

รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

1. ชุดโครงการวิจัย : ระบุชื่อชุดโครงการวิจัยตามแบบ ว1-ก ที่ผ่านการอนุมัติ

2. โครงการวิจัย : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของสาร
ป้องกันกำจัดศัตรูพืช
กิจกรรม : การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์เพื่อรับรองมาตรฐาน
ห้องปฏิบัติการ
กิจกรรมย่อย (ถ้ามี) : -

3. ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย) : การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง
ออร์กาโนฟอสเฟส (Organophosphate) ออร์กาโรคลอรีน
(Organochlorine) และไพรีทรอยด์ (Pyrethroid) ในมะม่วง
ของห้องปฏิบัติการ สวพ. 7
ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) : ระบุชื่อการทดลองตามแบบ ว1-ก ที่ผ่านการอนุมัติ

4. คณะผู้ดำเนินงาน
หัวหน้าการทดลอง : นายนิกร โคตรสมบัติ นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ สวพ. 7
ผู้ร่วมงาน : นางอรพิน หนูทอง นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ สวพ. 7

5. บทคัดย่อ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ออร์กาโนฟอสเฟส (Organophosphate) ออร์กาโรคลอรีน (Organochlorine) และไพรีทรอยด์ (Pyrethroid) ในมะม่วง ของห้องปฏิบัติการ สวพ. 7 ได้ผลการทดลองดังนี้ วิธีทดสอบ/เทคนิคที่ใช้ คือ In-house method : based on EN 15662 : 2008, QuEChERS-method วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gas chromatograph ชนิด Flame Photometric Detector (FPD) และชนิด Electron Capture Detector (ECD) พิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีโดยใช้เทคนิค fortified sample ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟส (Organophosphate) ที่ทำการทดสอบได้แก่ Diazinon, Parathion-methyl, Pirimiphos-methyl, Pirimiphos-ethyl, Chlorpyrifos, Profinofos, Ethion และ EPN กลุ่ม ออร์กาโรคลอรีน

(Organochlorine) และไพรีทรอยด์ (Pyrethroid) ได้แก่ Gamm-HCH, Heptachlor, Aldrin, Dicofol, 2,4-DDE, Endosufan (α), Endosufan (β), 2,4-DDD, Dieldrin, Permethrin และ Cypermethrin พารามิเตอร์ที่ใช้ทดสอบ ได้แก่ Range, Linearity, LOD, LOQ, Accuracy และ Precision ผลการทดสอบพบว่า Range ของวิธีการทดสอบนี้ สามารถนำมาตรวจสอบสารพิษตกค้างได้ในช่วงตั้งแต่ 0.01-4.00 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม สำหรับ Linearity พบว่า ค่า Correlation coefficient มีค่ามากกว่า 0.995 ในทุกชนิดสารที่ทดสอบ ได้ค่า Accuracy โดยประเมินจาก %Recovery ผ่านเกณฑ์การยอมรับตามความเข้มข้นของสาร 19 ชนิด ทั้ง 7 ระดับความเข้มข้น อยู่ในช่วง 74-107 เปอร์เซ็นต์ ส่วน Precision ของวิธีทดสอบที่ความเข้มข้น 0.01-4.00 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม พบว่าผลจากการทดสอบ ไม่เกินจากค่าที่คำนวณ ซึ่งประเมินโดยใช้อัตราส่วนของค่า Horwitz (Horwitz 's Ratio, HORRAT) โดยอยู่ในเกณฑ์ การยอมรับ Limit of Detection (LOD) มีค่าเท่ากับ 0.005 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ทุกชนิดสาร และค่า Limit of Quantitation (LOQ) ของสารทั้ง 19 ชนิด มีค่าเท่ากับ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม จากข้อมูลทั้งหมดที่ทดสอบแสดงให้เห็นว่า วิธีการนี้สามารถใช้ตรวจสอบสารพิษตกค้างกลุ่ม ออร์กาโนฟอสเฟส (Organophosphate) ออร์กาโนคลอรีน (Organochlorine) และไพรีทรอยด์ (Pyrethroid) ในมะม่วงได้อย่างถูกต้อง แม่นยำ และน่าเชื่อถือ สามารถ นำข้อมูลไปยื่นขอขยายขอบข่าย การรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการทดสอบสารพิษตกค้างตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 : 2017 จากกรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงการอุดมศึกษา วิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม เพื่อ สร้างมาตรฐานและความน่าเชื่อถือให้กับงานบริการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในตัวอย่างมะม่วง

6. คำนำ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีมีหลายระดับ ในกรณีห้องปฏิบัติการได้คิดพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ขึ้นเอง จะต้องทำแบบ full validation พารามิเตอร์ที่ต้องทดสอบได้แก่ Range, Linearity, Accuracy, Precision, Limit of Detection (LOD), Limit of Quantitation (LOQ) Specification/Selectivity และ Robustness/Ruggedness สำหรับวิธีการวิเคราะห์ที่ได้มาจากห้องปฏิบัติการที่ได้มีการตีพิมพ์ และเป็นที่ยอมรับในระดับสากลมาพัฒนา ปรับเปลี่ยนเล็กน้อย เพื่อให้ได้วิธีที่เหมาะสมสำหรับห้องปฏิบัติการ จึงต้องการเพียง Partial Validation ตัวแปรที่ต้องนำมาพิจารณาได้แก่ Range, Linearity, LOD, LOQ, Accuracy และ Precision แต่ถ้านำวิธีมาตรฐานนั้นมาใช้ วิเคราะห์ทุกขั้นตอน รวมทั้งเครื่องมืออุปกรณ์ชนิดเดียวกัน ให้ตรวจสอบเพียงบางส่วน เช่น Accuracy และ Precision เป็นต้น การวิเคราะห์สารพิษตกค้างในพืช เป็นงานที่ต้องใช้ความรู้และประสบการณ์ของผู้ปฏิบัติงานสูง ใช้เทคนิคทางเคมีในการตรวจหาสารปริมาณน้อยมีความแตกต่างกันของเทคนิควิธีการในการวิเคราะห์ และสิ่งต่างๆในห้องปฏิบัติการ มีผลอย่างยิ่งกับความถูกต้องของข้อมูลผลการวิเคราะห์ ผู้ปฏิบัติต้องฝึกและปฏิบัติมาเป็นอย่างดี มีเครื่องมือในห้องปฏิบัติการที่เหมาะสมและได้มาตรฐานสากล การตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์เป็นงานหลัก

ที่สำคัญของห้องปฏิบัติการ และเป็นเงื่อนไขหนึ่งในการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 เพื่อแสดงให้เห็นว่าวิธีวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการใช้นั้น สามารถให้ผลการทดสอบที่ถูกต้อง แม่นยำ และเหมาะสมกับวัตถุประสงค์ที่จะนำไปใช้ (ยุพดี และคณะ, 2549)

