46.60                 | 80.09                 |  |        |
| 5                     | 15.50                 | 80.06      | 31.00                 | 80.90      | 46.60                 | 80.72                 |  |        |
| 6                     | 15.60                 | 80.65      | 31.00                 | 80.71      | 46.60                 | 80.46                 |  |        |
| 7                     | 15.60                 | 80.68      | 31.00                 | 80.50      | 46.60                 | 80.72                 |  |        |
| 8                     | 15.60                 | 80.58      | 31.00                 | 80.29      | 46.60                 | 80.21                 |  |        |
| 9                     | 15.60                 | 80.35      | 31.00                 | 80.61      | 46.60                 | 80.38                 |  |        |
| 10                    | 15.60                 | 80.54      | 31.00                 | 80.28      | 46.60                 | 80.22                 |  |        |
| Mean                  |                       | 80.446     | Mean                  |            | 80.464                | Mean                  |  | 80.437 |
| SD                    |                       | 0.4797     | SD                    |            | 0.2264                | SD                    |  | 0.2445 |
| %RSD                  |                       | 0.5963     | %RSD                  |            | 0.2814                | %RSD                  |  | 0.3039 |
| Predicted Horwitz RSD |                       | 1.3511     | Predicted Horwitz RSD |            | 1.3511                | Predicted Horwitz RSD |  | 1.3511 |
| HORRAT                |                       | 0.4414     | HORRAT                |            | 0.2083                | HORRAT                |  | 0.2249 |

ตารางที่ 4 เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้นจากการทวนซ้ำ (repeatability) สำหรับ atrazine 90%

| n | ความเข้มข้น 0.5 mg/ml |            | ความเข้มข้น 1.0 mg/ml |            | ความเข้มข้น 1.5 mg/ml |            |
|---|-----------------------|------------|-----------------------|------------|-----------------------|------------|
|   | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ |
| 1 | 14.10                 | 87.43      | 28.20                 | 88.77      | 42.20                 | 88.79      |
| 2 | 14.10                 | 89.73      | 28.20                 | 88.49      | 42.20                 | 88.49      |
| 3 | 14.10                 | 88.99      | 28.20                 | 88.47      | 42.20                 | 88.14      |
| 4 | 14.10                 | 89.27      | 28.20                 | 88.75      | 42.20                 | 88.99      |
| 5 | 14.10                 | 88.37      | 28.20                 | 88.69      | 42.20                 | 88.32      |
| 6 | 14.10                 | 89.23      | 28.20                 | 88.50      | 42.20                 | 88.38      |
| 7 | 14.20                 | 88.27      | 28.20                 | 88.90      | 42.20                 | 88.36      |
| 8 | 14.20                 | 88.78      | 28.20                 | 88.41      | 42.20                 | 88.42      |
| 9 | 14.20                 | 88.42      | 28.20                 | 88.98      | 42.20                 | 88.47      |

|    |                       |        |                       |        |                       |        |
|----|-----------------------|--------|-----------------------|--------|-----------------------|--------|
| 10 | 14.20                 | 88.41  | 28.20                 | 88.21  | 42.30                 | 88.75  |
|    | Mean                  | 88.69  | Mean                  | 88.617 | Mean                  | 88.511 |
|    | SD                    | 0.6185 | SD                    | 0.2276 | SD                    | 0.2427 |
|    | %RSD                  | 0.6974 | %RSD                  | 0.2569 | %RSD                  | 0.2742 |
|    | Predicted Horwitz RSD | 1.3372 | Predicted Horwitz RSD | 1.3373 | Predicted Horwitz RSD | 1.3375 |
|    | HORRAT                | 0.5215 | HORRAT                | 0.1921 | HORRAT                | 0.2050 |

3.2 reproducibility คือ การตรวจสอบความใกล้เคียงกันระหว่างข้อมูลที่วิเคราะห์ซ้ำ ซึ่งแสดงผลในรูปของ %RSD ของการทดลองซ้ำด้วยวิธีการเดิมแต่ช่วงเวลาต่างกันได้

