

รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2561

1. แผนงานวิจัย วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปัจจัยการผลิตทางการเกษตรตามมาตรฐานสากล
2. โครงการวิจัย วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช
กิจกรรม พัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างเพื่อเพิ่มความสามารถของห้องปฏิบัติการ
3. การทดลองที่ 1.17 การพัฒนาวิธีและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในมะเขือเทศ ส้ม
และคะน้า ด้วยวิธี Ethyl Acetate Method โดยใช้การวัดด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี-แทน
เดมแมสสเปกโตรกราฟี (Gas Chromatography with Tandem Mass Spectrometric
Detection)

ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) :

Application and validation of ethyl acetate method for determination of pesticide and
metabolites residues in tomato orange and kale by GC-MS/MS

4. คณะผู้ดำเนินงาน

หัวหน้าการทดลอง นางสาวลักขมี เตชานุรักษ์นุกูล กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
ผู้ร่วมงาน นางสาวมัลลิกา ทองเขียว กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
นางสาวศศิมา มั่งนิมิตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

5. บทคัดย่อ

ตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์แบบรวม (multi-residue method) สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช
กลุ่มไพรีทรอยด์ ออร์กาโนฟอสฟอรัส ออร์กาโนไนโตรเจน ออร์กาโนคลอรีน และ สารป้องกันกำจัดวัชพืชกลุ่ม
Herbicide Methyl Ester จำนวน 162 ชนิดในผักและผลไม้ โดยใช้ คะน้า มะเขือเทศ และส้มเป็นพืชตัวแทนด้วย
วิธี ethyl acetate method (EURL-FV,2010) ของหน่วยงาน the National Food Administration (NFA)
ประเทศ Sweden ทำการสกัดโดยชั่งตัวอย่าง น้ำหนัก 10 ± 0.1 กรัม ลงใน Centrifuge tube ขนาด 50
มิลลิลิตร เติม Ethyl Acetate ปริมาตร 20 ± 0.1 มิลลิลิตร เติม NaHCO_3 จำนวน 3 กรัม และ Na_2SO_4 จำนวน
10 กรัม แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารตกค้างของสารป้องกันกำจัดศัตรูด้วยเครื่องโครมาโทกราฟี-
แมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS/MS) triple quadrupole, multiple reaction monitoring (MRM) ทำการ
ทดลองที่ระดับความเข้มข้นของวัตถุพิษ 4 ระดับ คือ 0.01, 0.02, 0.04 และ 0.1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ระดับ
ความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ โดยใช้ matrix-matched standards เพื่อลดปัญหาสารรบกวนในตัวอย่าง (matrix

effects) ผลการตรวจสอบความถูกต้องของวิธีโดยมีความแม่นยำ (accuracy) %recovery ในช่วง 70-120% และความเที่ยง (precision) ที่ประเมินด้วย % RSD และ HORRAT มีค่า 0.67-19.90% และ 0.04-1.60 ตามลำดับ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ ช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity of working range) ระหว่าง 0.01-2.0 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม โดยมีความสัมพันธ์ค่า correlation coefficients $R \geq 0.995$ ค่าความเข้มข้นต่ำสุดของสารในตัวอย่างที่สามารถตรวจพบได้โดยมีความแม่นยำและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ (Limit of quantitation, LOQ) เท่ากับ 0.01-0.02 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และค่าความเข้มข้นต่ำสุดของสารในตัวอย่างที่สามารถตรวจพบได้ (Limit of detection, LOD) เท่ากับ 0.005-0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ดังนั้นวิธีนี้จึงมีประสิทธิภาพสะดวกรวดเร็ว และเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารตกค้างของสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช 162 ชนิดในพืชกลุ่มผักใบ กลุ่มตระกูลแตงและมะเขือ และผลไม้ตระกูลส้ม ที่ทำเป็นงานประจำและต้องการผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็ว ถูกต้อง แม่นยำด้วยเทคนิค GC-MS/MS

ABSTRACT

A multi-residue method for the identification and quantification of 162 pesticide and metabolite pesticide residues (insecticides, fungicide and herbicides) in three representatives fruit and vegetables (kale, tomato and orange) using the National Food Administration (NFA), Sweden ethyl acetate extraction of 10 g sample with 20 mL ethyl acetate with 3g NaHCO₃ + 10g Na₂SO₄ and determination by using GC-MS/MS triple quadrupole, multiple reaction monitoring (MRM), has been fully validated. The validation was performed on 5 fortifications at spike level 0.01, 0.02, 0.04 and 0.1 mg/kg and were determined by matrix-matched standards to decrease matrix effects in the quantification of pesticide residues. The average recovery values were in the range 70-120%. The relative standard deviation (RSD%) and HORRAT were between 0.67-19.90% and 0.04-1.60 for all analytes. Linearity of working range was determined by the analysis of each of the analysts at 0.01- 0.1 µg/ml. The calibration curves were best fitted to a linear curve, with determination correlation coefficients $R \geq 0.995$. The average limit of quantitation (LOQs) were in range of 0.01-0.02 mg/kg and Limit of Detection (LODs) were 0.005-0.01 mg/kg. The aim of this study was to validate method for routine analysis with simple, rapid, accurate, sensitive and highly efficient for analysis of pesticide residues in fruit and vegetables by GC-MS/MS.

Key words : pyrethroid, organophosphorus, organochlorine, organonitrogen, herbicide, multi-residue, method validation, gas chromatograph (GC), mass spectrometer (MS)

6. คำนำ

การตรวจวิเคราะห์สินค้าเกษตรในยุคปัจจุบันหลายๆกรณี ต้องอาศัยผลการวัดจากห้องปฏิบัติการเป็นข้อมูลประกอบการตัดสินใจในการเฝ้าระวังและควบคุมคุณภาพผลผลิต รวมถึงการใช้มาตรการสุขอนามัยในเวทีทางการค้าในตลาดโลก ดังนั้นการตรวจวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการที่จะให้ผลถูกต้องและเป็นที่น่าเชื่อถือ นั้น วิธีการตรวจวิเคราะห์ที่นำมาใช้ต้องมีการทดสอบความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ (method validation) เพื่อแสดงให้เห็นว่าวิธีทดสอบนั้นมีความถูกต้อง แม่นยำ น่าเชื่อถือ และเหมาะสมตามวัตถุประสงค์ของการทำงาน(ทิพวรรณ, 2549) ในปัจจุบันประเทศต่างๆโดยเฉพาะในกลุ่มสหภาพยุโรปและอีกหลายประเทศในแถบเอเชีย ได้มีการออกกฎระเบียบมาตรฐานการควบคุมสารเคมีตกค้างในผลิตผลการเกษตรและปรับเปลี่ยนข้อกำหนดที่เข้มงวดขึ้นเพื่อให้สามารถควบคุมการใช้สารเคมีได้อย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้นปลอดภัยต่อผู้บริโภค จึงมีการปรับลดค่าสารเคมีตกค้างสูงสุด(MRL) ของสารเคมีกำจัดศัตรูพืชบางชนิดที่ตกค้างในอาหารในระดับที่ต่ำมาก ดังนั้นการตรวจวิเคราะห์สารตกค้างในระดับที่ต่ำจำเป็นต้องใช้เทคนิคและเครื่องมือที่มีประสิทธิภาพและความไวในการตรวจวัดสูง เทคนิคการตรวจวิเคราะห์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีโดยใช้เครื่องตรวจวัดชนิด FPD และ μ ECD แบบดั้งเดิมมีข้อจำกัดในการพิสูจน์ยืนยันถึงชนิดของสาร ตรวจวิเคราะห์สารได้น้อยชนิด อีกทั้งการวิธีตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชในขั้นตอนการสกัดบางวิธีใช้เวลานานในการสกัดสาร และใช้อุปกรณ์ สารเคมี เครื่องแก้วจำนวนมาก สารเคมีบางชนิดเป็นสารอันตรายที่อาจก่อให้เกิดมะเร็งแก่ผู้ปฏิบัติงานด้านวิเคราะห์ จึงได้มีการพัฒนาวิธีวิเคราะห์ให้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้นทันต่อการเปลี่ยนแปลงเทคโนโลยีของโลกในปัจจุบัน โดยการพัฒนาปรับเปลี่ยนเทคนิคการวิเคราะห์ที่ใช้สารเคมีที่เป็นอันตรายและใช้ปริมาณมากๆ ให้ใช้สารเคมีน้อยลงลดขั้นตอนการวิเคราะห์ เพื่อเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพ วิเคราะห์ได้สะดวกรวดเร็วและแม่นยำ ประหยัดเวลา ลดต้นทุนในการใช้สารเคมีและรักษาสิ่งแวดล้อม รวมทั้งใช้เครื่องมือที่มีประสิทธิภาพทันสมัยและความไวในการตรวจวัดสูง ได้แก่ GC-MS/MS และ LC-MS/MS ซึ่งเป็นเทคนิคทางโครมาโทกราฟีร่วมกับแมสสเปกโตรเมตรีที่มีความแม่นยำสูงสามารถตรวจวิเคราะห์ได้ในระดับที่ต่ำ หนึ่งส่วนในร้อยล้านส่วน (part per billion : ppb) ตรวจวิเคราะห์ได้หลายกลุ่มสารทั้งในเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ รวมถึงโครงสร้างทางเคมีและบ่งชี้ชนิดขององค์ประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้อย่างถูกต้องสามารถยืนยันผลได้ด้วยตัวเอง

วิธี Ethyl acetate method (EURL-FV,2010) หรือ SweEt method เป็นวิธีการตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชแบบรวมในผักและผลไม้ที่มีประสิทธิภาพพัฒนาขึ้น โดย Dr. Tuija Pihlström และคณะ เน้นการลดการใช้สารเคมีในการสกัดให้ใช้น้อยที่สุด และเลือกสารเคมีที่มีผลกระทบต่อผู้วิเคราะห์และสิ่งแวดล้อม ในปัจจุบันได้ใช้เป็นวิธีมาตรฐานของหน่วยงาน the National Food Administration (NFA) ประเทศสวีเดน (Tuija Pihlström, et al., 2007) และอีกหลายประเทศ ข้อดีของสารละลาย ethyl acetate เป็นสารสกัดที่สามารถนำไปตรวจวิเคราะห์เครื่อง GC-MS/MS ได้โดยไม่ต้องเสียเวลาในการลดปริมาตรเพื่อเปลี่ยนชนิด

สารละลาย ทำให้ประหยัดเวลาและค่าใช้จ่าย มีความเป็น polar น้อย (P. Parrilla Vazquez, et al., 2016) ราคาถูกกว่าและมีความเป็นพิษต่อผู้วิเคราะห์รวมถึงสิ่งแวดล้อมน้อยกว่าเมื่อเทียบกับสารเคมีชนิดอื่น เช่น acetonitrile