Fajgelj and Ambrus (2000) ได้กล่าวถึงวัตถุประสงค์หลักของการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างแบบรวมคือ การแสดงให้เห็นวิธีการปฏิบัติที่เป็นไปได้สำหรับห้องปฏิบัติการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง โดยให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำ และน่าเชื่อถือ วิธีการที่ใช้ต้องมีความเหมาะสมและมี robustness โดยผู้ช่วยวิจัยจะต้องมีการทดสอบอยู่เสมอ นอกจากนี้การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการอาจรวมถึง ความคงตัวของสารพิษระหว่างขั้นตอนการสกัดตัวอย่างและการวิเคราะห์ (stability of residues during sample processing and analysis) ซึ่งมีความสำคัญต่อการวิเคราะห์สารพิษตกค้างเช่นเดียวกัน สำหรับการตรวจสอบความใช้ได้ในพารามิเตอร์ต่างๆ ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างนั้น Hoogerburgge and Zoonen (2000) กล่าวว่า เป็นสิ่งที่สำคัญมากและสำคัญกว่าวิธีการวิเคราะห์ที่มีการวิจัยและพัฒนาตามสมควรแล้ว ข้อมูลความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ส่วนมากจะถูกเก็บรวบรวมไว้ในรูปของเอกสาร (validation sheets) และเก็บรวบรวมไว้ในฐานข้อมูลเพื่อใช้เป็นข้อมูลสำหรับการดำเนินงานวิจัย หรือเป็นข้อตกลงว่าจะดำเนินการไปตามแผนการวิจัยที่ได้วางไว้ ข้อมูลที่เป็นพารามิเตอร์ที่สำคัญที่ควรได้เก็บรวบรวมไว้ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการได้แก่ limit of detection, trueness, calibration procedure, precision และ confirmation of the results เหล่านี้ล้วนเป็นพารามิเตอร์ที่สำคัญในการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ที่สามารถรับรองและยืนยันผลการวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้องและมีความน่าเชื่อถือ ซึ่งจะนำไปสู่บรรทัดฐานของการปฏิบัติในการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในตัวอย่างผลผลิตทางการเกษตรในห้องปฏิบัติการสารพิษตกค้างกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 7 กรมวิชาการเกษตร จะเห็นได้ว่า การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผลผลิตทางการเกษตรเพื่อความแม่นยำของผลการวิเคราะห์ และเป็นหลักประกันในการรับรองผลที่เป็นสากลนั้นมีความจำเป็นอย่างยิ่ง ที่จะต้องดำเนินการอย่างเร่งด่วน ไม่ใช่เพื่อการรับรองห้องปฏิบัติการ (Accreditation) เท่านั้น แต่เป็นการแสดงให้เห็นถึงความน่าเชื่อถือ และการก้าวทันเทคนิควิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างเทียบเท่านานาชาติประเทศ นั้นหมายถึงผลประโยชน์ที่จะตามมาในการค้าพืชผลเกษตรระหว่างประเทศ

7. วิธีดำเนินการ

- อุปกรณ์

1. สารเคมี

- Acetonitrile
- Sodium chloride (NaCl)
- Magnesium sulfate ($MgSO_4$)
- Sodium citrate dehydrate
- Sodium hydrogen citrate sesquihydrate
- Primary secondary amine (PSA)
- Graphite carbon black (GCB)

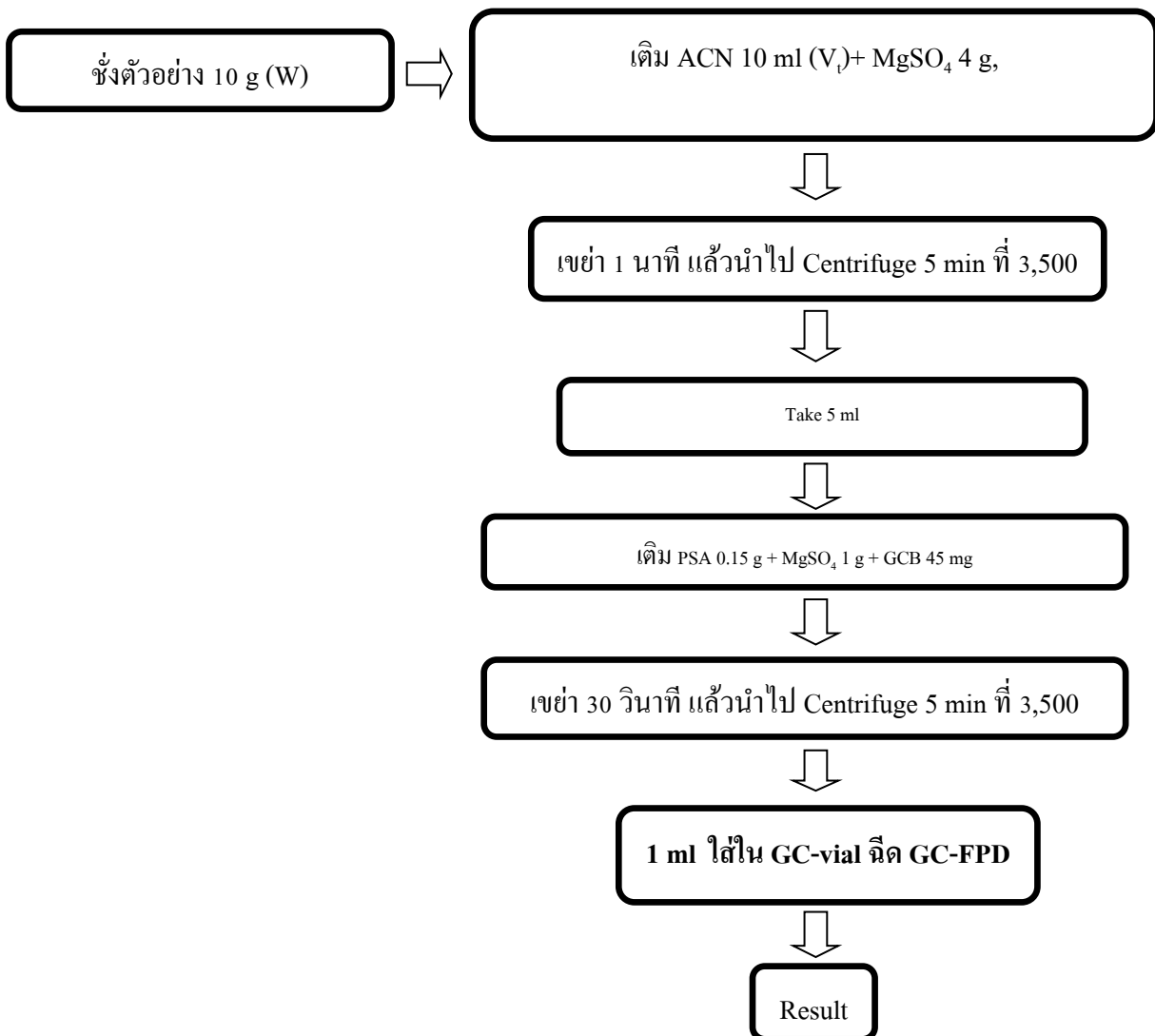
2. เครื่องมือและเครื่องแก้ว

- เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ (GC-FPD, GC-uECD) ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890N
- เครื่อง LC-MS/MS ยี่ห้อ Bruker รุ่น Compact
- เครื่องปั่นย่อย (Robot Coupe) รุ่น R201 Ultra E
- เครื่องปั่นย่อย (Robot Coupe) รุ่น R310/R301 Ultra
- เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น PB 1502-S
- เครื่องชั่งทศนิยม 5 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น XPE205
- เครื่องปั่นเหวี่ยงตกตะกอน (centrifuge) ยี่ห้อ Napco รุ่น 2028R
- เครื่องปั่นเหวี่ยงตกตะกอน (centrifuge) ยี่ห้อ Hermle รุ่น 446K
- ตู้แช่ F1 ยี่ห้อ SANYO รุ่น SF-C99GR
- ตู้แช่ F2 ยี่ห้อ SANYO รุ่น SF-C99GR
- ตู้เย็น SANYO รุ่น SR-F102B GS
- ตู้ Deep Freeze Teco รุ่น DW 40L 525
- Volumetric flask class A ขนาด 5, 10, 25, 50, 100, 250 และ 1000 ml
- Stock bottle สีชา พร้อมฝาปิด ขนาด 25 และ 50 ml
- Pasture pipette และลูกยาง
- Auto sampler vial ขนาด 2 ml
- Beaker ขนาด 500 ml
- ขวด Duran ขนาด 250, 1000 และ 2000 ml

- พาราฟิล์ม (Parafilm)
- Aluminium foil
- หลอดปั่นเหวี่ยงขนาด 50 ml
- Auto pipette ขนาด 10 ul, 200 ul, 1000 ul, 5 ml และ 10 ml

- วิธีการ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ออร์กาโนฟอสเฟส (Organophosphate) ออร์กาโรคลอรีน (Organochlorine) และไพเรทรอยด์ (Pyrethroid) ในมะม่วง ของห้องปฏิบัติการ สวพ. 7 ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ ดังภาพที่ 1



ภาพที่ 1 ผังแสดงวิธีการวิเคราะห์

เมื่อทำการสกัดตัวอย่างตามวิธีการทดสอบครบถ้วนแล้ว จึงทำการทดสอบความใช้ได้ของวิธี ดังรายละเอียดต่อไปนี้