ตารางที่ 5 เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้นจากการทวนซ้ำ (reproducibility) สำหรับ atrazine 80%

| n  | ความเข้มข้น 0.5 mg/ml |            | ความเข้มข้น 1.0 mg/ml |            | ความเข้มข้น 1.5 mg/ml |            |
|----|-----------------------|------------|-----------------------|------------|-----------------------|------------|
|    | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ |
| 1  | 15.50                 | 80.1       | 31.00                 | 80.60      | 46.60                 | 80.34      |
| 2  | 15.50                 | 79.72      | 31.00                 | 80.60      | 46.60                 | 80.14      |
| 3  | 15.50                 | 79.85      | 31.00                 | 78.91      | 46.60                 | 80.15      |
| 4  | 15.60                 | 80.46      | 31.00                 | 79.93      | 46.60                 | 80.98      |
| 5  | 15.60                 | 80.34      | 31.00                 | 80.82      | 46.60                 | 80.16      |
| 6  | 15.60                 | 80.21      | 31.00                 | 80.11      | 46.60                 | 80.33      |
| 7  | 15.60                 | 80.99      | 31.10                 | 80.48      | 46.60                 | 80.92      |
| 8  | 15.60                 | 80.07      | 31.10                 | 80.08      | 46.60                 | 80.37      |
| 9  | 15.60                 | 79.92      | 31.10                 | 80.24      | 46.60                 | 79.98      |
| 10 | 15.60                 | 80.79      | 31.10                 | 80.35      | 46.60                 | 80.29      |
|    | Mean                  | 80.245     | Mean                  | 80.21      | Mean                  | 80.366     |
|    | SD                    | 0.3870     | SD                    | 0.5065     | SD                    | 0.3132     |
|    | %RSD                  | 0.4822     | %RSD                  | 0.6314     | %RSD                  | 0.3897     |
|    | Predicted Horwitz RSD | 1.3513     | Predicted Horwitz RSD | 1.3516     | Predicted Horwitz RSD | 1.3513     |
|    | HORRAT                | 0.3569     | HORRAT                | 0.4671     | HORRAT                | 0.2884     |

ตารางที่ 6 เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้นจากการทวนซ้ำ (reproducibility) สำหรับ atrazine 90%

| n | ความเข้มข้น 0.5 mg/ml |            | ความเข้มข้น 1.0 mg/ml |            | ความเข้มข้น 1.5 mg/ml |            |
|---|-----------------------|------------|-----------------------|------------|-----------------------|------------|
|   | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ |
| 1 | 13.99                 | 88.42      | 28.01                 | 88.41      | 42.00                 | 88.12      |
| 2 | 14.01                 | 89.31      | 28.01                 | 88.13      | 42.04                 | 89.63      |
| 3 | 14.01                 | 88.60      | 28.03                 | 87.36      | 42.13                 | 87.38      |
| 4 | 14.05                 | 87.64      | 28.05                 | 89.32      | 42.17                 | 88.83      |
| 5 | 14.05                 | 88.70      | 28.06                 | 88.33      | 42.20                 | 89.72      |
| 6 | 14.05                 | 89.72      | 28.07                 | 88.71      | 42.23                 | 89.15      |
| 7 | 14.16                 | 88.46      | 28.07                 | 88.64      | 42.25                 | 88.26      |

|    |                       |        |                       |        |                       |        |
|----|-----------------------|--------|-----------------------|--------|-----------------------|--------|
| 8  | 14.16                 | 89.20  | 28.22                 | 87.04  | 42.29                 | 88.75  |
| 9  | 14.22                 | 89.45  | 28.22                 | 90.07  | 42.29                 | 89.91  |
| 10 | 14.23                 | 89.17  | 28.24                 | 90.43  | 42.36                 | 89.33  |
|    | Mean                  | 88.867 | Mean                  | 88.644 | Mean                  | 88.908 |
|    | SD                    | 0.5862 | SD                    | 1.0161 | SD                    | 0.7634 |
|    | %RSD                  | 0.6597 | %RSD                  | 1.1462 | %RSD                  | 0.8587 |
|    | Predicted Horwitz RSD | 1.3367 | Predicted Horwitz RSD | 1.3372 | Predicted Horwitz RSD | 1.3368 |
|    | HORRAT                | 0.4935 | HORRAT                | 0.8572 | HORRAT                | 0.6423 |