วิธีการตรวจวิเคราะห์ทางเคมีควรเลือกใช้วิธีที่เป็นมาตรฐาน หากมีการปรับวิธีการ หรือคิดค้นเอง เปลี่ยนเครื่องมือ จำเป็นต้องนำวิธีการนั้นมาทดสอบเพื่อพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (method validation) ตาม parameter ที่กำหนด เมื่อผ่านเกณฑ์ยอมรับตาม parameter ที่กำหนดแล้วจึงสามารถนำวิธีวิเคราะห์นั้นมาใช้ได้ เนื่องจากห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง กรมวิชาการเกษตร จำเป็นต้องติดตามและเตรียมความพร้อมที่จะต้องตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้างในผลผลิตทางการเกษตรให้ได้ตามกฎเกณฑ์มาตรฐาน เพื่อเป็นการเฝ้าระวังและติดตามตรวจสอบคุณภาพสินค้าเกษตรที่มีประสิทธิภาพเทียบเท่ามาตรฐานสากล ดังนั้นจึงต้องพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีการสกัด วิเคราะห์ การสร้างสภาวะและวิธีการวิเคราะห์ประมวลผลของเครื่อง GC-MS/MS เพื่อนำมาใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชกลุ่มไพรีทรอยด์ กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส กลุ่มออร์กาโนไนโตรเจน กลุ่มออร์กาโนคลอรีน และสารป้องกันกำจัดวัชพืชกลุ่ม Herbicide Methyl Ester ด้วย GC-MS/MS ที่เป็นวิธีวิเคราะห์แบบ multi-residues method โดยการคัดเลือกพืชตัวแทนในกลุ่มพืช 3 ชนิดตามเกณฑ์ กำหนด SANTE/11945/2015 ได้แก่ คะน้า พืชกลุ่มผักใบ (high chlorophyll and high water content) มะเขือเทศ กลุ่มพืชตระกูลแตงและมะเขือ (high water content) และส้ม ผลไม้ตระกูลส้ม (high acid content and high water content) เพื่อให้ได้วิธีการตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชและอนุพันธ์ มากมายหลายชนิดได้ในคราวเดียวกัน ตามมาตรฐานระบบ ISO/IEC 17025:2017 เพื่อแสดงถึงความมั่นใจได้ว่า ผลการทดสอบที่ได้นั้น ถูกต้อง แม่นยำ เชื่อถือได้ทั้งในประเทศและระดับสากล สามารถใช้เป็นวิธีวิเคราะห์สำหรับ งานประจำในห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐและเอกชนในควบคุมคุณภาพและมาตรฐานสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ตกค้างในผักและผลไม้

7. วิธีดำเนินการ

1.สารเคมีและสารมาตรฐาน

1.1 สารเคมี ได้แก่ Ethyl acetate (URA grade) , Sodium hydrogen carbonate(NaHCO_3), Sodium sulfate (Na_2SO_4) (anhydrous, granular)

1.2 สารมาตรฐาน 162 ชนิด ดังนี้

1.2.1 สารกลุ่ม Pyrethroids จำนวน 26 ชนิด ได้แก่ Acrinathrin¹ Allethrin² Bifenthrin³ Bioresmethrin (Resmethrin-trans)⁴ Cyfluthrin I⁵ Cyfluthrin II⁶ Cyfluthrin III⁷ Cyfluthrin IV⁸ Cyhalothrin (lambda)⁹ Cypermethrin I (Zeta)¹⁰ Cypermethrin II¹¹ Cypermethrin III (Beta)¹²

Cypermethrin IV¹³ Cyprodinil¹⁴ Deltamethrin¹⁵ Fenvalerate I¹⁶ Fenvalerate II¹⁷ Flucythrinate I¹⁸ Flucythrinate II¹⁹ Permethrin I²⁰ Permethrin II²¹ Phenothrin II²² Resmethrin-cis (Cismethrin)²³ Tefluthrin, cis-²⁴ Tetramethrin II²⁵ Transfluthrin²⁶

1.2.2 สารกลุ่ม Organophosphorus จำนวน 41 ชนิด ได้แก่ Azinphos-ethyl¹ Azinphos-methyl² Bromfenvinfos³ Bromfenvinfos-(Z)⁴ Bromophos-ethyl⁵ Chlorpyrifos⁶ Chlorpyrifos-methyl⁷ Chlorthiophos⁸ Coumaphos⁹ Diazinon¹⁰ Edifenphos¹¹ EPN¹² Ethion¹³ Fenitrothion¹⁴ Fenthion¹⁵ Fonofos¹⁶ Iodofenphos (Jodfenphos)¹⁷ Isazofos (Miral, Isazophos)¹⁸ Leptophos¹⁹ Malathion²⁰ Methacrifos²¹ Mevinphos²² Parathion²³ Parathion-methyl²⁴ Phorate²⁵ Phosalone²⁶ Phosmet²⁷ Piperonyl butoxide²⁸ Pirimiphos-ethyl²⁹ Pirimiphos-methyl³⁰ Profenofos³¹ Prothiofos³² Pyraclofos³³ Pyrazophos³⁴ Pyridaphenthion³⁵ Ronnel (Fenchlorphos)³⁶ Sulfotep³⁷ Sulprofos³⁸ Terbufos³⁹ Tolclofos-methyl⁴⁰ Triazophos⁴¹

1.2.3 สารกลุ่ม Organonitrogen จำนวน 59 ชนิด ได้แก่ Acetochlor¹ Alachlor² Allidochlor³ Atrazine⁴ Biphenyl⁵ Bupirimate⁶ Carbophenothion⁷ Chlorfenapyr⁸ Clomazone⁹ Cycloate¹⁰ DCPA (Dacthal, Chlorthal-dimethyl)¹¹ Diallylate I¹² Dichlofluanid¹³ Dichlorobenzonitrile, 2,6-(Dichlobenil)¹⁴ Dimethachlor¹⁵ Diphenamid¹⁶ Diphenylamine¹⁷ Ethalfluralin¹⁸ Etofenprox (Ethofenprox)¹⁹ Fenarimol²⁰ Fluchloralin²¹ Fludioxonil²² Fluquinconazole²³ Flutolanil²⁴ Flutriafol²⁵ Hexazinone²⁶ Iprodione²⁷ Isopropalin²⁸ Metazachlor²⁹ Metolachlor³⁰ MGK-264 (zengxiaolan)³¹ Nitrofen³² Oxadiazon³³ Oxyfluorfen³⁴ Pebulate³⁵ Penconazole³⁶ Pendimethalin (Penoxaline)³⁷ Pentachloroaniline³⁸ Pretilachlor³⁹ Prodiamine⁴⁰ Profluralin⁴¹ Pronamide (Propyzamide)⁴² Propachlor⁴³ Propisochlor⁴⁴ Pyridaben⁴⁵ Pyrimethanil⁴⁶ Pyriproxyfen⁴⁷ Tebuconazole⁴⁸ Tebufenpyrad⁴⁹ Tecnazene (TCNB)⁵⁰ Terbutylazine⁵¹ Tetrahydrophthalimide, cis-1,2,3,6-⁵² Tolyfluanid⁵³ Triadimefon⁵⁴ Triadimenol⁵⁵ Triallate⁵⁶ Triflumizole⁵⁷ Trifluralin⁵⁸ Vinclozolin⁵⁹

1.2.4 สารกลุ่ม Organochlorine จำนวน 29 ชนิด ได้แก่ Aldrin¹ BHC-alpha (benzene hexachloride)² BHC-delta³ Chlorbenside⁴ Chlordane-cis (alpha)⁵ Chlordane-trans (gamma)⁶ Chlorfenvinfos⁷ Chloroneb⁸ DDD-o,p⁹ DDD-p,p¹⁰ DDE-o,p¹¹ DDE-p,p¹² DDT-o,p¹³ Dieldrin¹⁴ Endosulfan II (beta isomer)¹⁵ Endosulfan sulfate¹⁶ Endrin aldehyde¹⁷ Ethylan (ethyl-DDD, Perthane)¹⁸ Fenson¹⁹ Heptachlor exo-epoxide (isomer B)²⁰ Hexachlorobenzene²¹ Isodrin²² Methoxychlor olefin²³ Mirex²⁴ Nonachlor, cis-²⁵ Nonachlor, trans-²⁶ Pentachlorobenzene²⁷ Tetrachlorvinphos, E-isomer²⁸ Tetradifon²⁹

1.2.5 สารกลุ่ม Herbicide Methyl Ester จำนวน 7 ชนิด ได้แก่ Bromopropylate¹ Chlorobenzilate² Chlorpropham³ Chlozolate⁴ Fluazifop-p-butyl⁵ Metalaxyl⁶ 2-Phenylphenol⁷

2. เครื่องมือ และอุปกรณ์

เครื่องชั่ง 3 ตำแหน่ง สำหรับชั่งตัวอย่าง, เครื่องปั่นตัวอย่าง, micropipette, เครื่อง Ultrasonic bath, เครื่อง Centrifuge, เครื่อง Vertex, ตู้แช่แข็ง -20 ± 5 °C, เครื่อง GC-MS/MS Agilent Technology 7890A Series Tandem Mass: Agilent 7000B Series, Column: HP-5ms UI 15m x 0.25 mm x 0.25 μ m

3. การเตรียมตัวอย่างผักและผลไม้

3.1 กลุ่มผักใบ (Leafy vegetables) พืชตัวแทน : คะน้า

3.2 กลุ่มพืชตระกูลแตงและมะเขือ (Fruiting vegetables) พืชตัวแทน : มะเขือเทศ

3.3 ผลไม้ตระกูลส้ม (Citrus fruits) พืชตัวแทน : ส้ม (อ้างอิงการจัดกลุ่มพืช: CAC/GL 40-1993 Rev.2003.Amenment 2010: page 30/36)

ตัวอย่างผักใบ คะน้า ตัดส่วนรากทิ้ง นำมาตรวจวิเคราะห์ทั้งต้น มะเขือเทศ วิเคราะห์ทั้งผล โดยหั่นตัวอย่างเป็นชิ้นเล็กๆ ส่วนตัวอย่างผลไม้ ส้ม หั่นเป็นชิ้นเล็กๆพร้อมเปลือก แล้วปั่นให้ละเอียดด้วย เครื่องปั่นย่อย ตัวอย่าง(Food Processor) เก็บไว้ที่อุณหภูมิ -15 ± 5 °C

3. วิธีวิเคราะห์

3.1 การสกัด (extraction)

สกัดด้วยวิธี Ethyl acetate (EURL-FV,2010) โดยชั่งตัวอย่างผัก ผลไม้ (คะน้า มะเขือเทศ และส้ม) น้ำหนัก 10 ± 0.1 กรัม ลงใน Centrifuge tube ขนาด 50 มิลลิลิตร เติม Ethyl Acetate (PR) ปริมาตร 20 ± 0.1 มิลลิลิตร เติม NaHCO_3 จำนวน 3 กรัม และ Na_2SO_4 จำนวน 10 กรัม ปิดฝาให้แน่น เขย่าด้วย vortex นาน 1 นาที แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่อง Ultrasonic bath นาน 3 นาที โดยควบคุมอุณหภูมิ ≤ 35 °C จากนั้นนำไป Centrifuge ที่ความเร็วรอบ 4,000 rpm นาน 3 นาที กรองสารละลายตัวอย่างด้วย syringe filter PTFE ขนาด 0.20 ไมโครเมตร แบ่งสารละลายลงในขวดแก้วขนาด 2 มิลลิลิตรปิดฝาให้แน่น แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณด้วยเครื่อง GC-MS/MS

3.2 การตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารด้วยเครื่อง GC-MS/MS

การตรวจชนิดและปริมาณสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 162 ชนิด เครื่อง GC-MS/MS Agilent Technology 7890A Series Tandem Mass: Agilent 7000B Series มีสภาวะการทดสอบดังนี้

GC Parameter

Analytical column: HP-5ms UI 15m x 0.25 mm x 0.25 μ m Inlet: temp 280 °C Splitless
Oven initial temp: 60 °C Gas flow: 1 ml/min (Constant flow) Carrier gas: Helium
GC Injection volume: 2 μ l Post run time: 5 min Total run time: 20.75 min

MS/MS Parameter

Collision gas: Nitrogen, Solvent Delay: 3.5 min, Mode: Electron impact, Transfer
line temp: 280 °C, Source temp: 300 °C, Quadrupole temp: Q1 and Q2 = 180 °C,

MRM Mode Conditions :

MS1 resolution: Wide, MS2 resolution: Wide, Quenching gas flow N₂ at 1.5 ml/min ,
Detector Gain: 10

3.3 การทดสอบความถูกต้องวิธีวิเคราะห์ (Method validation)