1. ความจำเพาะเจาะจง (Specificity / Selectivity)

วิเคราะห์ Matrix blank กับ Spike matrix blank เปรียบเทียบโครมาโตแกรม ถ้าสัญญาณของ Matrix blank น้อยมากหรือต่ำกว่า LOD แสดงว่าไม่มีสารอื่นในตัวอย่าง ยอมรับวิธีทดสอบว่ามีความจำเพาะ

2. ตรวจสอบ Range

- ทดสอบ Reagent blank, Sample blank และ Fortified sample blank อย่างน้อย 6 ความเข้มข้นๆละ 1 ซ้ำ

- Plot graph ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank (แกน x) กับ Response (แกน Y)

- พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรงประเมินด้วยสายตา

3. การหา Linearity

- ทดสอบ Reagent blank , Sample blank และ Fortified sample blank ที่ความเข้มข้นภายใน Range ของการทดสอบ อย่างน้อย 6 ความเข้มข้นๆละ 3 ซ้ำ

- Plot graph ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank (แกน X) กับ Response (แกน Y) สร้าง Regression line และ สมการถดถอยเชิงเส้น (Linear regression equation)

- คำนวณหาค่า สัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of determination: r) เกณฑ์การยอมรับ ≥ 0.995

4. การหาค่า Limit of Detection (LOD) $LOD = 3 SD$

- วิเคราะห์ Fortified sample blank หรือ Fortified Sample ที่ระดับความเข้มข้นต่ำอย่างน้อย 10 ซ้ำ

- ยืนยันค่า LOD จาก Signal/Noise ของแต่ละสาร > 2

- ค่า LOD = ความเข้มข้นที่วิเคราะห์

5. การหาค่า Limit of Quantitation (LOQ) ค่า $LOQ = 10 SD$

- เตรียม Fortified sample blank หรือ Fortified Sample ที่มีความเข้มข้นต่ำ

- วิเคราะห์ Fortified sample blank หรือ Fortified Sample อย่างน้อย 10 ซ้ำ

- คำนวณหาค่า Accuracy และ Precision เกณฑ์การยอมรับ ต้องผ่านการประเมิน Accuracy และ

Precision

6. ตรวจสอบ Accuracy

- ทดสอบ Reagent blank, Sample blank และ Fortified sample ที่ระดับความเข้มข้นภายในช่วงการทดสอบไม่น้อยกว่า 3 ระดับความเข้มข้น (Low, Medium, High) อย่างน้อยความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ ตามวิธีทดสอบ

1. Sample + Low concentration 10 ซ้ำ
2. Sample + Medium concentration 10 ซ้ำ
3. Sample + High concentration 10 ซ้ำ

- หาค่าเฉลี่ยของผลการทดสอบ Fortified sample (X_2) และค่า Sample blank (X_1)

- ประเมิน Accuracy จากค่า %Recovery

$$\% \text{Recovery} = \frac{X_2 - X_1}{C} \times 100$$

โดยที่ C = ความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่เติมลงในตัวอย่าง

X_1 = ความเข้มข้นของสารในตัวอย่างที่ไม่เติมสารมาตรฐาน (Sample blank)

X_2 = ความเข้มข้นเฉลี่ยของสารมาตรฐานที่วัดได้หลังจากเติมสารมาตรฐาน

- เกณฑ์การยอมรับ Recovery ใช้เกณฑ์กำหนดโดยทั่วไปของ AOAC INTERNATIONAL, (2016)

ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 เกณฑ์การยอมรับ Recovery

Analyte, %	Mass fraction (C)	Unit	Mean recovery, %
100	1	100%	98-102
10	10^{-1}	10%	
1	10^{-2}	1%	97-103
0.1	10^{-3}	0.1%	95-105
0.01	10^{-4}	100 ppm (mg/kg)	90-107
0.001	10^{-5}	10 ppm (mg/kg)	80-110
0.0001	10^{-6}	1 ppm (mg/kg)	
0.00001	10^{-7}	100 ppb ($\mu\text{g/kg}$)	
0.000001	10^{-8}	10 ppb ($\mu\text{g/kg}$)	60-115
0.0000001	10^{-9}	1 ppb ($\mu\text{g/kg}$)	40-120

ที่มา: AOAC INTERNATIONAL, 2016

- เกณฑ์การยอมรับ Recovery ตาม Analyte Recovery ของสารตกค้างจากยาฆ่าแมลง และยา
 สัตว์ตกค้างในอาหาร ของ Codex alimentarius commission (2003) ดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 เกณฑ์การยอมรับ Recovery

Concentration	Repeatability		Reproducibility		Trueness
	CV _A %	CV _L %	CV _A %	CV _L %	Rang of mean % recovery
≤ 1 µg/kg	35	36	53	54	50-120
> 1 µg/kg ≤ 0.01 mg/kg	30	32	45	46	60-120
> 0.01 mg/kg ≤ 0.1 mg/kg	20	22	32	34	70-120
> 0.1 mg/kg ≤ 1 mg/kg	15	18	23	25	70-110
> 1 mg/kg	10	14	16	19	70-110

ที่มา : Codex alimentarius commision, 2003

7. ตรวจสอบ precision

- ทดสอบ Reagent blank , Sample blank และ Fortified sample ที่ระดับความเข้มข้นภายใน
 ช่วงการทดสอบอย่างน้อย 3 ระดับความเข้มข้น (Low, Medium, High) ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ

- 1) Sample + Low Concentration 10 ซ้ำ
- 2) Sample + Medium Concentration 10 ซ้ำ
- 3) Sample + High Concentration 10 ซ้ำ

- บันทึกผลการทดสอบ คำนวณค่าเฉลี่ย X และ SD ของผลการทดสอบ

- คำนวณ % CV = % RSD

$$\% RSD = \frac{SD \times 100}{\bar{X}}$$

- ประเมิน Precision โดยใช้ HORRAT (Horwitz' s ratio) หรือจาก % RSD

$$HORRAT(Horwitz'sRatio) = \frac{\%RSD}{\text{จากการทดลอง}}$$

Predicted Horwitz RSD

Predicted Horwitz RSD คำนวณได้จาก Horwitz equation

$$Re\ peatability : RSD = 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)}$$

เกณฑ์การยอมรับ ตามเกณฑ์กำหนดโดยทั่วไปของ Precision, %RSD ของ AOAC INTERNATIONAL, (2016) ตามตารางที่ 3 ดังนี้

ตารางที่ 3 เกณฑ์กำหนดของ Precision, % RSD ของ AOAC INTERNATIONAL, (2016)

Analyte, %	Mass fraction (C)	Unit	RSD, %
100	1	100%	1.3
10	10^{-1}	10%	1.9
1	10^{-2}	1%	2.7
0.1	10^{-3}	0.1%	3.7
0.01	10^{-4}	100 ppm (mg/kg)	5.3
0.001	10^{-5}	10 ppm (mg/kg)	7.3
0.0001	10^{-6}	1 ppm (mg/kg)	11
0.00001	10^{-7}	100 ppb ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	15
0.000001	10^{-8}	10 ppb ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	21
0.0000001	10^{-9}	1 ppb ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	30

ที่มา: AOAC INTERNATIONAL, 2016

2. เกณฑ์ยอมรับค่า HORRAT (Horwitz' s ratio) ดังนี้

2.1. AOAC < 2

2.2. Codex , EU \leq 2

- เวลาและสถานที่

- ตุลาคม 2560 - กันยายน 2561

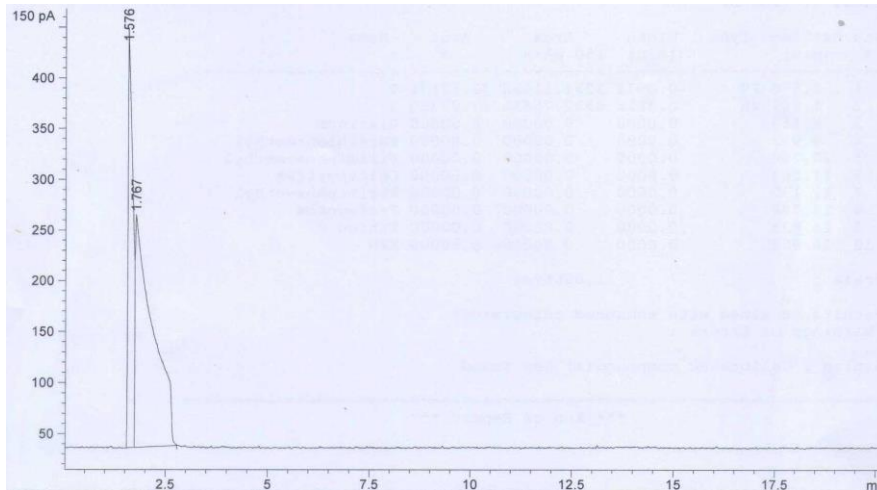
- ห้องปฏิบัติการทดสอบสารพิษตกค้างทางการเกษตร กลุ่มพัฒนาการ

ตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 7 กรมวิชาการเกษตร
จังหวัดสุราษฎร์ธานี

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

1. ความจำเพาะเจาะจง (Specificity / Selectivity)

วิเคราะห์ Matrix blank กับ Spike matrix blank เปรียบเทียบโครมาโตแกรม ถ้าสัญญาณของ Matrix blank น้อยมากหรือต่ำกว่า LOD แสดงว่าไม่มีสารอื่นในตัวอย่าง ยอมรับวิธีทดสอบว่ามีความจำเพาะเจาะจง (ดังภาพที่ 2-5)



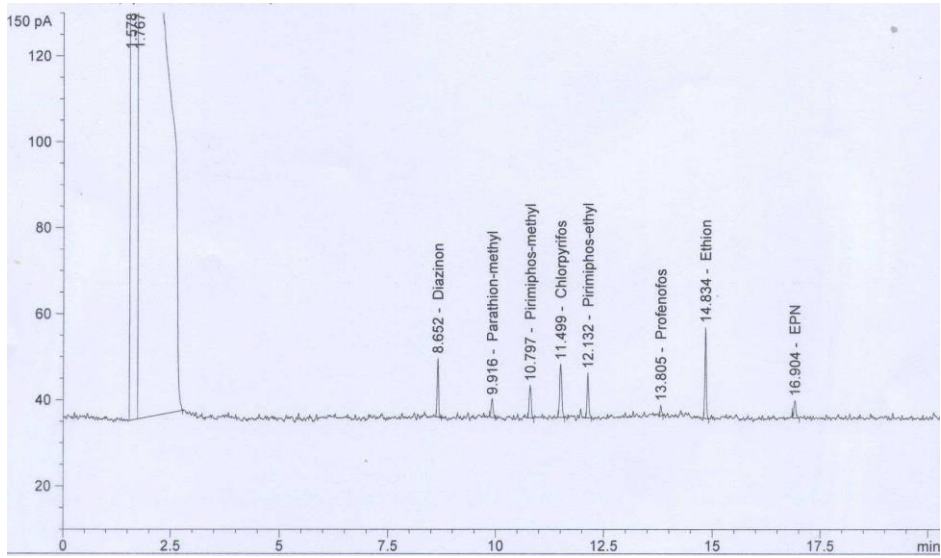
ภาพที่ 2 สัญญาณโครมาโทแกรมของมะม่วง ซึ่งไม่มีสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้าง (Matrix blank mango)

กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟส

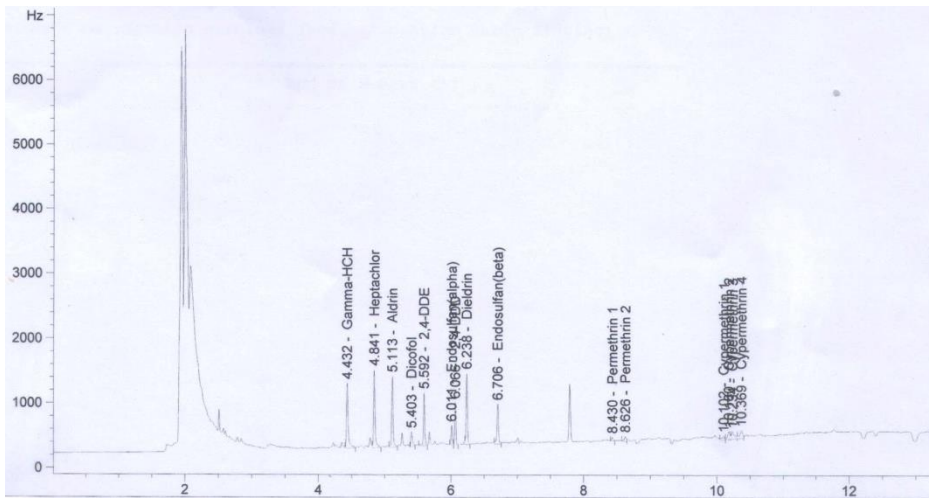


ภาพที่ 3 สัญญาณโครมาโทแกรมของมะม่วง ซึ่งไม่มีสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้าง (Matrix blank mango)

ในกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพริทรอยด์



ภาพที่ 4 สัญญาณโครมาโทแกรมของมะม่วง ที่ Spike matrix blank mango ของสารในกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสที่ระดับใกล้เคียง LOQ



ภาพที่ 5 สัญญาณโครมาโทแกรมของมะม่วง ที่ Spike matrix blank mango ของสารในกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพริทรอยด์ ที่ระดับใกล้เคียง LOQ

ตารางที่ 4 แสดง Retention Time ของ Matrix blank mango และ Spike matrix blank mango ของสารกลุ่ม ออร์กาโนฟอสเฟสในมะม่วง (ข้อมูล n=10 แสดงดังตารางที่ 6)

ชื่อสาร	Matrix blank Retention time (min)	Spike matrix blank Retention time (min) (n=10)
Diazinon	0	8.651 ± 0.002
Parathion-methyl	0	9.915 ± 0.003
Pirimiphos-methyl	0	10.798 ± 0.002
Chlorpyrifos	0	11.501 ± 0.003
Pirimiphos-ethyl	0	12.131 ± 0.001
Profenofos	0	13.804 ± 0.003
Ethion	0	14.835 ± 0.002
EPN	0	16.904 ± 0.003
สารรบกวนอื่นๆ	0	0

ตารางที่ 5 แสดง Retention Time ของ Matrix blank mango และ Spike matrix blank mango ของสารกลุ่ม ออร์กาโนคลอรีนและไพริทรอยด์ในมะม่วง (ข้อมูล n=10 แสดงดังตารางที่ 7)

ชื่อสาร	Matrix blank Retention time (min)	Spike matrix blank Retention time (min) (n=10)
Gamm-HCH	0	4.421± 0.001
Heptachlor	0	4.829 ± 0.001
Aldrin	0	5.101 ± 0.001
Dicofol	0	5.391 ± 0.001
2,4-DDE	0	5.579 ± 0.001
Endosufan (α)	0	5.997 ± 0.001
2,4-DDD	0	6.052 ± 0.001
Dieldrin	0	6.224 ± 0.001
Endosufan (β)	0	6.691 ± 0.001
Permethrin 1	0	8.409 ± 0.001
Permethrin 2	0	8.604 ± 0.002
Cypermethrin 1	0	9.942 ± 0.002
Cypermethrin 2	0	10.150 ± 0.002
Cypermethrin 3	0	10.205 ± 0.002
Cypermethrin 4	0	10.339 ± 0.002
รวมกวนอื่นๆ	0	0

ตารางที่ 6 แสดงผล Retention Time ของ Spike matrix blank mango ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟสในมะม่วง