4. robustness ผลการตรวจสอบ robustness จากการทดลองด้วยวิธีการเปลี่ยน column ในการวิเคราะห์จาก capillary column Ultra-1 เป็น HP-5

ตารางที่ 7 robustness สำหรับ atrazine 80%

| n  | ความเข้มข้น 1.00 mg/ml |         |                       |            |
|----|------------------------|---------|-----------------------|------------|
|    | Column Ultra-1         |         | Column HP-5           |            |
|    | น้ำหนัก (mg)           | 80.23   | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ |
| 1  | 31.10                  | 80.20   | 31.10                 | 80.34      |
| 2  | 31.00                  | 80.33   | 31.10                 | 80.22      |
| 3  | 31.00                  | 80.40   | 31.10                 | 80.18      |
| 4  | 31.10                  | 80.40   | 31.10                 | 80.40      |
| 5  | 31.10                  | 80.29   | 31.00                 | 80.22      |
| 6  | 31.10                  | 80.48   | 31.00                 | 80.32      |
| 7  | 31.00                  | 80.30   | 31.10                 | 80.36      |
| 8  | 31.00                  | 80.19   | 31.00                 | 80.20      |
| 9  | 31.10                  | 80.43   | 31.00                 | 80.30      |
| 10 | 31.00                  | 80.39   | 31.00                 | 80.27      |
|    | Mean                   | 80.3410 | Mean                  | 80.3410    |
|    | SD                     | 0.0915  | SD                    | 0.0747     |
|    | %RSD                   | 0.1139  | %RSD                  | 0.0930     |
|    | Predicted Horwitz RSD  | 1.8160  | Predicted Horwitz RSD | 1.8160     |
|    | HORRAT                 | 0.0627  | HORRAT                | 0.0512     |

ตารางที่ 8 robustness สำหรับ atrazine 90%

| n | ความเข้มข้น 1.00 mg/ml |             |
|---|------------------------|-------------|
|   | Column Ultra-1         | Column HP-5 |

|                       | น้ำหนัก (mg) | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ |
|-----------------------|--------------|------------|-----------------------|------------|
| 1                     | 28.10        | 88.56      | 28.10                 | 88.45      |
| 2                     | 28.10        | 88.76      | 28.10                 | 88.76      |
| 3                     | 28.10        | 88.33      | 28.10                 | 88.30      |
| 4                     | 28.20        | 88.52      | 28.10                 | 88.22      |
| 5                     | 28.10        | 88.30      | 28.20                 | 88.59      |
| 6                     | 28.10        | 88.38      | 28.10                 | 88.64      |
| 7                     | 28.10        | 88.67      | 28.10                 | 88.70      |
| 8                     | 28.10        | 88.65      | 28.10                 | 88.28      |
| 9                     | 28.10        | 88.45      | 28.20                 | 88.50      |
| 10                    | 28.10        | 88.29      | 28.10                 | 88.20      |
| Mean                  |              | 88.4910    | Mean                  | 88.4910    |
| SD                    |              | 0.1588     | SD                    | 0.1955     |
| %RSD                  |              | 0.1794     | %RSD                  | 0.2209     |
| Predicted Horwitz RSD |              | 1.8160     | Predicted Horwitz RSD | 1.8160     |
| HORRAT                |              | 0.0988     | HORRAT                | 0.1217     |