3.3.1 วิเคราะห์ method blank และ matrix blank

การตรวจวิเคราะห์ solvent blank และ matrix blank เพื่อตรวจสอบสารรบกวนที่อาจมาจากสารเคมี
อุปกรณ์ หรือตัวอย่าง ที่อาจมีผลกระทบต่อวิธีการวิเคราะห์ ทั้งนี้เพื่อป้องกันความผิดพลาดในการจำแนกชนิดหรือ
คำนวณปริมาณสาร

solvent blank : สกัดโดยใช้สารเคมีทั้งหมด แต่ไม่มีตัวอย่าง ตามวิธีวิเคราะห์

matrix blank : สกัดตัวอย่างตามวิธีวิเคราะห์ โดยใช้ตัวอย่าง คهوة ส้ม และ มะเขือเทศ ที่ไม่มีการ
ตกค้างของสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ต้องการตรวจวิเคราะห์

3.3.2 การสร้างกราฟมาตรฐาน (Matrix Calibration curve)

เตรียมสารมาตรฐานสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (matrix standard) จำนวน 162 ชนิด ที่ 7 ระดับความ
เข้มข้น 0.002, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, และ 0.2 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในสารละลาย Matrix Blank แต่
ละชนิด (กาแฟ ส้ม และ มะเขือเทศ) ที่ผ่านขั้นตอนการสกัดตามวิธีการสกัดตัวอย่าง นำสารละลาย matrix
standard ไปฉีดด้วยเครื่อง GC-MS/MS สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่ใต้พีค คำนวณหาค่า
correlation of determination (R^2) \geq 0.9900 เก็บรักษาสารมาตรฐานที่อุณหภูมิ $-20 \pm 5^\circ\text{C}$

3.3.3 การทดสอบความเป็นเส้นตรงและช่วงการวิเคราะห์ (Linearity and working range)

การพิสูจน์ความเป็นเส้นตรงของช่วงการใช้งาน เติมสารมาตรฐานลงในตัวอย่าง (fortified sample) ที่ 4 ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.04, และ 0.1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ระดับละไม่น้อยกว่า 3 ซ้ำ สร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นสารมาตรฐานที่ตรวจพบ (แกนX) กับพื้นที่ใต้พีคของสารที่ตรวจพบ (แกนY) พิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง จากค่า Coefficient of Determination (R^2) ≥ 0.9900 หรือ ค่า Correlation coefficient (r) ≥ 0.995

3.3.4 การหาค่า Limit of detection (LOD)

ความเข้มข้นหรือปริมาณต่ำสุดของสารที่ตรวจวิเคราะห์ในตัวอย่างที่วิธีทดสอบสามารถตรวจวิเคราะห์ได้โดยไม่ต้องพิสูจน์ accuracy และ precision ทดสอบโดยการฉีดสารมาตรฐานความเข้มข้นที่ระดับต่ำสุด โดยค่าสัญญาณการวัดต้องมีค่า signal to noise ratio (S/N) ≥ 3

3.3.5 การทดสอบความแม่นยำและความเที่ยง (Accuracy and precision)

การทดสอบความแม่นยำ (Accuracy)

โดยหาเปอร์เซ็นต์ของการตรวจวิเคราะห์กลับคืน (%recovery) ของสารมาตรฐานสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่เติมลงในตัวอย่าง (fortified sample) ทำการทดสอบที่ความเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.04 และ 0.1 mg/kg ความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ

คำนวณปริมาณเทียบกับ สารมาตรฐาน แล้วคำนวณ %Recovery, %RSD โดยประเมินผลการทดสอบความถูกต้องของวิธีตามเกณฑ์กำหนดดังนี้ ความแม่นยำ (accuracy) กำหนดเกณฑ์ยอมรับ โดยค่าเฉลี่ย %Recovery ในช่วงร้อยละ 70-120% (Codex, 1993)

การทดสอบความเที่ยง (Precision)

เป็นการวัดความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์ โดยนำผลการวิเคราะห์ accuracy มาหา relative standard deviation (%RSD) และค่า HORRAT โดย HORRAT หรือ Horwitz ratio คือ อัตราส่วนระหว่างค่า %RSD ที่ได้จากการทดลองกับ Predicted Horwitz RSD ของ repeatability) ซึ่ง Predicted Horwitz RSD มีสูตรคำนวณ (Food Standard Agency, 2004) ดังนี้

$$\begin{aligned} \text{HORRAT (Horwitz ratio)} &= \frac{\%RSD \text{ จากการทดลอง}}{\text{Predicted Horwitz RSD}} && \text{สมการที่ 1} \\ \text{Predicted Horwitz RSD} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)} && \text{สมการที่ 2} \\ \text{RSD}_r (\%) &= 0.66 \times 2 \times C^{-0.1505} && \text{สมการที่ 3} \\ C &= \text{อัตราส่วนความเข้มข้นของสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชในตัวอย่างที่เติมในการ} \\ & \quad \text{ตรวจวิเคราะห์} \end{aligned}$$

(เช่น 0.1 mg/kg, $C = 0.1 \times 10^{-6}$)

กำหนดเกณฑ์ยอมรับโดยใช้ HORRAT (Horwitz ratio) มีค่า ≤ 2 (Codex, EU) และ

%RSD มีค่า ≤ 20 (European Commission SANTE/11945/2015)

3.5.6 การหาค่า Limit of Quantitation (LOQ)

ความเข้มข้นหรือปริมาณต่ำสุดของสารที่ต้องการตรวจวัดในตัวอย่างที่วิธีทดสอบสามารถตรวจวิเคราะห์ และรายงานผลได้อย่างถูกต้อง โดยผลการทดสอบเป็นไปตาม accuracy และ precision ที่กำหนด

ทดสอบโดยการเติมสารมาตรฐานลงในตัวอย่าง (blank sample) ค่ะน้ำ มะเขือเทศ และส้ม (fortified sample) ที่ 4 ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.04, และ 0.1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม วิเคราะห์ตามวิธีทดสอบ 5 ซ้ำ คำนวณปริมาณเทียบกับสารมาตรฐาน แล้วคำนวณ %Recovery, %RSD และ HORRAT

ระยะเวลาและสถานที่ ตุลาคม 2559 – กันยายน 2561

ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร

กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

จากการศึกษาการตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 162 ชนิด ในผักและผลไม้ที่ใช้เป็นตัวแทน คือ ค่ะน้ำ ส้ม และ มะเขือเทศ ด้วยเครื่อง GC-MS/MS พบว่าช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบ (Linearity and working range of method) ใน ค่ะน้ำ ส้ม และ มะเขือเทศ ที่ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-MS/MS เท่ากับ 0.01-0.1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร โดยพิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity of method) มีค่า Coefficient of Determination (R^2) ในช่วง 0.9906 – 1.000 หรือ ค่า Correlation coefficient (r) ในช่วง 0.9953-0.1000 ผลการทดสอบความเข้มข้นหรือปริมาณต่ำสุดของสาร 162 ชนิด ที่ตรวจวิเคราะห์ในตัวอย่างที่วิธีทดสอบสามารถตรวจวิเคราะห์ได้ (LOD) มีค่าเท่ากับ 0.005 – 0.01 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ขึ้นอยู่กับชนิดสารที่ทำการทดสอบ และค่า LOQ มีค่าเท่ากับ 0.01-0.02 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

จากการวิเคราะห์ ค่ะน้ำ ส้ม และ มะเขือเทศที่เติมสารมาตรฐาน 162 ชนิด จำนวน 5 ซ้ำ สามารถตรวจวิเคราะห์สาร 112 ชนิด ผลการทดสอบความเป็นเส้นตรงและช่วงการวิเคราะห์ของวิธีทดสอบ (Linearity and working range of method) พบว่ามีความเป็นเส้นตรงและช่วงของการวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้น 0.01-0.10 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ได้กราฟเป็นเส้นตรงมีค่า Coefficient of Determination (R^2) ในช่วง 0.9934–1.0000 (r ในช่วง 0.9967 – 1.0000) และเมื่อทำการวิเคราะห์ method blank และ matrix blank ไม่พบ peak ของสารรบกวน

เมื่อทดสอบความแม่นยำและความเที่ยงของวิธีโดยการวิเคราะห์ในตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐาน (fortified sample) เติมสารมาตรฐานในตัวอย่างที่ระดับ ได้แก่ ที่ความเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.04 และ 0.1 มิลลิกรัม ต่อกิโลกรัม ตามลำดับ พบว่า LOD มีค่าเท่ากับ 0.005 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ความแม่นยำที่ประเมิน จาก% recovery เฉลี่ยที่ระดับ LOQ 0.01 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร อยู่ในช่วง 71-120 % และความเที่ยง (precision) ที่ประเมินด้วย % RSD

และ HORRAT ดังสมการที่ 1 2 และ 3 จะอยู่ในช่วง 0.67–17.09 และ 0.04–1.03 ตามลำดับ สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 5 กลุ่ม รวม 113 ชนิดสาร ดังนี้ (ตารางที่ 1และ2)

กลุ่ม Pyrethroid 5 ชนิด ได้แก่ Allethrin¹ Bifenthrin² Deltamethrin³ Tefluthrin, cis-³ Transfluthrin⁵

กลุ่ม oranophosphorus จำนวน 31 ชนิด ได้แก่ Bromfenvinfos¹ Bromfenvinfos-(Z)² Bromophos-ethyl³ Chlorpyrifos⁴ Chlorpyrifos-methyl⁵ Chlorthiophos⁶ Diazinon⁷ EPN⁸ Ethion⁹ Fenitrothion¹⁰ Fenthion¹¹ Fonofos¹² Iodofenphos (Jodfenphos)¹³ Isazofos (Miral, Isazophos)¹⁴ Leptophos¹⁵ Malathion¹⁶ Methacrifos¹⁷ Mevinphos¹⁸ Parathion-methyl¹⁹ Phosalone²⁰ Phorate²¹ Piperonyl butoxide²² Pirimiphos-ethyl²³ Pirimiphos-methyl²⁴ Prothiofos²⁵ Pyrazophos²⁶ Ronnel (Fenchlorphos)²⁷ Sulfotep²⁸ Sulprofos²⁹ Terbufos³⁰ Tolclofos-methyl³¹

กลุ่ม Organonitrogen 45 ชนิด ได้แก่ Acetochlor¹ Alachlor² Allidochlor³ Atrazine⁴ Biphenyl⁵ Bupirimate⁶ Clomazone⁷ Cycloate⁸ DCPA (Dacthal, Chlorthal-dimethyl)⁹ Diallylate¹⁰ Dichlorobenzonitrile,2,6-(Dichlobenil)¹¹ Diphenamid¹² Diphenylamine¹³ Etofenprox (Ethofenprox)¹⁴ Fenarimol¹⁵ Fluquinconazole¹⁶ Flutolanil¹⁷ Flutriafol¹⁸ Iprodione¹⁹ Isopropalin²⁰ Metazachlor²¹ Metolachlor²² MGK-264 (zengxiaolan)²³ Nitrofen²⁴ Oxadiazon²⁵ Pebulate²⁶ Penconazole²⁷ Pentachloroaniline²⁸ Pretilachlor²⁹ Procymidone³⁰ Pronamide (Propyzamide)³¹ Propachlor³² Propisochlor³³ Pyridaben³⁴ Pyrimethanil³⁵ Pyriproxyfen³⁶ Tebuconazole³⁷ Tebufenpyrad³⁸ Tecnazene (TCNB)³⁹ Terbutylazine⁴⁰ Triadimefon⁴¹ Triadimenol⁴² Triallate⁴³ Triflumizole⁴⁴ Vinclozolin⁴⁵

กลุ่ม Organochlorine จำนวน 25 ชนิด ได้แก่ Aldrin¹ BHC-alpha (benzene hexachloride)² BHC-delta³ Chlordane-cis (alpha)⁴ Chlordane-trans (gamma)⁵ Chlorfenvinphos⁶ Chloroneb⁷ DDD-o,p⁸ DDD-p,p⁹ DDE-o,p¹⁰ DDE-p,p¹¹ DDT-o,p¹² Dieldrin¹³ Endosulfan II (beta isomer)¹⁴ Endosulfan sulfate¹⁵ Ethylan (ethyl-DDD, Perthane)¹⁶ Fenson¹⁷ Heptachlor exo-epoxide (isomer B)¹⁸ Hexachlorobenzene¹⁹ Isodrin²⁰ Methoxychlor olefin²¹ Nonachlor, cis-²² Nonachlor, trans-²³ Pentachlorobenzene²⁴ Tetradifon²⁵