ครั้งที่	Retention Time							
	Diazinon	Parathion-methyl	Pirimiphos-methyl	Chlorpyrifos	Pirimiphos-ethyl	Profenofos	Ethion	EPN
1	8.652	9.916	10.797	11.499	12.132	13.805	14.834	16.904
2	8.651	9.911	10.797	11.500	12.132	13.806	14.835	16.902
3	8.652	9.915	10.798	11.500	12.131	13.803	14.835	16.903
4	8.652	9.917	10.797	11.499	12.130	13.8	14.834	16.902
5	8.650	9.91	10.796	11.499	12.130	13.803	14.834	16.900
6	8.651	9.914	10.800	11.498	12.131	13.801	14.833	16.900
7	8.653	9.916	10.798	11.504	12.131	13.804	14.835	16.907
8	8.654	9.915	10.799	11.501	12.132	13.801	14.837	16.906
9	8.653	9.914	10.799	11.501	12.132	13.809	14.838	16.911
10	8.645	9.919	10.803	11.507	12.133	13.803	14.837	16.904
เฉลี่ย	8.651	9.915	10.798	11.501	12.131	13.804	14.835	16.904
SD	0.002	0.003	0.002	0.003	0.001	0.003	0.002	0.003

ตารางที่ 7 แสดงผล Retention Time ของ Spike matrix blank mango ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพริทรอยด์ในมะม่วง

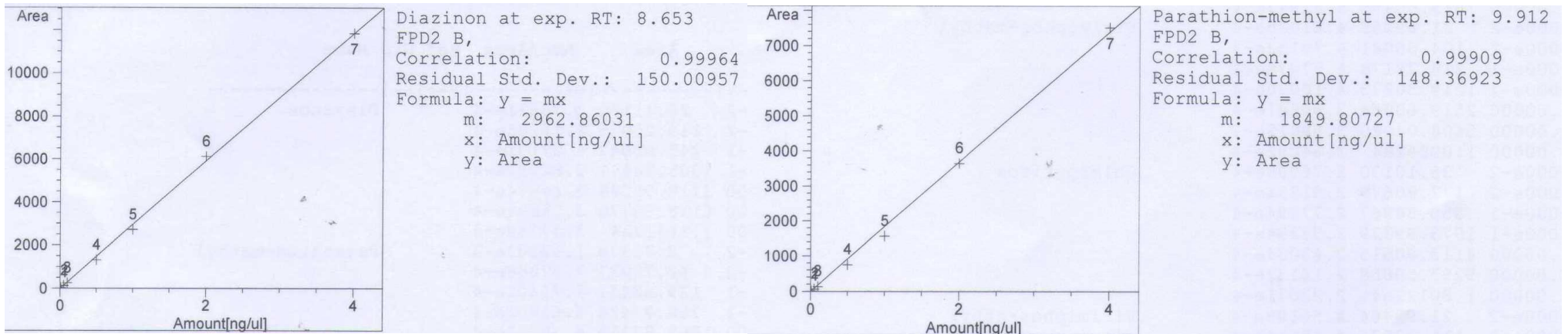
ครั้งที่	Retention Time														
	Gamm-HCH	Heptachlor	Aldrin	Dicofol	2,4-DDE	Endosufan (α)	2,4-DDD	Dieldrin	Endosufan (β)	Permethrin 1	Permethrin 2	Cypermethrin 1	Cypermethrin 2	Cypermethrin 3	Cypermethrin 4
1	4.421	4.830	5.101	5.392	5.580	5.998	6.053	6.225	6.692	8.412	8.607	9.944	10.153	10.209	10.343
2	4.422	4.830	5.102	5.393	5.581	5.999	6.054	6.225	6.693	8.411	8.607	9.944	10.152	10.207	10.342
3	4.420	4.829	5.100	5.391	5.579	5.997	6.052	6.224	6.691	8.408	8.603	9.940	10.149	10.204	10.339
4	4.419	4.828	5.100	5.390	5.579	5.997	6.051	6.223	6.690	8.408	8.604	9.941	10.151	10.203	10.338
5	4.421	4.829	5.101	5.391	5.580	5.997	6.052	6.224	6.691	8.409	8.604	9.942	10.149	10.204	10.339
6	4.421	4.830	5.101	5.391	5.580	5.998	6.053	6.224	6.692	8.410	8.606	9.944	10.150	10.206	10.340
7	4.421	4.829	5.101	5.391	5.579	5.997	6.052	6.224	6.691	8.408	8.604	9.942	10.149	10.204	10.339
8	4.420	4.829	5.100	5.391	5.579	5.997	6.051	6.223	6.690	8.408	8.603	9.941	10.149	10.203	10.338
9	4.421	4.829	5.100	5.391	5.579	5.997	6.051	6.223	6.690	8.408	8.603	9.940	10.148	10.203	10.337
10	4.420	4.828	5.100	5.390	5.578	5.997	6.051	6.223	6.690	8.408	8.603	9.940	10.148	10.203	10.338
ค่าเฉลี่ย	4.421	4.829	5.101	5.391	5.579	5.997	6.052	6.224	6.691	8.409	8.604	9.942	10.150	10.205	10.339
SD	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002

2. ช่วงของการวัด (Working range)

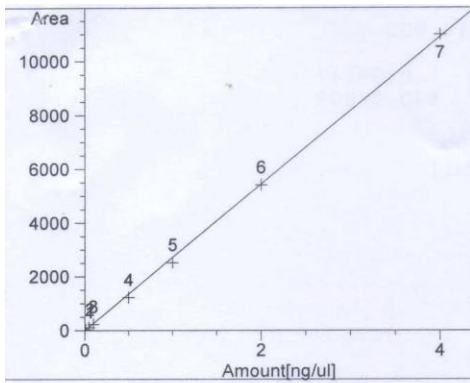
ทดสอบ Sample blank และ Spike/fortified sample blank อย่างน้อย 6 ความเข้มข้นๆละ 1 ซ้ำ (ตารางที่ 8-10) Plot graph ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank (แกน X) กับ Area Response (แกน Y) พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง ประเมินด้วยสายตา (ภาพที่ 6-12)

ตารางที่ 8 ค่าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank mango (แกน X) กับ Area Response (แกน Y) ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟสในมะม่วง

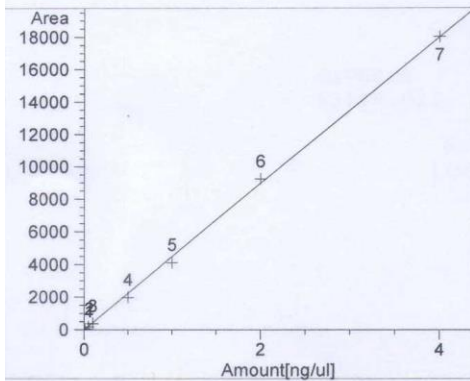
Diazinon		Parathion-methyl		Pirimiphos-methyl		Chlorpyrifos		Pirimiphos-ethyl		Profenofos		Ethion		EPN	
ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area
0.01	26.4117	0.01	8.8338	0.01	21.6907	0.01	36.1013	0.01	21.9246	0.01	6.2083	0.01	40.0393	0.01	14.6485
0.05	119.2507	0.05	62.7284	0.05	104.3508	0.05	177.8068	0.05	111.3304	0.05	22.0069	0.05	162.8310	0.05	73.5054
0.10	245.6395	0.10	129.6343	0.10	218.7818	0.10	359.8497	0.10	227.3861	0.10	41.1782	0.10	333.7325	0.10	151.7837
0.50	1305.5487	0.50	750.9742	0.50	1219.3027	0.50	1973.9933	0.50	1251.0233	0.50	241.8019	0.50	1840.4439	0.50	855.4979
1.00	2710.9529	1.00	1565.8722	1.00	2519.6086	1.00	4113.8062	1.00	2577.2185	1.00	479.9040	1.00	4025.7117	1.00	1736.9270
2.00	6118.3870	2.00	3647.8723	2.00	5408.0498	2.00	9253.5967	2.00	5416.3853	2.00	1294.9828	2.00	10066.0000	2.00	3826.3733
4.00	11841.7000	4.00	7519.6050	4.00	10986.2000	4.00	18012.2000	4.00	11094.1000	4.00	2414.9419	4.00	17142.4000	4.00	7946.2593