5. ruggedness ผลการตรวจสอบจากการทดลองด้วยวิธีการเปลี่ยนผู้ทดสอบ

ตารางที่ 9 ruggedness สำหรับ atrazine 80%

| n                     | ความเข้มข้น 1.00 mg/ml |            |                       |            |
|-----------------------|------------------------|------------|-----------------------|------------|
|                       | ผู้ทดสอบที่ 1          |            | ผู้ทดสอบที่ 2         |            |
|                       | น้ำหนัก (mg)           | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ |
| 1                     | 31.00                  | 80.42      | 31.00                 | 80.34      |
| 2                     | 31.00                  | 80.30      | 31.10                 | 80.22      |
| 3                     | 31.00                  | 80.22      | 31.00                 | 80.34      |
| 4                     | 31.00                  | 80.48      | 31.00                 | 80.32      |
| 5                     | 31.10                  | 80.34      | 31.10                 | 80.32      |
| 6                     | 31.10                  | 80.33      | 31.20                 | 80.34      |
| 7                     | 31.10                  | 80.30      | 31.10                 | 80.32      |
| 8                     | 31.10                  | 80.23      | 31.20                 | 80.30      |
| 9                     | 31.10                  | 80.38      | 31.10                 | 80.14      |
| 10                    | 31.10                  | 80.20      | 31.10                 | 80.20      |
| Mean                  |                        | 80.32      | Mean                  | 80.284     |
| SD                    |                        | 0.0854     | SD                    | 0.0674     |
| %RSD                  |                        | 0.1064     | %RSD                  | 0.0840     |
| Predicted Horwitz RSD |                        | 1.8230     | Predicted Horwitz RSD | 1.8221     |
| HORRAT                |                        | 0.0584     | HORRAT                | 0.0461     |

ตารางที่ 10 ruggedness สำหรับ atrazine 90%

| n                     | ความเข้มข้น 1.00 mg/ml |            |                       |            |
|-----------------------|------------------------|------------|-----------------------|------------|
|                       | ผู้ทดสอบที่ 1          |            | ผู้ทดสอบที่ 2         |            |
|                       | น้ำหนัก (mg)           | %ที่ตรวจพบ | น้ำหนัก (mg)          | %ที่ตรวจพบ |
| 1                     | 28.20                  | 88.44      | 28.20                 | 88.65      |
| 2                     | 28.10                  | 88.56      | 28.10                 | 88.60      |
| 3                     | 28.20                  | 88.76      | 28.20                 | 88.20      |
| 4                     | 28.10                  | 88.59      | 28.10                 | 88.40      |
| 5                     | 28.20                  | 88.43      | 28.10                 | 88.58      |
| 6                     | 28.10                  | 88.65      | 28.20                 | 88.60      |
| 7                     | 28.20                  | 88.64      | 28.20                 | 88.64      |
| 8                     | 28.20                  | 88.45      | 28.10                 | 88.75      |
| 9                     | 28.20                  | 88.29      | 28.20                 | 88.49      |
| 10                    | 28.20                  | 88.20      | 28.20                 | 88.48      |
| Mean                  |                        | 88.501     | Mean                  | 88.539     |
| SD                    |                        | 0.1632     | SD                    | 0.1471     |
| %RSD                  |                        | 0.1845     | %RSD                  | 0.1661     |
| Predicted Horwitz RSD |                        | 1.8230     | Predicted Horwitz RSD | 1.8221     |
| HORRAT                |                        | 0.1012     | HORRAT                | 0.0912     |

6. accuracy ความถูกต้องของวิธีทดสอบหาในรูปของ %recovery

ตารางที่ 11 % recovery สำหรับ atrazine 80%

| n | AI content(mg/25ml) |       |       |                  |       |       |                  |       |       |
|---|---------------------|-------|-------|------------------|-------|-------|------------------|-------|-------|
|   | Conc.(0.5 mg/ml)    |       |       | Conc.(1.0 mg/ml) |       |       | Conc.(1.5 mg/ml) |       |       |
|   | Origin              | Spike | Added | Origin           | Spike | Added | Origin           | Spike | Added |
| 1 | 10.11               | 24.30 | 13.83 | 10.23            | 37.24 | 27.16 | 10.20            | 62.30 | 51.77 |
| 2 | 10.23               | 24.36 | 13.83 | 10.30            | 36.14 | 27.16 | 10.30            | 62.29 | 51.77 |
| 3 | 10.22               | 24.28 | 13.83 | 10.35            | 37.34 | 27.16 | 10.22            | 62.24 | 51.77 |
| 4 | 10.33               | 24.26 | 13.83 | 10.40            | 37.26 | 27.16 | 10.34            | 61.17 | 51.77 |
| 5 | 10.17               | 24.26 | 13.83 | 10.29            | 37.34 | 27.16 | 10.23            | 62.21 | 51.77 |
| 6 | 10.30               | 24.30 | 13.83 | 10.30            | 36.27 | 27.16 | 10.38            | 62.18 | 51.77 |
| 7 | 10.34               | 24.38 | 13.83 | 10.39            | 37.23 | 27.16 | 10.23            | 62.40 | 51.77 |
| 8 | 10.39               | 23.22 | 13.83 | 10.48            | 37.21 | 27.16 | 10.33            | 62.29 | 51.77 |