กลุ่ม Herbicide Methyl Ester จำนวน 7 ชนิด ได้แก่ Bromopropylate¹ Chlorobenzilate² Chlorpropham³ Chlozolate⁴ Fluazifop-p-butyl⁵ Metalaxyl⁶ 2-Phenylphenol⁷

สามารถตรวจวิเคราะห์สาร 50 ชนิด โดยมีค่าความแม่นยำ precision จาก %recovery เฉลี่ยที่ระดับ LOQ 0.02 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในช่วง 70–120% และความเที่ยงจาก HORRAT ในช่วง 0.05-3.55 มีค่า %RSD ในช่วง 0.08-17.09 LOD มีค่าเท่ากับ 0.01 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร และเมื่อทำการวิเคราะห์ method blank และ

matrix blank ไม่พบ peak ของสารรบกวน สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชจำนวน 49 ชนิด แบ่งเป็น 4 กลุ่มสารดังนี้ (ตารางที่ 1 และ 2)

กลุ่ม Pyrethroid 21 ชนิด ได้แก่ Acrinathrin¹ Bioresmethrin (Resmethrin-trans)² Cyfluthrin I³ Cyfluthrin II⁴ Cyfluthrin III⁵ Cyfluthrin IV⁶ Cyhalothrin (lambda)⁷ Cypermethrin I (Zeta)⁸ Cypermethrin II⁹ Cypermethrin III (Beta)¹⁰ Cypermethrin IV¹¹ Cyprodinil¹² Fenvalerate I¹³ Fenvalerate II¹⁴ Flucythrinate I¹⁵ Flucythrinate II¹⁶ Permethrin I¹⁷ Permethrin II (trans)¹⁸ Phenothrin II¹⁹ Resmethrin-cis (Cismethrin)²⁰ Tetramethrin II²¹

กลุ่ม organophosphorus จำนวน 10 ชนิด ได้แก่ Azinphos-ethyl¹ Azinphos-methyl² Coumaphos³ Edifenphos⁴ Parathion⁵ Phosmet⁶ Profenofos⁷ Pyraclofos⁸ Pyridaphenthion⁹ Triazophos¹⁰

กลุ่ม Organonitrogen 14 ชนิด ได้แก่ Carbophenothion¹ Chlorfenapyr² Dichlofluanid³ Dimethachlor⁴ Ethalfluralin⁵ Fluchloralin⁶ Fludioxonil⁷ Hexazinone⁸ Oxyfluorfen⁹ Pendimethalin (Penoxaline)¹⁰ Profluralin¹¹ Tetrahydrophthalimide,cis-1,2,3,6-¹² Tolyfluanid¹³ Trifluralin¹⁴

กลุ่ม Organochlorine จำนวน 4 ชนิด ได้แก่ Chlorbenside¹ Endrin aldehyde² Mirex³ Tetrachlorvinphos, E-isomer⁴

พัฒนาวิธีวิเคราะห์สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืช กลุ่มไพรีทรอยด์ กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส กลุ่มออร์กาโนไนโตรเจน กลุ่มออร์กาโนคลอรีน และสารป้องกันกำจัดวัชพืชกลุ่ม Herbicide Methyl Ester รวมจำนวน 162 ชนิด ในผักและผลไม้ กลุ่มผักใบ โดยใช้คาน้ำเป็นตัวแทน กลุ่มพืชตระกูลแตงและมะเขือ ใช้มะเขือเทศ เป็นตัวแทน และผลไม้ตระกูลส้ม ใช้ส้มเป็นตัวแทน เป็นวิธีวิเคราะห์แบบ multi-residues method โดยสกัดด้วยวิธี Ethyl acetate (EURL-FV,2010) ด้วย Ethyl acetate เป็นสารสกัดที่มีความเป็นพิษต่อผู้วิเคราะห์และสิ่งแวดล้อมน้อย และราคาถูกกว่า acetonitrile ที่ใช้ในวิธี QuEChERS ที่เป็นที่ยอมรับอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน นอกจากนี้ Ethyl acetate เป็นสารสกัดที่เหมาะสมสำหรับการตรวจวิเคราะห์ด้วย GC-MS/MS เนื่องจากมีความเป็น polar น้อยกว่า มีปริมาตรการขยายตัวจากการเปลี่ยนรูปสารละลายกลายเป็นแก๊สในการตรวจวิเคราะห์เข้าเครื่อง GC น้อยกว่า (a smaller liquid-to gas expansion volume) acetonitrile สามารถนำไปตรวจวิเคราะห์เครื่อง GC-MS/MS ได้โดยไม่ต้องเสียเวลาในการลดปริมาตรเพื่อเปลี่ยนชนิดสารละลาย ทำให้ประหยัดเวลาและค่าใช้จ่าย

การคัดเลือกตัวแทนตัวอย่างเพื่อนำมาทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ พืชตัวแทนทั้ง 3 ชนิด คาน้ำมะเขือเทศ และส้ม พบว่ามีการใช้สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชหลากหลายชนิด ทำให้มีสารที่สนใจอยู่ในตัวอย่าง เมื่อเทียบสัญญาณ S/N กับ spiked sample ที่ระดับ LOD ที่ 0.005 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมระดับของสารที่สนใจมีค่าสูงกว่าค่า LOD ซึ่งมีผลกระทบต่อการวิเคราะห์ โดยเฉพาะ ส้ม การหาตัวอย่างที่ไม่มีการใช้สารป้องกันกำจัด

ศัตรูพืชเลยค่อนข้างจะยาก จึงใช้วิธีติดต่อซื้อผลผลิตจากเกษตรกรที่ไม่มีการใช้สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช สำหรับ
คนน่าจะใช้วิธีปลูกเอง เพื่อป้องกันสารรบกวนที่จะส่งผลกระทบต่อการใช้วิเคราะห์

การทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ วิธีนี้ตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช
ครอบคลุม 162 ชนิดสาร โดยทดสอบค่า linearity and working range, LOD, LOQ, accuracy และ
precision ตามเกณฑ์ที่กำหนด สามารถนำมาใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการได้ โดยมีช่วงความเป็นเส้นตรง
ของการวิเคราะห์ 0.01–0.1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม มีค่า LOD 0.005-0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และ LOQ 0.01-
0.02 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ความแม่นยำและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์อยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด โดยมีค่า % recovery
70 - 120% %RSD \leq 20 และ HORRAT \leq 2

การเตรียมสารมาตรฐานเป็น Matrix standard เป็นการลดความผิดพลาดของการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-
MS/MS เนื่องจากสารรบกวนในตัวอย่าง (matrix effect) ทำให้ความสามารถในการตรวจวัดสารที่ต้องการต่ำ หรือ
ผลการตรวจวิเคราะห์ที่ได้มีมากกว่าค่าที่เป็นจริง

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 162 ชนิด ในกลุ่มผักใบ (Leafy vegetables) กลุ่มพืชตระกูลแตงและมะเขือ (Fruiting vegetables) และผลไม้ตระกูลส้ม (Citrus fruits) ตามวิธีการสกัดของ Ethyl acetate Method (EURL-FV,2010) ด้วยเครื่อง GC-MS/MS พบว่าช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบ (Linearity and working range of method) ใน ค่ะน้ำ ส้ม และ มะเขือเทศ ที่ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-MS/MS เท่ากับ 0.01-0.1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร โดยพิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity of method) มีค่า Coefficient of Determination (R^2) ในช่วง 0.9906 – 1.000 ผลการทดสอบความเข้มข้นหรือปริมาณต่ำสุดของสารที่ตรวจวิเคราะห์ในตัวอย่างที่วิธีทดสอบสามารถตรวจวิเคราะห์ได้ (LOD) มีค่าเท่ากับ 0.005 – 0.01 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ขึ้นอยู่กับชนิดสารที่ทำการทดสอบ ความแม่นยำที่ประเมินจาก % recovery เฉลี่ย อยู่ในช่วง 70-120 % และความเที่ยง (precision) ที่ประเมินด้วย % RSD และ HORRAT อยู่ในช่วง 0.67–19.90 และ 0.04–1.60 ตามลำดับ และค่า LOQ มีค่าเท่ากับ 0.01-0.02 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ตาม parameter ที่กำหนด มีผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ยอมรับ วิเคราะห์ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ (สรุปผลการทดสอบดังตารางที่ 2)

การวิเคราะห์ปริมาณสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืช กลุ่มไพรีทรอยด์ กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส กลุ่มออร์กาโนไนโตรเจน กลุ่มออร์กาโนคลอรีน และสารป้องกันกำจัดวัชพืชกลุ่ม Herbicide Methyl Ester ด้วยเครื่อง GC-MS/MS เป็นวิธีวิเคราะห์แบบ multi-residues method ตามวิธีสกัด Ethyl acetate (EURL-FV,2010) มีความจำเพาะให้ผลการตรวจที่แม่นยำถูกต้องอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ มีความไวในการวัดที่ดี มีประสิทธิภาพ สามารถยืนยันชนิดและปริมาณของสารได้ ประหยัดเวลาและค่าใช้จ่าย สามารถใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการควบคุมคุณภาพและมาตรฐานสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้างในผักและผลไม้กลุ่มผักใบ กลุ่มพืชตระกูลแตงและมะเขือ และผลไม้ตระกูลส้ม ประเทศไทยเป็นผู้ผลิตและส่งออกผักและผลไม้ กรมวิชาการเกษตรที่มีหน้าที่ในการกำกับดูแลควบคุมคุณภาพการผลิตผักและผลไม้ให้มีความปลอดภัยต่อผู้บริโภค ควรมีแผนการควบคุมคุณภาพ โดยการติดตามสำรวจและสุ่มเก็บตัวอย่างผักและผลไม้มาตรวจวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้ทราบสถานการณ์และข้อมูลการใช้สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่อาจก่อให้เกิดสารตกค้างในผลผลิตที่อาจเป็นอันตรายต่อผู้บริโภค

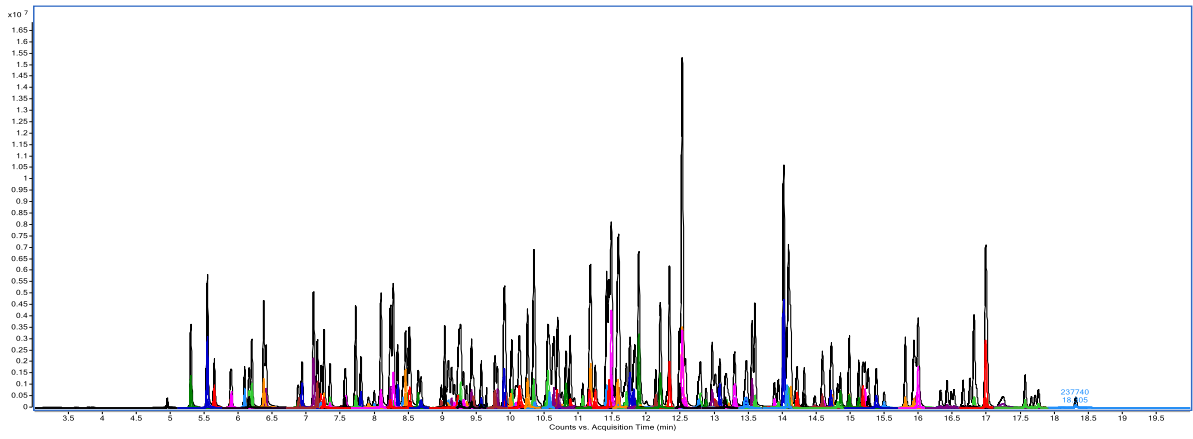


Fig.1 Total ion chromatograms (TICs) of kale tomato and orange extracts by Ethyl acetate