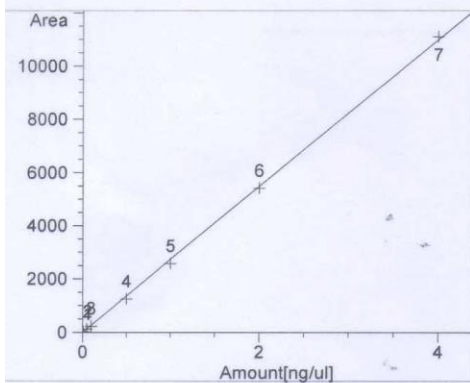
ภาพที่ 6 แสดงช่วงการวัด Working range ของสาร Diazinon และ Parathionmethyl (ที่ความเข้มข้น 0.01-4.00 mg/kg)



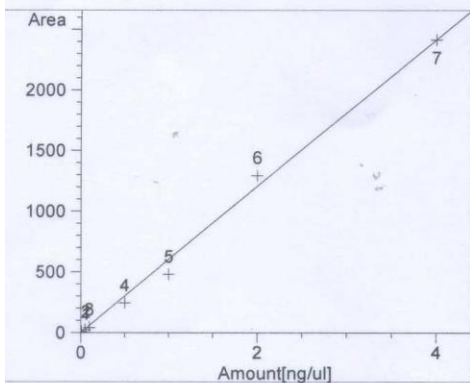
Pirimiphos-methyl at exp. RT: 10.798
 FPD2 B,
 Correlation: 0.99976
 Residual Std. Dev.: 112.39396
 Formula: $y = mx$
 m: 2723.91725
 x: Amount[ng/ul]
 y: Area



Chlorpyrifos at exp. RT: 11.503
 FPD2 B,
 Correlation: 0.99965
 Residual Std. Dev.: 223.68139
 Formula: $y = mx$
 m: 4500.96346
 x: Amount[ng/ul]
 y: Area

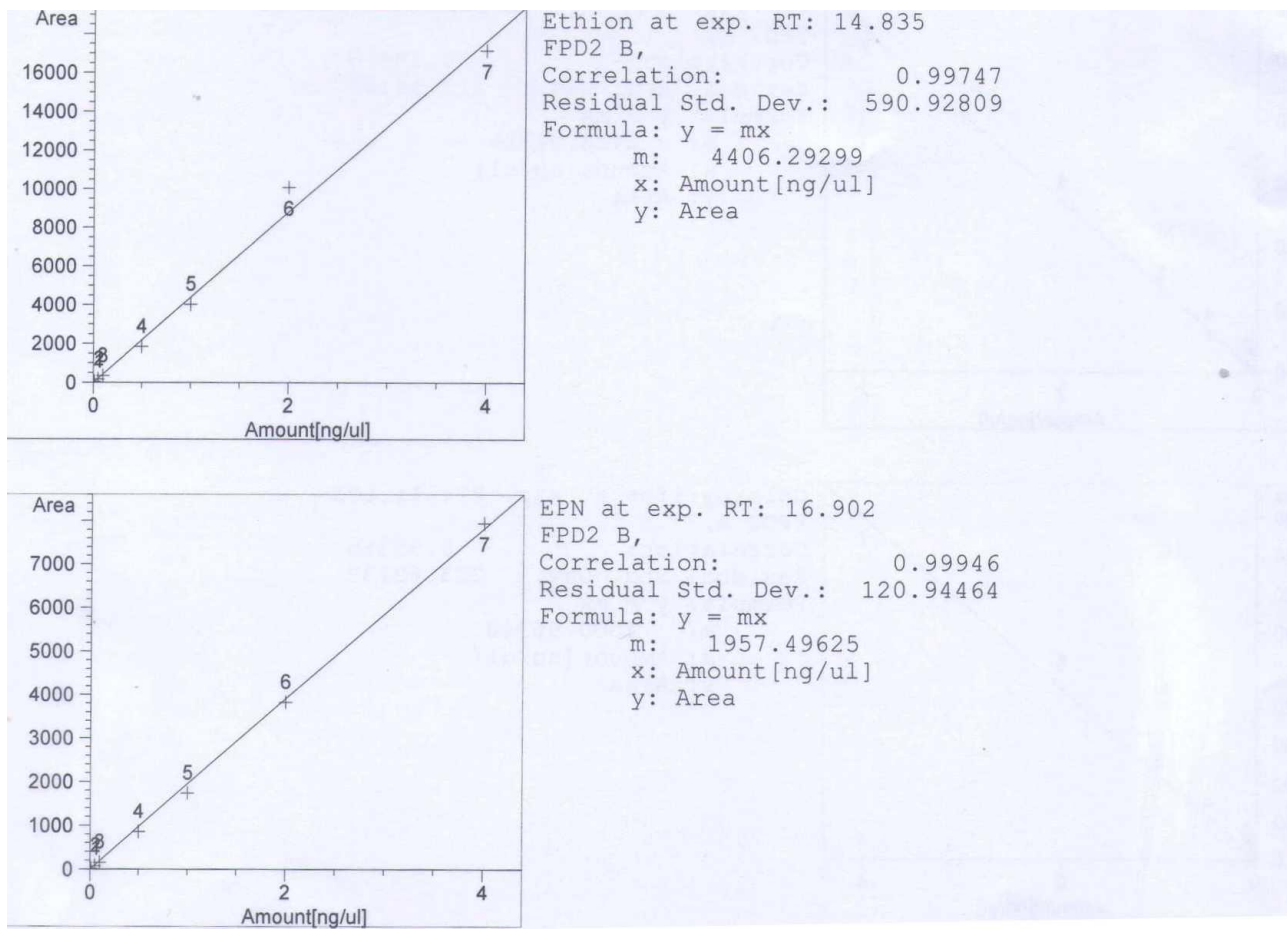


Pirimiphos-ethyl at exp. RT: 12.132
 FPD2 B,
 Correlation: 0.99980
 Residual Std. Dev.: 103.27863
 Formula: $y = mx$
 m: 2748.50163
 x: Amount[ng/ul]
 y: Area



Profenofos at exp. RT: 13.798
 FPD2 B,
 Correlation: 0.99827
 Residual Std. Dev.: 67.10587
 Formula: $y = mx$
 m: 604.62118
 x: Amount[ng/ul]
 y: Area

ภาพที่ 7 แสดงช่วงการวัด Working range ของ Pirimiphos-methyl, Chlorpyrifos, Pirimiphos-ethyl, Profenofos (ที่ความเข้มข้น 0.01-4.00 mg/kg)



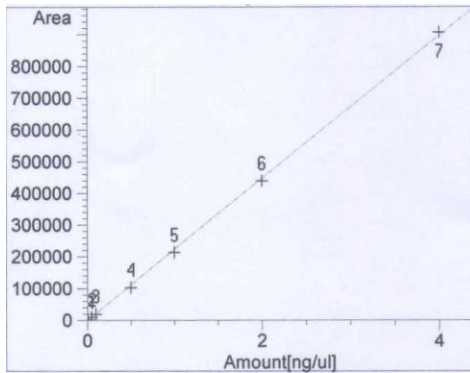
ภาพที่ 8 แสดงช่วงการวัด Working range ของ Ethion และ EPN(ที่ความเข้มข้น 0.01-4.00 mg/kg)

ตารางที่ 9 ค่าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank mango (แกน X) กับ Area Response (แกน Y) ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพริทรอยด์ในมะม่วง

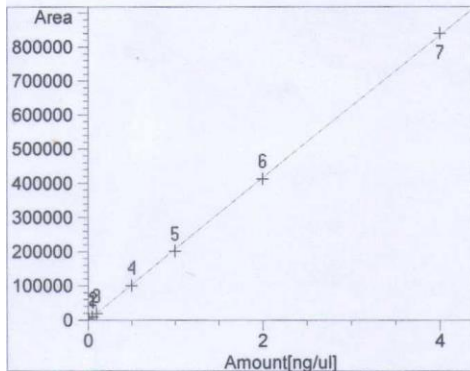
Gamm-HCH		Heptachlor		Aldrin		Dicofol		2,4-DDE		Endosufan (α)		2,4-DDD	
ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area
0.01	1615.3915	0.01	1810.0709	0.01	1689.0914	0.01	435.4279	0.01	1265.6957	0.01	501.2139	0.01	917.0514
0.05	9057.2598	0.05	8640.2481	0.05	8862.8350	0.05	1290.2800	0.05	5335.8545	0.05	2004.9818	0.05	4169.4810
0.10	19093.9000	0.10	18331.7000	0.10	18621.5000	0.10	2566.0527	0.10	11347.8000	0.10	4240.4658	0.10	8855.8965
0.50	102431.0000	0.50	100413.0000	0.50	97575.2000	0.50	13294.9000	0.50	59107.6000	0.50	23204.6000	0.50	48217.7000
1.00	212418.0000	1.00	201205.0000	1.00	194630.0000	1.00	26586.9000	1.00	118824.0000	1.00	46910.7000	1.00	98803.8000
2.00	438414.0000	2.00	412844.0000	2.00	394738.0000	2.00	55062.3000	2.00	242988.0000	2.00	97504.3000	2.00	208399.0000
4.00	905751.0000	4.00	839891.0000	4.00	796576.0000	4.00	116841.0000	4.00	517172.0000	4.00	205182.0000	4.00	447508.0000