|           |        |         |         |           |         |       |        |           |       |      |
|-----------|--------|---------|---------|-----------|---------|-------|--------|-----------|-------|------|
| 9         | 10.38  | 24.31   | 13.83   | 10.26     | 37.34   | 27.16 | 10.40  | 61.24     | 51.77 |      |
| 10        | 10.34  | 23.40   | 13.83   | 10.37     | 37.24   | 27.16 | 10.22  | 62.18     | 51.77 |      |
| Mean      | 10.28  | 24.1070 | 13.8260 | 10.34     | 37.4994 | 27.16 | 10.29  | 62.05     | 51.77 |      |
| SD        | 0.0890 | 0.4022  |         | 0.0713    | 0.4513  |       | 0.0702 | 0.4273    |       |      |
| %RSD      | 0.8661 | 1.6684  |         | 0.6896    | 1.2035  |       | 0.6823 | 0.6887    |       |      |
| %recovery |        |         | 98.2    | %recovery |         |       | 100.3  | %recovery |       | 99.4 |

ตารางที่ 12 % recovery สำหรับ atrazine 90%

| n         | AI content(mg/25ml) |        |       |                  |        |       |                  |           |       |      |
|-----------|---------------------|--------|-------|------------------|--------|-------|------------------|-----------|-------|------|
|           | Conc.(0.5 mg/ml)    |        |       | Conc.(1.0 mg/ml) |        |       | Conc.(1.5 mg/ml) |           |       |      |
|           | Origin              | Spike  | Added | Origin           | Spike  | Added | Origin           | Spike     | Added |      |
| 1         | 10.20               | 24.26  | 13.86 | 10.27            | 37.24  | 27.22 | 10.22            | 62.23     | 51.81 |      |
| 2         | 10.30               | 24.20  | 13.86 | 10.23            | 36.20  | 27.22 | 10.29            | 62.30     | 51.81 |      |
| 3         | 10.22               | 24.32  | 13.86 | 10.33            | 37.40  | 27.22 | 10.33            | 62.40     | 51.81 |      |
| 4         | 10.20               | 24.24  | 13.86 | 10.37            | 37.60  | 27.22 | 10.45            | 61.37     | 51.81 |      |
| 5         | 10.21               | 24.30  | 13.86 | 10.22            | 37.52  | 27.22 | 10.40            | 62.42     | 51.81 |      |
| 6         | 10.33               | 24.30  | 13.86 | 10.12            | 36.72  | 27.22 | 10.42            | 62.38     | 51.81 |      |
| 7         | 10.23               | 24.28  | 13.86 | 10.33            | 37.32  | 27.22 | 10.30            | 62.39     | 51.81 |      |
| 8         | 10.30               | 24.29  | 13.86 | 10.33            | 37.31  | 27.22 | 10.48            | 62.19     | 51.81 |      |
| 9         | 10.22               | 24.30  | 13.86 | 10.22            | 37.24  | 27.22 | 10.20            | 61.26     | 51.81 |      |
| 10        | 10.30               | 24.27  | 13.86 | 10.33            | 37.40  | 27.22 | 10.12            | 62.38     | 51.81 |      |
| Mean      | 10.42               | 24.28  | 13.86 | 10.28            | 37.50  | 27.22 | 10.32            | 62.13     | 51.81 |      |
| SD        | 0.0698              | 0.0335 |       | 0.0730           | 0.4107 |       | 0.1117           | 0.4155    |       |      |
| %RSD      | 0.6694              | 0.1381 |       | 0.7102           | 1.0951 |       | 1.0819           | 0.6688    |       |      |
| %recovery |                     |        | 98.4  | %recovery        |        |       | 100.5            | %recovery |       | 99.5 |