ตารางที่ 1 สรุปผลการตรวจสอบความใช้ในของวิธีวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 162 ชนิด ในคะน้า มะเขือเทศ และส้ม ตามวิธีการสกัดของ Ethyl acetate Method ด้วยเครื่อง GC-MS/MS ที่ LOQ 0.01 และ 0.02 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

No.	Pesticides	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Linear/Range	R ²			LOQ 0.01 (mg/kg)									LOQ 0.02 (mg/kg)								
					tomato	orange	kale	Recovery			%RSD			HORRAT			Recovery			%RSD			HORRAT		
								tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale
pyrethroid 26 compounds																									
1.	Allethrin	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9981	0.9996	0.9996	120	93	97	6.44	6.33	13.48	0.30	0.30	0.64	106	89	92	3.52	6.36	4.05	0.19	0.33	0.21
2.	Bifenthrin	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9999	0.9997	111	93	109	3.58	3.45	2.36	0.17	0.16	0.11	110	94	101	3.94	1.35	2.20	0.21	0.07	0.12
3.	Deltamethrin	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9973	0.9986	0.9916	109	91	120	6.59	4.04	8.27	0.31	0.19	0.39	93	82	96	9.29	2.82	6.76	0.49	0.15	0.36
4.	Tefluthrin, cis-	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	0.9999	0.9996	110	88	106	3.43	5.36	3.59	0.16	0.25	0.17	109	92	101	3.38	2.57	2.97	0.18	0.14	0.16
5.	Transfluthrin	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9998	107	92	104	6.21	3.23	4.48	0.29	0.15	0.21	108	92	98	3.03	3.82	2.34	0.16	0.20	0.12
6.	Acrinathrin	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9961	0.9948	0.9987	126	94	113	5.15	7.52	5.12	0.24	0.36	0.24	103	76	86	6.97	6.11	5.14	0.37	0.32	0.27
7.	Bioresmethrin (Resmethrin-trans)	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9990	122	87	100	5.81	3.43	6.55	0.28	0.16	0.31	114	87	92	3.92	2.37	4.03	0.21	0.12	0.21
8.	Cyfluthrin I	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9988	0.9994	0.9949	131	86	122	6.31	2.65	3.14	0.30	0.13	0.15	108	80	114	4.82	2.95	3.46	0.25	0.15	0.18
9.	Cyfluthrin II	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9991	0.9997	0.9936	121	84	101	18.04	13.92	5.58	0.85	0.66	0.26	105	81	83	14.55	3.54	3.97	0.76	0.19	0.21
10.	Cyfluthrin III	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9987	0.9996	0.9955	135	75	94	22.80	19.12	9.28	1.08	0.91	0.44	109	79	83	14.71	5.35	4.97	0.77	0.28	0.26
11.	Cyfluthrin IV	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9986	0.9995	0.9950	139	75	103	22.92	27.10	3.37	1.09	1.28	0.16	112	77	87	15.16	9.50	4.31	0.80	0.50	0.23
12.	Cyhalothrin (lambda)	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9957	0.9979	0.9995	125	92	114	4.22	3.30	4.60	0.20	0.16	0.22	107	79	92	4.93	2.55	2.98	0.26	0.13	0.16
13.	Cypermethrin I (Zeta)	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9984	0.9976	0.9950	129	90	99	8.93	11.12	4.25	0.42	0.53	0.20	111	78	85	5.41	9.65	3.35	0.28	0.51	0.18
14.	Cypermethrin II	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9975	0.9987	0.9963	111	90	90	7.95	15.27	6.53	0.38	0.72	0.31	103	81	77	7.71	7.89	5.22	0.41	0.41	0.27
15.	Cypermethrin III (Beta)	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9957	0.9979	0.9935	131	95	96	7.16	20.28	8.63	0.34	0.96	0.41	106	75	87	8.05	9.53	6.10	0.42	0.50	0.32
16.	Cypermethrin IV	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9971	0.9979	0.9952	133	102	93	5.91	11.27	5.92	0.28	0.53	0.28	117	87	90	4.13	8.73	5.15	0.22	0.46	0.27
17.	Cyprodinil	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9999	0.9997	0.9986	124	87	91	2.76	5.79	4.34	0.13	0.27	0.21	114	87	92	5.57	5.84	5.89	0.29	0.31	0.31
18.	Fenvalerate I	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9969	0.9989	0.9930	129	87	140	4.59	5.59	5.50	0.22	0.26	0.26	100	79	109	4.43	2.78	5.86	0.23	0.15	0.31
19.	Fenvalerate II	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9934	0.9982	0.9927	126	84	165	7.94	5.10	6.85	0.38	0.24	0.32	105	73	120	8.28	2.38	3.82	0.44	0.12	0.20
20.	Flucythrinate I	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9970	0.9986	0.9951	121	91	104	4.56	3.52	2.75	0.22	0.17	0.13	102	82	87	8.25	1.50	3.11	0.43	0.08	0.16
21.	Flucythrinate II	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9973	0.9993	0.9925	131	93	133	5.26	5.74	2.33	0.25	0.27	0.11	104	88	117	8.68	4.38	4.39	0.46	0.23	0.23
22.	Permethrin I	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9992	0.9999	0.9990	129	92	105	2.81	5.71	4.84	0.13	0.27	0.23	116	89	96	5.06	2.84	3.63	0.27	0.15	0.19
23.	Permethrin II (trans)	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9990	0.9995	0.9977	128	91	113	3.28	5.00	3.48	0.16	0.24	0.16	110	85	100	6.38	5.94	7.44	0.34	0.31	0.39
24.	Phenothrin II	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9991	0.9998	0.9987	128	92	92	2.49	9.42	9.46	0.12	0.45	0.45	112	90	94	6.47	5.73	5.89	0.34	0.30	0.31
25.	Resmethrin-cis (Cismethrin)	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9990	122	87	100	5.81	3.43	6.55	0.28	0.16	0.31	114	87	92	3.92	2.37	4.03	0.21	0.12	0.21

No.	Pesticides	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Linear Range	R ²			LOQ 0.01 (mg/kg)									LOQ 0.02 (mg/kg)										
					tomato	orange	kale	Recovery			%RSD			HORRAT			Recovery			%RSD			HORRAT				
								tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale		
26.	Tetramethrin II	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9994	0.9996	0.9994	120	93	103	4.04	6.46	2.51	0.19	0.31	0.12	111	90	95	10.38	4.70	3.25	0.55	0.25	0.17		
oranophosphorus 41 compounds																											
27.	Bromfenvinfos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	0.9999	0.9961	96	91	107	4.52	5.16	4.84	0.21	0.24	0.23	94	90	105	6.61	3.60	4.43	0.35	0.19	0.23		
28.	Bromfenvinfos(Z)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9993	0.9997	0.9974	102	90	107	3.23	2.97	4.84	0.15	0.14	0.23	95	89	105	3.92	4.15	4.43	0.21	0.22	0.23		
29.	Bromophos-ethyl	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9999	0.9996	106	96	108	4.08	3.58	3.65	0.19	0.17	0.17	103	96	105	3.71	2.43	3.08	0.19	0.13	0.16		
30.	Chlorpyrifos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9998	102	92	103	3.76	5.81	2.03	0.18	0.28	0.10	106	92	98	5.08	3.62	2.45	0.27	0.19	0.13		
31.	Chlorpyrifos-methyl	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9996	0.9997	0.9988	94	91	96	6.36	4.84	3.71	0.30	0.23	0.18	94	91	95	2.15	1.60	3.12	0.11	0.08	0.16		
32.	Chlorthiophos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9996	0.9992	108	91	104	2.66	5.94	2.83	0.13	0.28	0.13	108	93	99	4.10	2.05	1.50	0.22	0.11	0.08		
33.	Diazinon	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9996	0.9996	0.9988	101	86	81	4.64	4.67	11.78	0.22	0.22	0.56	97	90	90	4.57	3.19	5.82	0.24	0.17	0.31		
34.	EPN	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	0.9997	0.9974	102	88	103	6.03	5.71	4.45	0.29	0.27	0.21	100	87	99	9.65	4.14	4.02	0.51	0.22	0.21		
35.	Ethion	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9989	0.9992	0.9995	103	92	108	4.94	4.36	1.71	0.23	0.21	0.08	98	86	94	5.00	1.20	2.80	0.26	0.06	0.15		
36.	Fenitrothion	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	1.0000	0.9989	117	87	95	6.00	4.17	7.60	0.28	0.20	0.36	104	90	92	4.77	6.43	4.48	0.25	0.34	0.24		
37.	Fenthion	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9998	0.9985	95	88	92	4.18	3.63	3.81	0.20	0.17	0.18	94	88	89	4.66	3.57	3.72	0.25	0.19	0.20		
38.	Fonofos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9995	0.9995	95	93	81	4.57	4.62	7.88	0.22	0.22	0.37	95	91	87	5.42	5.34	4.84	0.28	0.28	0.25		
39.	Iodofenphos (Jodfenphos)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9996	0.9997	0.9983	103	91	98	5.52	5.71	3.46	0.26	0.27	0.16	97	94	90	3.93	2.99	2.76	0.21	0.16	0.15		
40.	Isazofos (Miral, Isazophos)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9990	0.9999	0.9997	105	80	86	3.13	9.03	5.26	0.15	0.43	0.25	99	84	87	3.86	5.67	4.35	0.20	1.08	0.23		
41.	Leptophos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9992	0.9998	0.9990	103	90	101	6.37	7.21	3.29	0.30	0.34	0.16	97	90	90	4.91	2.95	1.88	0.26	0.15	0.10		
42.	Malathion	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9992	0.9998	0.9990	100	88	83	5.17	5.14	4.02	0.24	0.24	0.19	95	86	84	3.95	2.71	5.29	0.21	0.14	0.28		
43.	Methacrifos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	1.0000	0.9995	101	87	86	2.22	2.21	1.78	0.10	0.10	0.08	99	89	88	2.24	3.04	5.51	0.12	0.16	0.29		
44.	Mevinphos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9991	1.0000	0.9961	110	93	106	5.36	5.37	2.73	0.25	0.25	0.13	106	92	94	2.76	2.81	3.87	0.15	0.15	0.20		
45.	Parathion-methyl	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9992	0.9995	0.9985	118	93	89	3.74	2.49	5.82	0.18	0.12	0.28	103	89	88	5.33	2.27	5.34	0.28	0.12	0.28		
46.	Phorate	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9993	0.9994	0.9993	98	83	85	7.55	8.78	3.78	0.36	0.42	0.18	91	83	86	4.62	8.05	4.84	0.24	0.42	0.25		
47.	Phosalone	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9980	0.9992	0.9966	111	91	120	8.42	5.06	3.74	0.40	0.24	0.18	96	85	108	7.19	2.15	5.65	0.38	0.11	0.30		
48.	Piperonyl butoxide	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9997	0.9992	95	93	89	5.38	6.85	2.59	0.25	0.32	0.12	97	89	91	5.54	4.15	2.81	0.29	0.22	0.15		
49.	Pirimiphos-ethyl	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9999	0.9994	100	90	101	6.94	5.46	4.25	0.33	0.26	0.20	102	90	102	3.69	3.90	4.86	0.19	0.21	0.26		
50.	Pirimiphos-methyl	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9993	1.0000	0.9997	100	88	91	5.68	5.55	3.97	0.27	0.26	0.19	97	91	94	3.81	2.60	4.53	0.20	0.14	0.24		
51.	Prothiofos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9998	0.9995	110	93	105	3.22	7.60	2.27	0.15	0.36	0.11	105	91	100	3.15	4.11	2.18	0.17	0.22	0.11		
52.	Pyrazophos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9976	0.9991	0.9961	115	89	110	7.05	5.56	2.17	0.33	0.26	0.10	99	85	102	5.53	2.71	5.27	0.29	0.14	0.28		
53.	Ronnel (Fenchlorphos)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	0.9998	0.9989	103	94	96	3.90	4.18	1.65	0.18	0.20	0.08	102	93	95	2.87	2.94	3.22	0.15	0.15	0.17		
54.	Sulfotep	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9993	0.9998	0.9995	98	91	95	4.03	2.66	4.07	0.19	0.13	0.19	98	91	95	3.64	3.79	5.37	0.19	0.20	0.28		
55.	Sulprofos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9997	0.9992	99	89	97	4.04	8.42	4.65	0.19	0.40	0.22	99	87	90	4.79	2.25	3.40	0.25	0.12	0.18		