ตารางที่ 10 ค่าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank mango (แกน X) กับ Area Response (แกน Y) ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพริทรอยด์ในมะม่วง (ต่อ)

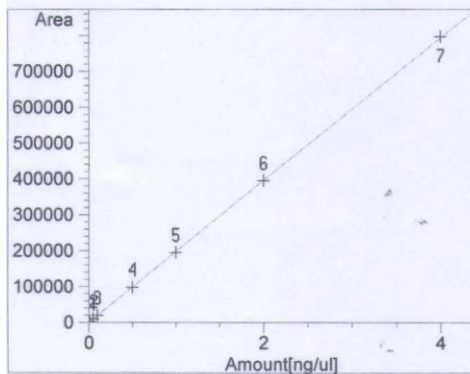
Dieldrin		Endosufan (β)		Permethrin 1		Permethrin 2		Cypermethrin 1		Cypermethrin 2		Cypermethrin 3		Cypermethrin 4	
ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area
0.01	1622.6089	0.01	1045.3873	0.01	350.5270	0.01	411.4579	0.01	558.0458	0.01	357.3256	0.01	416.9969	0.01	402.5337
0.05	8236.8906	0.05	4249.7300	0.05	368.3471	0.05	560.1157	0.05	1171.4255	0.05	1081.0165	0.05	907.6614	0.05	1097.6951
0.10	18177.0000	0.10	8857.6563	0.10	714.6285	0.10	1018.9308	0.10	2164.8838	0.10	2247.6658	0.10	1745.9089	0.10	2212.9363
0.50	95333.5000	0.50	48804.2000	0.50	3655.4500	0.50	4909.0972	0.50	7241.9688	0.50	9997.4043	0.50	6377.1143	0.50	9665.0186
1.00	192351.0000	1.00	99136.5000	1.00	7253.2012	1.00	9677.4746	1.00	15251.4000	1.00	21254.9000	1.00	13289.1000	1.00	19809.0000
2.00	390741.0000	2.00	215443.0000	2.00	14061.8000	2.00	18913.4000	2.00	31362.0000	2.00	46393.4000	2.00	28171.6000	2.00	40046.3000
4.00	796962.0000	4.00	446352.0000	4.00	28770.5000	4.00	38459.1000	4.00	70864.3000	4.00	101244.0000	4.00	60646.1000	4.00	86012.7000



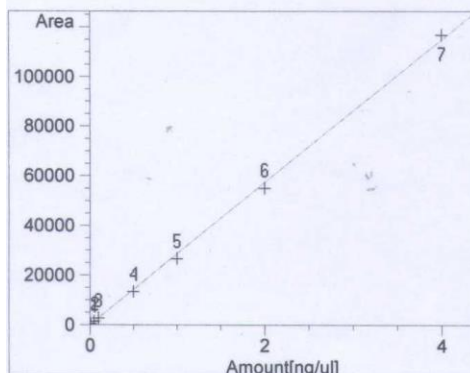
Gamma-HCH at exp. RT: 4.426
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99980
 Residual Std. Dev.: 8447.44442
 Formula: $y = mx$
 m: 224142.05692
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area



Heptachlor at exp. RT: 4.834
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99993
 Residual Std. Dev.: 4618.82644
 Formula: $y = mx$
 m: 208767.82569
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area

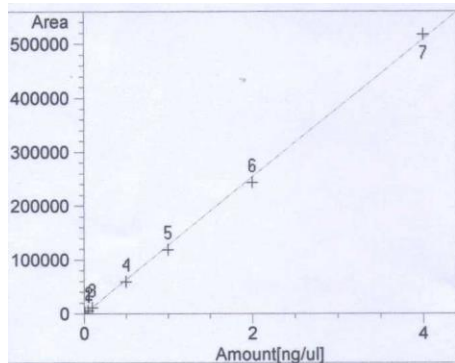


Aldrin at exp. RT: 5.106
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99998
 Residual Std. Dev.: 2317.24645
 Formula: $y = mx$
 m: 198541.97518
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area

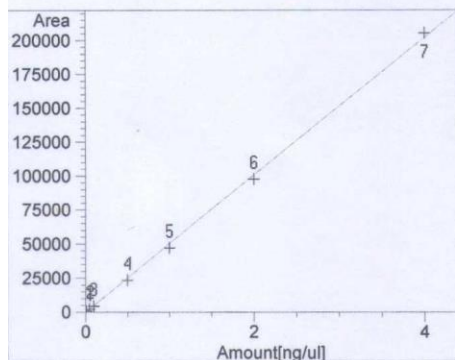


Dicofol at exp. RT: 5.394
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99956
 Residual Std. Dev.: 1597.59187
 Formula: $y = mx$
 m: 28738.17268
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area

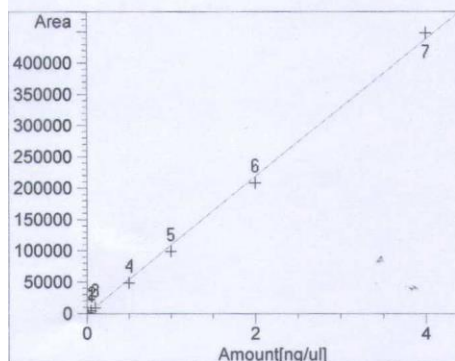
ภาพที่ 9 แสดงช่วงการวัด Working range ของ Gamm-HCH, Heptachlor, Aldrin และ Dicofol (ที่ความเข้มข้น 0.01-4.00 mg/kg)



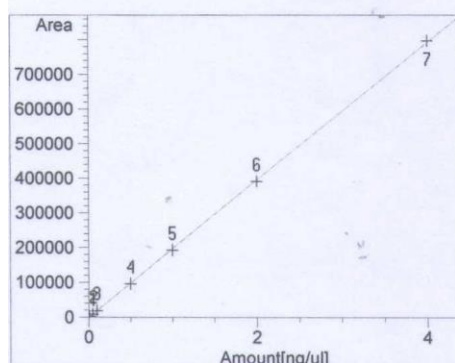
2,4-DDE at exp. RT: 5.585
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99957
 Residual Std. Dev.: 6995.32912
 Formula: $y = mx$
 m: 127193.16050
 x: Amount[ng/ul]
 y: Area



Endosulfan(alpha) at exp. RT: 6.002
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99963
 Residual Std. Dev.: 2591.36692
 Formula: $y = mx$
 m: 50547.92645
 x: Amount[ng/ul]
 y: Area

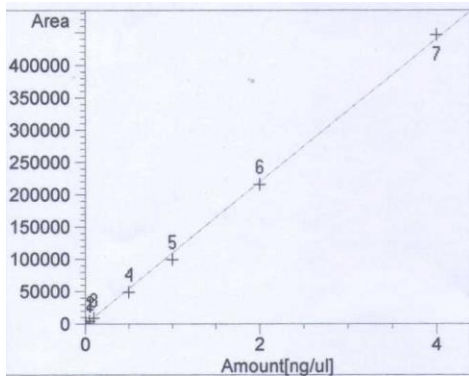


2,4-DDD at exp. RT: 6.058
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99929
 Residual Std. Dev.: 7806.76157
 Formula: $y = mx$
 m: 109621.78041
 x: Amount[ng/ul]
 y: Area