## 9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ/คำแนะนำ

วิธีการวิเคราะห์ atrazine สูตร 80 WG และ 90 % WP โดยเครื่องมือที่ผ่านการสอบเทียบที่พร้อมใช้งาน และใช้สารมาตรฐาน สารตัวอย่างและสารเคมีที่มีคุณภาพ ศึกษาวิธีการวิเคราะห์ให้ได้สถานะที่เหมาะสมในการตรวจวิเคราะห์ โดยใช้เทคนิค Gas Chromatography ที่มีหัวตรวจวัด (detector) ชนิด flame ionization detector ด้วย Ultra 1 capillary column (25 m x 320  $\mu$ m x 0.17  $\mu$ m)ซึ่งมีสถานะการใช้งาน oven temperature, injection temperature, detector temperature เท่ากับ 250, 260 และ 260  $^{\circ}$ C ตามลำดับ split ratio 50 : 1 Helium 2.0 ml/min, injection volume 1 $\mu$ l ศึกษาความใช้ได้ของวิธีการโดยศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสม หา range , linearity, precision , accuracy , robustness , ruggedness ,selectivity และ specificity การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ให้ค่า range ที่เป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.10- 3.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99994 และค่า linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.5 – 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99997

สำหรับการตรวจสอบความเที่ยง (precision) โดยการซ้ำซ้ำ repeatability ของวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ atrazine ในผลิตภัณฑ์สารกำจัดวัชพืช ได้ค่า HORRAT ที่ความเข้มข้น 0.5 , 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร เป็น 0.4414, 0.2083 และ 0.2249 ตามลำดับสำหรับ atrazine 80% และ 0.5215, 0.1921 และ 0.2050 ตามลำดับสำหรับ atrazine 90%

การตรวจวิเคราะห์ซ้ำ คือ ต่างวัน และเวลา (reproducibility) ได้ค่า HORRAT ที่ความเข้มข้น 0.5 , 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร เป็น 0.3569, 0.4671 และ 0.2884 ตามลำดับสำหรับ atrazine 80% และ 0.4935, 0.8572 และ 0.6423 ตามลำดับสำหรับ atrazine 90%

การตรวจสอบความแม่นยำ (accuracy) ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ atrazine ในผลิตภัณฑ์สารกำจัดวัชพืช พบว่าได้ค่า % recovery ที่ความเข้มข้น 0.5 , 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร เป็น 98.2, 100.3 และ 99.4 % ตามลำดับสำหรับ atrazine 80% และ 98.4 ,100.5 และ 99.5 % ตามลำดับสำหรับ atrazine 90%

การตรวจค่า robustness ของวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ของ atrazine โดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์โดยมีการเปลี่ยนคอลัมน์ในการวิเคราะห์

atrazine 80% ได้ค่า HORRAT ของ Column HP-5 = 0.0512

HORRAT ของ Column Ultra 1 = 0.0627

atrazine 90% ได้ค่า HORRAT ของ Column HP-5 = 0.0988

HORRAT ของ Column Ultra 1 = 0.1217

ค่า ruggedness โดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์จากผู้วิเคราะห์ 2 คน

atrazine 80% ได้ค่า HORRAT ของ ผู้วิเคราะห์คนที่ 1 = 0.0584

HORRAT ของ ผู้วิเคราะห์คนที่ 2 = 0.0461

atrazine 90% ได้ค่า HORRAT ของ ผู้วิเคราะห์คนที่ 1 = 0.1012

HORRAT ของ ผู้วิเคราะห์คนที่ 2 = 0.0912

เกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐาน AOAC ค่า HORRAT  $\leq$  2

selectivity และ specificity มีความเฉพาะเจาะจงและสามารถแยกจากสารชนิดอื่นอย่างชัดเจน ดังนั้นการตรวจวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ atrazine ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร โดยวิธีนี้มีความถูกต้องแม่นยำและมีความน่าเชื่อถือตามเกณฑ์สากล