No.	Pesticides	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Linear Range	R ²			LOQ 0.01 (mg/kg)									LOQ 0.02 (mg/kg)									
					tomato	orange	kale	Recovery			%RSD			HORRAT			Recovery			%RSD			HORRAT			
								tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	
56.	Terbufos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9998	0.9993	92	85	97	4.58	4.81	2.59	0.22	0.23	0.12	92	86	96	5.16	1.77	1.48	0.27	0.09	0.08	
57.	Tolclofos-methyl	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9998	0.9995	99	92	94	3.58	4.67	4.02	0.17	0.22	0.19	98	90	96	5.11	2.03	3.30	0.27	0.11	0.17	
58.	Azinphos-ethyl	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9960	0.9991	0.9943	105	89	122	7.58	4.75	3.10	0.36	0.22	0.15	88	80	110	11.05	2.42	7.43	0.58	0.13	0.39	
59.	Azinphos-methyl	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9946	0.9990	0.9994	195	105	142	18.54	8.96	11.05	0.88	0.42	0.52	105	85	106	11.68	4.31	11.36	0.61	0.23	0.60	
60.	Coumaphos	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9923	0.9995	0.9957	129	90	131	5.29	5.53	7.35	0.25	0.26	0.35	94	86	112	7.86	5.32	9.78	0.41	0.28	0.51	
61.	Edifenphos	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9996	0.9995	0.9955	119	92	130	2.76	6.14	6.74	0.13	0.29	0.32	95	87	111	5.40	2.72	10.19	0.28	0.14	0.54	
62.	Parathion	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9948	0.9977	0.9998	122	114	112	3.04	4.89	4.79	0.14	0.23	0.23	99	90	96	5.45	3.56	5.51	0.29	0.19	0.29	
63.	Phosmet	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9970	0.9983	0.9979	106	89	131	7.69	12.55	6.85	0.36	0.59	0.32	85	75	109	10.39	11.05	7.99	0.55	0.58	0.42	
64.	Profenofos	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9999	0.9998	0.9967	97	92	131	5.06	6.99	5.09	0.24	0.33	0.24	94	90	116	6.05	4.68	6.68	0.32	0.25	0.35	
65.	Pyraclafos	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9979	0.9993	0.9999	104	85	163	16.61	2.84	11.99	0.79	0.13	0.57	90	81	119	10.55	2.77	6.42	0.55	0.15	0.34	
66.	Pyridaphenthion	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9986	0.9990	0.9948	125	103	119	6.99	25.82	3.84	0.33	1.22	0.18	98	88	107	5.97	16.37	7.59	0.31	0.86	0.40	
67.	Triazophos	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9987	0.9996	0.9973	123	79	100	9.76	6.88	6.98	0.46	0.33	0.33	99	82	96	5.19	3.64	9.01	0.27	0.19	0.47	
organonitrogen 59 compounds																										
68.	Acetochlor	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9985	0.9997	0.9999	105	90	85	5.38	3.92	3.02	0.25	0.19	0.14	98	86	89	4.45	3.82	4.40	0.23	0.20	0.23	
69.	Atachlor	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	0.9997	0.9998	106	90	86	7.62	6.52	6.17	0.36	0.31	0.29	101	90	86	3.48	3.25	3.02	0.18	0.17	0.16	
70.	Allidochlor	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9993	0.9998	0.9994	109	87	109	6.41	4.23	1.93	0.30	0.20	0.09	111	90	102	9.40	1.59	1.88	0.49	0.08	0.10	
71.	Atrazine	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9996	0.9995	102	93	99	7.13	7.39	6.54	0.34	0.35	0.31	106	89	91	8.30	5.67	4.37	0.44	0.30	0.23	
72.	Biphenyl	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9999	0.9994	102	88	90	2.39	3.59	2.57	0.11	0.17	0.12	101	91	94	1.80	1.60	3.05	0.09	0.08	0.16	
73.	Bupirimate	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9998	0.9989	103	90	86	4.09	5.89	4.18	0.19	0.28	0.20	101	90	89	4.16	2.81	4.61	0.22	0.15	0.24	
74.	Clomazone	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9995	0.9987	102	81	88	3.22	3.95	6.35	0.15	0.19	0.30	96	80	80	3.98	3.31	4.45	0.21	0.17	0.23	
75.	Cycloate	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9996	0.9999	0.9999	114	88	77	11.34	2.25	7.59	0.54	0.11	0.36	104	88	86	9.84	3.03	6.89	0.52	0.16	0.36	
76.	DCPA (Dacthal, Chlorthal-dimethyl)	0.005	0.01	0.01-0.2	1.0000	0.9999	0.9996	101	90	93	3.05	4.46	3.73	0.14	0.21	0.18	101	91	95	3.26	2.65	2.84	0.17	0.14	0.15	
77.	Diallate I	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9997	0.9998	0.9994	96	89	89	5.04	6.52	1.32	0.24	0.31	0.06	98	90	93	3.29	2.08	3.94	0.17	0.11	0.21	
78.	Dichlorobenzonitrile, 2,6- (Dichlobenil)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9998	0.9999	108	87	92	2.48	3.58	2.26	0.12	0.17	0.11	105	89	91	2.41	2.46	3.38	0.13	0.13	0.18	
79.	Diphenamid	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9996	113	87	101	4.39	3.59	3.65	0.21	0.17	0.17	106	86	93	5.06	3.90	2.83	0.27	0.20	0.15	
80.	Diphenylamine	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	0.9999	0.9996	104	90	88	3.11	6.96	4.58	0.15	0.33	0.22	100	89	89	3.32	3.39	5.70	0.17	0.18	0.30	
81.	Etofenprox (Etofenprox)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9990	0.9999	0.9977	106	92	105	5.05	5.15	1.27	0.24	0.24	0.06	102	92	98	7.30	1.89	2.11	0.38	0.10	0.11	
82.	Fenarimol	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9988	0.9999	0.9934	101	84	106	2.13	4.15	4.04	0.10	0.20	0.19	93	86	106	6.94	4.14	8.13	0.36	0.22	0.43	
83.	Fluquinconazole	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9984	0.9995	0.9952	96	88	105	5.40	2.54	5.29	0.26	0.12	0.25	87	86	106	6.65	1.67	6.99	0.35	0.09	0.37	
84.	Flutolanil	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9997	0.9998	0.9995	100	72	83	2.77	4.59	3.42	0.13	0.22	0.16	100	81	88	5.13	3.49	5.82	0.27	0.18	0.31	

No.	Pesticides	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Linear Range	R ²			LOQ 0.01 (mg/kg)									LOQ 0.02 (mg/kg)								
					tomato	orange	kale	Recovery			%RSD			HORRAT			Recovery			%RSD			HORRAT		
								tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale
85.	Flutriafol	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9985	107	89	102	3.87	5.78	4.94	0.18	0.27	0.23	106	88	93	4.77	3.57	5.40	0.25	0.19	0.28
86.	Iprodione	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9995	0.9980	88	95	71	18.71	13.32	16.68	0.89	0.63	0.79	81	98	76	15.09	6.11	12.80	0.79	0.32	0.67
87.	Isopropalin	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9978	0.9976	0.9988	119	96	108	9.67	17.09	5.91	0.46	0.81	0.28	102	83	92	5.28	4.96	8.21	0.28	0.26	0.43
88.	Metazachlor	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9997	0.9992	110	85	92	4.39	3.97	7.18	0.21	0.19	0.34	106	83	87	2.94	3.39	4.50	0.15	0.18	0.24
89.	Metolachlor	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9998	0.9998	106	87	90	3.29	2.74	2.88	0.16	0.13	0.14	104	88	89	2.68	1.66	4.08	0.14	0.09	0.21
90.	MGK-264 (zengxiaoan)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	1.0000	0.9991	100	90	90	4.10	5.54	6.40	0.19	0.26	0.30	105	93	94	5.00	3.54	3.81	0.26	0.19	0.20
91.	Nitrofen	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9949	0.9998	0.9981	102	85	117	10.87	10.33	3.78	0.51	0.49	0.18	83	76	99	6.89	5.22	5.31	0.36	0.27	0.28
92.	Oxadiazon	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9998	102	89	97	5.15	4.57	2.39	0.24	0.22	0.11	104	93	96	3.83	1.91	3.46	0.20	0.10	0.18
93.	Pebulate	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	1.0000	0.9996	102	87	83	3.39	3.30	5.16	0.16	0.16	0.24	100	89	89	3.66	3.20	5.57	0.19	0.17	0.29
94.	Penconazole	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	0.9998	0.9994	105	91	90	3.53	3.75	3.52	0.17	0.18	0.17	100	90	89	3.62	2.98	4.36	0.19	0.16	0.23
95.	Pentachloroaniline	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9999	0.9996	103	90	94	2.82	5.94	5.49	0.13	0.28	0.26	102	91	95	3.93	4.07	7.91	0.21	0.21	0.42
96.	Pretilachlor	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9997	0.9988	101	93	85	4.29	2.85	4.96	0.20	0.13	0.23	100	95	87	3.60	2.45	3.42	0.19	0.13	0.18
97.	Procymidone	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9997	0.9997	102	87	86	4.06	7.64	5.34	0.19	0.36	0.25	99	92	88	4.48	1.92	5.67	0.24	0.10	0.30
98.	Pronamide (Propyzamide)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9984	0.9995	0.9997	101	89	84	4.75	3.52	4.75	0.22	0.17	0.22	96	85	86	3.48	3.10	5.22	0.18	0.16	0.27
99.	Propachlor	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	1.0000	0.9998	107	87	99	2.86	4.35	1.99	0.14	0.21	0.09	105	89	92	3.08	4.08	3.48	0.16	0.21	0.18
100.	Propisochlor	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9987	0.9994	0.9997	117	86	79	12.61	12.48	10.08	0.60	0.59	0.48	109	78	89	8.36	6.60	10.62	0.44	0.35	0.56
101.	Pyridaben	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9971	0.9985	0.9980	104	88	106	4.71	3.91	0.87	0.22	0.19	0.04	92	81	92	6.10	1.83	2.15	0.32	0.10	0.11
102.	Pyrimethanil	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9996	0.9999	0.9997	119	84	95	8.08	4.20	3.18	0.38	0.20	0.15	114	86	94	4.96	4.10	2.87	0.26	0.22	0.15
103.	Pyriproxyfen	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9997	0.9999	0.9977	103	91	100	4.08	3.74	4.75	0.19	0.18	0.22	106	89	96	7.87	2.11	3.86	0.41	0.11	0.20
104.	Tebuconazole	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9996	0.9998	0.9973	117	86	89	5.15	6.92	4.23	0.24	0.33	0.20	102	87	85	3.74	4.22	5.62	0.20	0.22	0.30
105.	Tebufenpyrad	0.005	0.01	0.01-0.2	1.0000	0.9999	0.9988	102	89	101	5.70	4.66	3.23	0.27	0.22	0.15	101	92	98	5.73	2.51	3.39	0.30	0.13	0.18
106.	Tecnazene (TCNB)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9999	0.9993	97	93	100	5.86	6.26	3.80	0.28	0.30	0.18	94	89	99	2.53	3.96	2.08	0.13	0.21	0.11
107.	Terbutylazine	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9997	0.9999	105	85	93	6.95	5.40	3.47	0.33	0.26	0.16	103	85	94	6.64	2.94	8.65	0.35	0.15	0.45
108.	Triadimefon	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9990	0.9998	0.9996	103	90	83	2.25	4.54	5.17	0.11	0.22	0.24	98	90	86	4.85	6.08	4.68	0.25	0.32	0.25
109.	Triadimenol	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9991	0.9997	0.9988	119	83	92	11.10	8.65	5.06	0.53	0.41	0.24	108	82	85	2.87	3.69	7.59	0.15	0.19	0.40
110.	Triallate	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9997	0.9999	0.9996	98	93	97	3.16	4.76	2.26	0.15	0.23	0.11	100	93	98	3.01	2.48	1.16	0.16	0.13	0.06
111.	Triflumizole	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9991	1.0000	0.9980	94	84	90	6.34	6.72	6.41	0.30	0.32	0.30	91	86	89	6.24	6.52	5.41	0.33	0.34	0.28
112.	Vinclozolin	0.005	0.01	0.01-0.2	1.0000	0.9999	0.9996	93	90	87	6.19	4.34	4.07	0.29	0.21	0.19	99	90	93	4.02	3.53	4.40	0.21	0.19	0.23
113.	Carbophenothion	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9990	0.9992	0.9994	131	89	106	6.34	9.57	5.05	0.30	0.45	0.24	108	85	88	6.31	4.15	5.56	0.33	0.22	0.29
114.	Chlorfenapyr	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9993	0.9991	0.9969	120	68	115	10.64	12.46	13.38	0.50	0.59	0.63	117	90	104	7.09	8.86	11.10	0.37	0.47	0.58
115.	Dichlofuanid	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9988	0.9988	0.9964	81	81	101	5.70	5.20	22.05	0.27	0.25	1.04	73	73	87	8.55	4.09	11.29	0.45	0.21	0.59
116.	Dimethachlor	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9997	0.9998	0.9998	109	59	100	2.95	24.94	1.97	0.14	1.18	0.09	105	75	93	3.35	15.94	2.75	0.18	0.84	0.14

No.	Pesticides	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Linear Range	R ²			LOQ 0.01 (mg/kg)									LOQ 0.02 (mg/kg)									
					tomato	oragne	kale	Recovery			%RSD			HORRAT			Recovery			%RSD			HORRAT			
								tomato	oragne	kale	tomato	oragne	kale	tomato	oragne	kale	tomato	oragne	kale	tomato	oragne	kale	tomato	oragne	kale	
117.	Ethalfuralin	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9971	0.9986	1.0000	131	95	116	3.68	5.73	2.59	0.17	0.27	0.12	103	87	98	2.29	2.65	1.08	0.12	0.14	0.06	
118.	Fluchloralin	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9976	0.9973	0.9997	123	88	110	6.29	10.15	3.12	0.30	0.48	0.15	100	83	98	7.38	1.60	3.10	0.39	0.08	0.16	
119.	Fludioxonil	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9918	1.0000	0.9997	122	85	88	9.75	4.34	8.02	0.46	0.21	0.38	86	85	87	18.57	1.84	11.36	0.98	0.10	0.60	
120.	Hexazinone	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9999	1.0000	0.9944	132	85	99	3.72	3.75	4.03	0.18	0.18	0.19	114	88	89	4.14	3.24	3.55	0.22	0.17	0.19	
121.	Oxyfluorfen	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9961	0.9989	0.9974	134	95	112	6.30	7.32	8.31	0.30	0.35	0.39	113	83	106	11.41	2.91	7.62	0.60	0.15	0.40	
122.	Pendimethalin (Penoxaline)	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9956	0.9972	0.9997	126	109	108	4.06	4.21	2.82	0.19	0.20	0.13	102	86	92	4.11	1.87	2.11	0.22	0.10	0.11	
123.	Profuralin	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9977	0.9993	0.9997	123	92	113	6.15	6.00	3.22	0.29	0.28	0.15	105	80	97	3.91	2.18	3.90	0.21	0.11	0.21	
124.	Tetrahydrophthalimide , cis-1,2,3,6-	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9998	0.9999	0.9990	121	98	109	10.18	7.27	3.39	0.48	0.34	0.16	116	94	102	5.89	7.13	3.28	0.31	0.37	0.17	
125.	Tolyftuanid	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9981	0.9976	0.9962	103	78	138	7.81	8.19	9.38	0.37	0.39	0.44	83	70	112	5.42	7.70	6.39	0.28	0.40	0.34	
126.	Trifluralin	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9980	0.9986	0.9995	131	97	113	3.49	5.09	1.84	0.17	0.24	0.09	106	86	100	2.71	2.55	3.28	0.14	0.13	0.17	
organochlorine 29 compounds																										
127.	Aldrin	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9998	0.9997	107	95	103	2.57	6.55	4.55	0.12	0.31	0.22	110	97	103	3.83	2.90	2.06	0.20	0.15	0.11	
128.	BHC-alpha (benzene hexachloride)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9998	0.9965	98	86	87	2.93	4.34	4.91	0.14	0.21	0.23	96	88	86	4.61	2.86	4.60	0.24	0.15	0.24	
129.	BHC-delta	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9997	1.0000	0.9998	95	87	115	5.09	4.06	7.01	0.24	0.19	0.33	92	89	107	6.69	3.49	4.63	0.35	0.18	0.24	
130.	Chlordane-cis (alpha)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9998	0.9995	102	96	104	5.69	8.15	10.47	0.27	0.39	0.50	108	93	97	6.10	3.43	3.97	0.32	0.18	0.21	
131.	Chlordane-trans (gamma)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9993	1.0000	0.9992	104	99	111	7.05	2.03	8.42	0.33	0.10	0.40	111	96	99	3.23	6.60	4.01	0.17	0.35	0.21	
132.	Chlorfenvinphos	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9988	0.9998	0.9971	103	90	93	5.22	3.60	2.17	0.25	0.17	0.10	96	89	84	4.69	2.02	7.14	0.25	0.11	0.38	
133.	Chloroneb	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9999	0.9996	106	88	92	4.61	3.99	3.49	0.22	0.19	0.17	102	89	90	2.91	3.23	5.99	0.15	0.17	0.31	
134.	DDD-o,p'	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9997	0.9992	107	92	112	4.44	2.82	3.46	0.21	0.13	0.16	108	90	103	3.34	1.41	1.40	0.18	0.07	0.07	
135.	DDD-p,p'	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9997	0.9988	107	92	118	4.04	4.65	2.96	0.19	0.22	0.14	106	94	103	3.52	8.22	2.60	0.18	0.43	0.14	
136.	DDE-o,p'	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	1.0000	0.9996	112	91	107	3.34	3.40	3.20	0.16	0.16	0.15	112	91	100	2.87	1.58	1.83	0.15	0.08	0.10	
137.	DDE-p,p'	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9998	111	91	108	3.54	3.46	2.55	0.17	0.16	0.12	110	94	101	2.68	1.16	1.88	0.14	0.06	0.10	
138.	DDT-o,p'	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9996	1.0000	0.9988	105	91	113	4.26	4.57	4.16	0.20	0.22	0.20	105	94	101	4.54	3.75	1.55	0.24	0.20	0.08	
139.	Dieldrin	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9995	106	99	105	11.78	8.08	7.11	0.56	0.38	0.34	110	92	100	6.99	4.39	2.36	0.37	0.23	0.12	
140.	Endosulfan II (beta isomer)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9991	0.9999	0.9991	119	90	103	13.56	14.09	13.03	0.64	0.67	0.62	115	91	93	9.30	4.10	8.00	0.49	0.22	0.42	
141.	Endosulfan sulfate	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9997	0.9997	1.0000	96	87	119	4.95	5.29	4.41	0.23	0.25	0.21	88	88	104	3.12	2.65	3.96	0.16	0.14	0.21	
142.	Ethylan (ethyl-DDD, Perthane)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9996	0.9996	0.9994	110	95	104	4.41	4.57	4.04	0.21	0.22	0.19	106	95	95	3.05	3.00	1.89	0.16	0.16	0.10	

No.	Pesticides	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Linear Range	R ²			LOQ 0.01 (mg/kg)									LOQ 0.02 (mg/kg)									
					tomato	orange	kale	Recovery			%RSD			HORRAT			Recovery			%RSD			HORRAT			
								tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	tomato	orange	kale	
143.	Fenson	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	0.9997	0.9998	111	87	89	2.83	4.47	4.39	0.13	0.21	0.21	102	87	91	8.40	4.18	4.90	0.44	0.22	0.26	
144.	Heptachlor exo-epoxide (isomer B)	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9997	0.9999	0.9998	109	87	104	7.15	7.78	13.84	0.34	0.37	0.66	104	91	95	3.44	9.75	7.48	0.18	0.51	0.39	
145.	Hexachlorobenzene	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9997	0.9995	101	92	104	3.21	4.36	3.56	0.15	0.21	0.17	106	92	101	3.24	3.36	2.32	0.17	0.18	0.12	
146.	Isodrin	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9998	0.9993	107	95	103	6.24	7.75	4.37	0.30	0.37	0.21	109	95	103	3.51	2.23	2.34	0.18	0.12	0.12	
147.	Methoxychlor olefin	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9999	0.9995	105	92	102	3.77	2.96	2.16	0.18	0.32	0.10	106	92	99	2.17	3.23	3.32	0.11	0.16	0.17	
148.	Nonachlor, cis-	0.005	0.01	0.01-0.2	1.0000	0.9999	0.9993	108	91	118	7.70	9.01	8.78	0.36	0.43	0.42	104	92	101	4.40	7.92	7.57	0.23	0.42	0.40	
149.	Nonachlor, trans-	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9998	0.9996	106	86	111	4.51	8.31	7.92	0.21	0.39	0.38	109	90	103	7.57	4.51	7.36	0.40	0.24	0.39	
150.	Pentachlorobenzene	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	1.0000	0.9995	101	88	98	3.48	4.20	2.38	0.16	0.20	0.11	100	93	99	1.93	2.89	2.74	0.10	0.15	0.14	
151.	Tetradifon	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9995	0.9998	0.9991	113	89	98	9.79	5.42	6.10	0.46	0.26	0.29	105	91	96	8.83	3.84	6.13	0.46	0.20	0.32	
152.	Chlorbenside	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9994	0.9998	0.9995	126	90	109	3.65	5.18	4.15	0.17	0.25	0.20	111	85	100	4.35	2.51	2.48	0.23	0.13	0.13	
153.	Endrin aldehyde	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9997	0.9990	0.9994	81	110	74	29.04	11.87	9.30	1.38	0.56	0.44	101	106	85	12.65	9.71	6.97	0.66	0.51	0.37	
154.	Mirex	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9996	0.9997	0.9997	101	88	135	2.54	3.90	9.16	0.12	0.18	0.43	92	86	116	2.85	1.79	2.29	0.15	0.09	0.12	
155.	Tetrachlorvinphos, E-isomer	0.01	0.02	0.01-0.2	0.9993	0.9995	0.9979	96	95	144	4.34	3.96	8.46	0.21	0.19	0.40	88	91	120	5.98	1.84	6.65	0.31	0.10	0.35	
herbicide 7 compounds																										
156.	Bromopropylate	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9997	0.9998	0.9988	98	93	100	3.76	5.87	2.21	0.18	0.28	0.10	98	94	94	5.81	2.17	2.78	0.31	0.11	0.15	
157.	Chlorobenzilate	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9998	0.9999	0.9995	101	92	92	3.42	2.66	2.60	0.16	0.13	0.12	101	94	94	3.03	2.21	1.80	0.16	0.12	0.09	
158.	Chlorpropham	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9994	0.9999	0.9995	102	89	85	4.52	6.18	4.70	0.21	0.29	0.22	97	91	88	5.53	3.02	6.69	0.29	0.16	0.35	
159.	Chlozolinate	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9999	0.9997	97	85	83	3.64	5.72	5.95	0.17	0.27	0.28	102	92	89	3.07	2.74	5.36	0.16	0.14	0.28	
160.	Fluazifop-p-butyl	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9999	0.9998	0.9994	103	97	104	2.79	4.81	3.93	0.13	0.23	0.19	104	95	100	3.80	3.79	3.55	0.20	0.20	0.19	
161.	Metalaxyl	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9992	0.9997	0.9993	111	93	102	6.06	7.78	4.16	0.29	0.37	0.20	111	87	100	3.73	5.06	5.81	0.20	0.27	0.31	
162.	Phenylphenol, 2-	0.005	0.01	0.01-0.2	0.9993	1.0000	0.9997	104	86	88	4.55	3.81	2.62	0.22	0.18	0.12	99	88	86	3.83	2.53	4.99	0.20	0.13	0.26	