## 10.การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. สามารถนำวิธีที่ได้รับการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี นำมาใช้เพื่อเป็นมาตรฐานของห้องปฏิบัติการสำหรับนำไปวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารกำจัดวัชพืช atrazine ได้
2. เป็นการทดสอบความสามารถของปฏิบัติการ ทั้งทางด้านบุคลากร อุปกรณ์และเครื่องมือต่างๆ ว่าสามารถใช้งานเพื่อเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานสากล

3. นำข้อมูลที่ได้ไปใช้ในการขอการรับรองห้องปฏิบัติการ ISO/IEC 17025:2005 ในขอบข่ายสารออกฤทธิ์ atrazine ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร

## 11. คำขอบคุณ -

## 12. เอกสารอ้างอิง

กนกพร อธิสุข และ ทิพวรรณ นิ่งน้อย (2547). Method Validation, เอกสารประกอบการฝึกอบรม กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์.

ดุขฎิ มั่นความดี และ อุมาพร สุขม่วง (2544). การพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีทดสอบทางเคมี (Chemical Method Validation), เอกสารประกอบการฝึกอบรม. กรมวิทยาศาสตร์บริการ

Instruction manual ของ Agilent Technologies, คู่มือการใช้งาน GC รุ่น GC 6890 (Version B.02.01:November 2006).

W DOBRAT and A MARTIJN., 2009. Analysis of Technical and Formulated Pesticides CIPAC Handbook Volume H Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited, Great Britain,p. 34-37.



## ภาคผนวก

### นิยาม

1. Range หมายถึง ช่วงปริมาณของสารที่ใช้ทดสอบ ซึ่งวิธีทดสอบสามารถวิเคราะห์ได้
2. Linearity หมายถึง ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของสารที่วิธีทดสอบสามารถวิเคราะห์ได้ กับ สัญญาณที่ตรวจวัดได้ (Response) มีความสัมพันธ์กันเป็นเส้นตรง
3. Accuracy หมายถึง ความใกล้เคียงกันระหว่างผลการวิเคราะห์จากการใช้วิธีที่ใช้ทดสอบนั้น กับค่าอ้างอิงจากตัวอย่างเดียวกัน แสดงผลในรูปของ %Recovery
4. Precision หมายถึง ความใกล้เคียงกันระหว่างข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ซ้ำ แสดงผลในรูปของ %RSD และ ค่า HORRAT จะอธิบายในรูปของการทำ Repeatability และ Reproducibility
5. Repeatability หมายถึง ผลที่ได้จากการทำซ้ำจากห้องปฏิบัติการเดียวกัน ผู้ทดลองเดียวกัน เครื่องมือเดียวกันภายในระยะเวลาที่ใกล้เคียงกัน
6. Reproducibility หมายถึง ผลการทดสอบที่ได้จากการทำซ้ำโดยห้องปฏิบัติการเดียวกัน หรือ ผู้ทดสอบ หรือเครื่องมือ หรือระยะเวลาแตกต่างกัน
7. Robustness หมายถึง คุณสมบัติที่แสดงว่ามีความคงทนต่อการเปลี่ยนแปลงสภาวะของการทดสอบ เช่น อุณหภูมิ pH เวลาที่ใช้ เป็นต้น
8. Ruggedness หมายถึง คุณสมบัติ ของ Reproducibility ของการทดสอบ ภายใต้สภาวะการทดสอบปกติ เช่น เปลี่ยนผู้ทดสอบ เปลี่ยนวันทดสอบ เป็นต้น แต่ผลการทดสอบยังคงเดิม
9. Specificity หมายถึง การที่วิธีวิเคราะห์มีความจำเพาะกับสารที่ต้องการตรวจวัดเท่านั้น สารชนิดอื่นๆ ไม่มีผลรบกวนการตรวจวัด

10. Selectivity หมายถึง ความสามารถของวิธีทดสอบ ที่สามารถแยกสิ่งที่ต้องการออกจาก  
สิ่งเจือปนอื่นได้