Note : Criteria Recovery 70-120%

HORRAT (Horwitz ratio) ≤ 2 (Codex, EU)

%RSD ≤ 20 (European Commission SANTE/11945/2015)

ตารางที่ 2 ตารางสรุปผลการทดสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ตาม parameter ที่กำหนด

Parameter	Criteria	Result 162 pesticides (Kale Tomato and Orange)
1. Working range	$R^2 \geq 0.9900$ ($r \geq 0.995$)	0.01-0.1 mg/kg R^2 0.9906 – 1.000
2. Precision		
1.1 %RSD	≥ 20	0.01 = 0.67-17.09 0.02 = 1.1-19.9
1.2 HORRAT	≤ 2	0.01 = 0.04-1.03 0.02 = 0.06-1.60
3. Recovery	70-120%	70-120 % 0.01 = 71-120 0.02 = 70-119
4. Limit of Quantitation (LOQ)	$S/N \geq 3$	0.01-0.02 mg/kg 0.01 mg/kg (113 pesticides) * 0.02 mg/kg (49 pesticides) **
5. Limit of Detection (LOD)		0.005-0.01 mg/kg

Note : *113 pesticides -Pyrethroid group (5) : Allethrin¹ Bifenthrin² Deltamethrin³ Tefluthrin, cis-³ Transfluthrin⁵

-Organophosphorus group (31) : Bromfenvinfos¹ Bromfenvinfos-(Z)² Bromophos-ethyl³ Chlorpyrifos⁴ Chlorpyrifos-methyl⁵ Chlorthiophos⁶ Diazinon⁷ EPN⁸ Ethion⁹ Fenitrothion¹⁰ Fenthion¹¹ Fonofos¹² Iodofenphos (Jodfenphos)¹³ Isazofos (Miral, Isazophos)¹⁴ Leptophos¹⁵ Malathion¹⁶ Methacrifos¹⁷ Mevinphos¹⁸ Parathion-methyl¹⁹ Phosalone²⁰ Phorate²¹ Piperonyl butoxide²² Pirimiphos-ethyl²³ Pirimiphos-methyl²⁴ Prothiofos²⁵ Pyrazophos²⁶ Ronnel (Fenchlorphos)²⁷ Sulfotep²⁸ Sulprofos²⁹ Terbufos³⁰ Tolclofos-methyl³¹

-Organonitrogen group (45) Acetochlor¹ Alachlor² Allidochlor³ Atrazine⁴ Biphenyl⁵ Bupirimate⁶ Clomazone⁷ Cycloate⁸ DCPA (Dacthal, Chlorthal-dimethyl)⁹ Diallate¹⁰ Dichlorobenzonitrile,2,6-(Dichlobenil)¹¹ Diphenamid¹² Diphenylamine¹³ Etofenprox (Ethofenprox)¹⁴ Fenarimol¹⁵ Fluquinconazole¹⁶ Flutolanil¹⁷ Flutriafol¹⁸ Iprodione¹⁹ Isopropalin²⁰ Metazachlor²¹ Metolachlor²² MGK-264 (zengxiaoan)²³ Nitrofen²⁴ Oxadiazon²⁵ Pebulate²⁶ Penconazole²⁷ Pentachloroaniline²⁸ Pretilachlor²⁹ Procymidone³⁰ Pronamide (Propyzamide)³¹ Propachlor³² Propisochlor³³ Pyridaben³⁴ Pyrimethanil³⁵ Pyriproxyfen³⁶ Tebuconazole³⁷ Tebufenpyrad³⁸ Tecnazene (TCNB)³⁹ Terbutylazine⁴⁰ Triadimefon⁴¹ Triadimenol⁴² Triallate⁴³ Triflumizole⁴⁴ Vinclozolin⁴⁵

-Organochlorine group (25) Aldrin¹ BHC-alpha (benzene hexachloride)² BHC-delta³ Chlordane-cis (alpha)⁴ Chlordane-trans (gamma)⁵ Chlorfenvinphos⁶ Chloroneb⁷ DDD-o,p⁸ DDD-p,p⁹ DDE-o,p¹⁰ DDE-p,p¹¹ DDT-o,p¹² Dieldrin¹³ Endosulfan II (beta isomer)¹⁴ Endosulfan sulfate¹⁵ Ethylan (ethyl-DDD, Perthane)¹⁶ Fenson¹⁷ Heptachlor exo-epoxide (isomer B)¹⁸ Hexachlorobenzene¹⁹ Isodrin²⁰ Methoxychlor olefin²¹ Nonachlor, cis-²² Nonachlor, trans-²³ Pentachlorobenzene²⁴ Tetradifon²⁵

-Herbicide Methyl Ester (7) Bromopropylate¹ Chlorobenzilate² Chlorpropham³ Chlozolinate⁴ Fluazifop-p-butyl⁵ Metalaxy⁶ 2-Phenylphenol⁷

**49 pesticides -Pyrethroid group (21) Acrinathrin¹ Bioresmethrin (Resmethrin-trans)² Cyfluthrin I³ Cyfluthrin II⁴ Cyfluthrin III⁵ Cyfluthrin IV⁶ Cyhalothrin (lambda)⁷ Cypermethrin I (Zeta)⁸ Cypermethrin II⁹ Cypermethrin III (Beta)¹⁰ Cypermethrin IV¹¹ Cyprodinil¹² Fenvalerate I¹³ Fenvalerate II¹⁴ Flucythrinate I¹⁵ Flucythrinate II¹⁶ Permethrin I¹⁷ Permethrin II (trans)¹⁸ Phenothrin II¹⁹ Resmethrin-cis (Cismethrin)²⁰ Tetramethrin II²¹

-Oranophosphorus group (10) Azinphos-ethyl¹ Azinphos-methyl² Coumaphos³ Edifenphos⁴ Parathion⁵ Phosmet⁶ Profenofos⁷ Pyraclofos⁸ Pyridaphenthion⁹ Triazophos¹⁰

-Organonitrogen group (14) Carbophenothion¹ Chlorfenapyr² Dichlofluanid³ Dimethachlor⁴ Ethalfluralin⁵ Fluchloralin⁶ Fludioxonil⁷ Hexazinone⁸ Oxyfluorfen⁹ Pendimethalin (Penoxaline)¹⁰ Profthuralin¹¹ Tetrahydrophthalimide,cis-1,2,3,6-¹² Tolyfluanid¹³ Trifluralin¹⁴

-Organochlorine (4) Chlorbenside¹ Endrin aldehyde² Mirex³ Tetrachlorvinphos, E-isomer⁴

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. ได้นำข้อมูลผลการดำเนินการในปี 2560 เพื่อยื่นขอการรับรอง และได้รับการรับรองวิธีการตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชแบบรวม จำนวน 64 ชนิดในกลุ่มผักใบ พืชผักตระกูลแตงและมะเขือ และผลไม้ตระกูลส้ม ด้วยเทคนิค GC-MS/MS ของห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง กลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร ว่ามีระบบคุณภาพและความสามารถเป็นไปตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2005 จากสำนักมาตรฐานห้องปฏิบัติการ กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข หมายเลขทะเบียน 1095/49 เมื่อวันที่ 22 พฤศจิกายน พ.ศ. 2560 ถึงวันที่ 21 พฤศจิกายน 2562 เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพ รวดเร็ว ลดการใช้สารเคมี และลดต้นทุนการตรวจวิเคราะห์ ทำให้ผลการตรวจวิเคราะห์มีความถูกต้องแม่นยำ สามารถตรวจสอบย้อนกลับได้ สร้างความเชื่อมั่นและลดข้อโต้แย้งของผลการวิเคราะห์

2. นำวิธีวิเคราะห์ที่ผ่านการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชแบบรวมจำนวน 162 ชนิด ในกลุ่มผักใบ พืชผักตระกูลแตงและมะเขือ และผลไม้ตระกูลส้ม ด้วยเทคนิค GC-MS/MS ไปขยายขอบข่ายวิธีการตรวจวิเคราะห์และขอการรับรองตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025:2017 เพิ่มเติม

3. ได้นำวิธีการนี้มาใช้เป็นวิธีในการตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ทำเป็นงานประจำ(Routine) และงานสำรวจสุ่มเก็บตัวอย่างผักผลไม้จากแหล่งผลิตและแหล่งจำหน่าย(monitoring) ของห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง ที่มีประสิทธิภาพ รวดเร็ว ถูกต้องแม่นยำ เป็นการพัฒนาและเพิ่มศักยภาพของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของกรมวิชาการเกษตร

4. ใช้เป็นข้อมูลเผยแพร่ให้ห้องปฏิบัติการของกรมวิชาการเกษตรในส่วนภูมิภาค และห้องปฏิบัติการอื่นๆ นำไปใช้ต่อ

5. นำไปใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับผู้ที่ จะทำการพัฒนาและปรับวิธีการตรวจวิเคราะห์เพื่อให้ได้วิธีการที่ดีและเหมาะสมและมีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น

6. นำไปถ่ายทอดให้แก่ห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้างของกรมวิชาการเกษตร ภาครัฐ และเอกชน นำไปเป็นแนวทางทดสอบและใช้ในการปฏิบัติงานจริงได้ เพื่อเป็นการพัฒนาและเพิ่มศักยภาพของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้างของประเทศไทย

11. เอกสารอ้างอิง

- ทิพวรรณ นิ่งน้อย 2549. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดี่ยว. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข. 124 หน้า
- Codex Alimentarius. 1993. Pesticide Residues in Food, Volume 2, 2nd ed. FAO pp. 147-365
- European Union Reference Laboratory for Pesticide Residue in fruits and Vegetables (EURL-FV). Analysis of pesticide residues in fruit and vegetables with ethyl acetate extraction using gas and liquid chromatography with tandem mass spectrometric detection 0.1. (<http://www.crl-pesticides.eu>)
- Food and Drug Administration (FDA). 2005. Validation and Verification Guidance for Human Drug Analytical Method. ORA Laboratory Procedure. USA.
- Food Standard Agency. 2004. Food Standard Agency Information Bulletin on Methods of Analysis and Sampling for Foodstuffs. Institute of Food Research, UK. www.food.gov.uk.
- Guideline on Good Laboratory Practice in Pesticide Residue Analysis CAC/GL 40-1993
- 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.
- P. Parrilla Vazquez, E. Hakme, S. Uclas, V. Cutillas, M. Martinez Galera, A.R. Mughari, A.R. Fernandez-Alba, Large multiresidue analysis of pesticides in edible vegetable oils by using efficient solid-phase extraction sorbents based on quick, easy, cheap, effective, rugged and safe methodology followed by gas chromatography-tandem mass spectrometry, J. Chromatogr. A 1463 (2016) 20–31.
- SANTE/11945/2015 (2015) Guidance document on analytical quality control and validation procedure for pesticide residues analysis in food and feed. European Commission.
- T. Pihlström et al. (2007). Analysis of pesticide residues in fruit and vegetables with ethyl acetate extraction using gas and liquid chromatography with tandem mass spectrometric detection. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 389(6), 1773-1789.