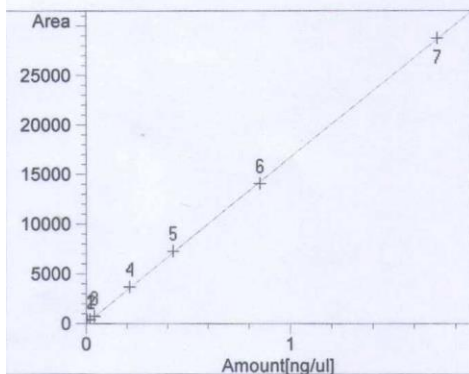


Dieldrin at exp. RT: 6.230
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99994
 Residual Std. Dev.: 4144.14429
 Formula: $y = mx$
 m: 198075.10093
 x: Amount[ng/ul]
 y: Area

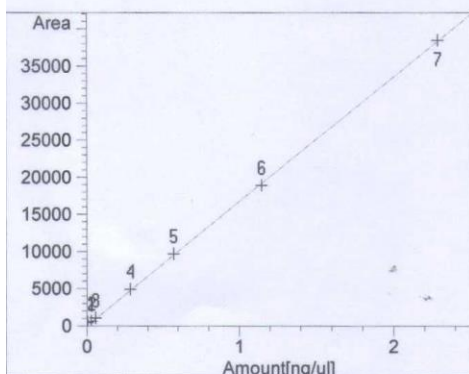
ภาพที่ 10 แสดงช่วงการวัด Working range ของ 2,4-DDE, Endosulfan (α), 2,4-DDD และ Dieldrin (ที่ความเข้มข้น 0.01-4.00 mg/kg)



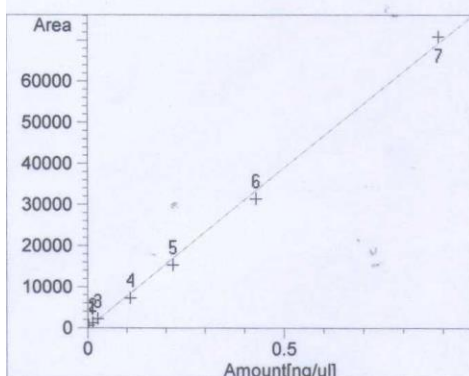
Endosulfan(beta) at exp. RT: 6.696
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99957
 Residual Std. Dev.: 6102.95213
 Formula: $y = mx$
 m: 110096.65128
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area



Permethrin 1 at exp. RT: 8.415
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99993
 Residual Std. Dev.: 157.43667
 Formula: $y = mx$
 m: 16757.87842
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area

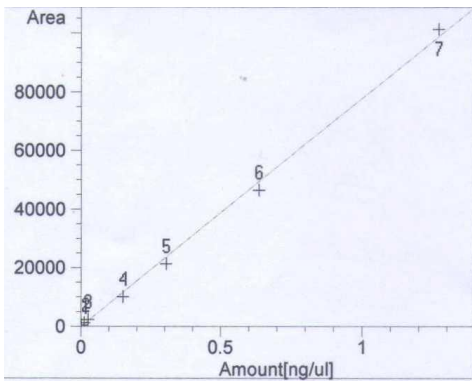


Permethrin 2 at exp. RT: 8.610
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99994
 Residual Std. Dev.: 198.83973
 Formula: $y = mx$
 m: 16757.27685
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area

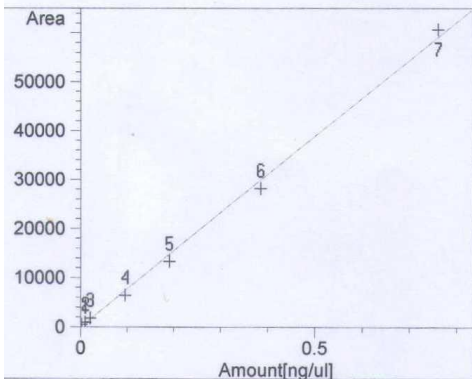


Cypermethrin 1 at exp. RT: 9.956
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99905
 Residual Std. Dev.: 1411.13647
 Formula: $y = mx$
 m: 77883.87203
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area

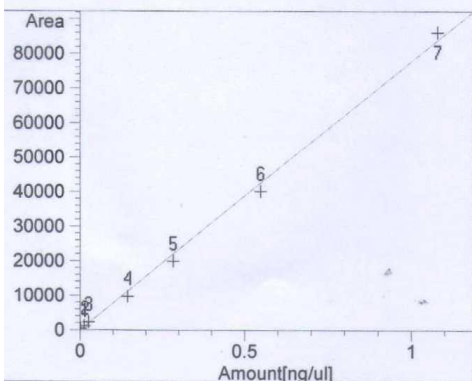
ภาพที่ 11 แสดงช่วงการวัด Working range ของ Endosulfan (β), Permethrin 1, Permethrin 2 และ Cypermethrin 1 (ที่ความเข้มข้น 0.01-4.00 mg/kg)



Cypermethrin 2 at exp. RT: 10.155
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99906
 Residual Std. Dev.: 2013.15235
 Formula: $y = mx$
 m: 77845.20060
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area



Cypermethrin 3 at exp. RT: 10.212
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99902
 Residual Std. Dev.: 1238.62678
 Formula: $y = mx$
 m: 77774.79730
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area



Cypermethrin 4 at exp. RT: 10.346
 ECD2 B,
 Correlation: 0.99898
 Residual Std. Dev.: 1794.24667
 Formula: $y = mx$
 m: 77710.59907
 x: Amount [ng/ul]
 y: Area

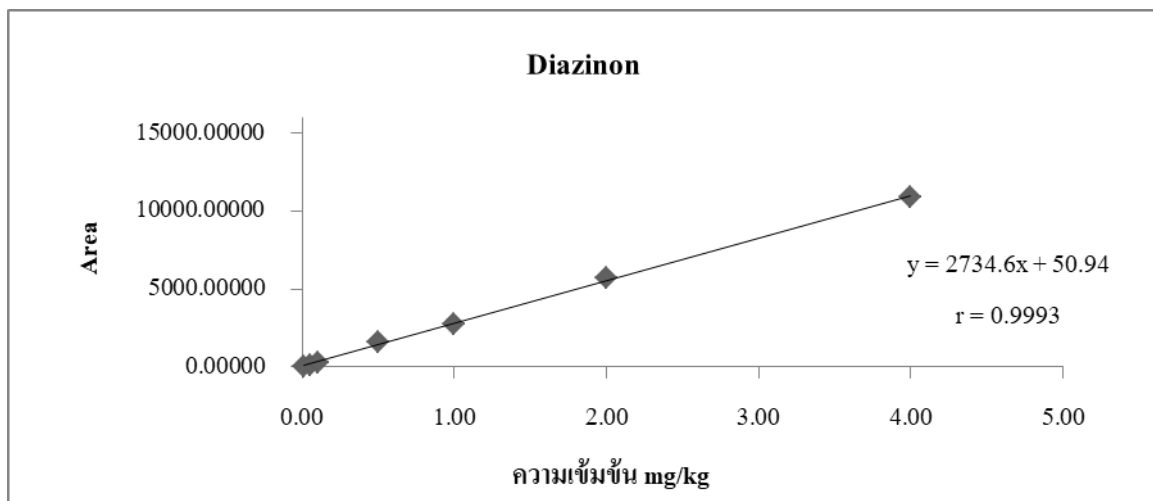
ภาพที่ 12 แสดงช่วงการวัด Working range ของ Cypermethrin 2, Cypermethrin 3 และ Cypermethrin 4 (ที่ความเข้มข้น 0.01-4.00 mg/kg)

3. Linearity

จากการดำเนินการทดสอบ Reagent blank และ Fortified sample blank ที่ความเข้มข้นภายใน Range ของการทดสอบอย่างน้อย 6 ความเข้มข้นๆละ 3 ซ้ำ ผลดังตารางที่ 11-26 จากนั้น Plot graph ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank แกน X กับ (Area response แกน) Y สร้าง (Regression line โดยใช้ Method of least square ใช้ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ Coefficient of determination r เป็นเกณฑ์ในการยอมรับค่า ($r \geq 0.995$) ตามภาพที่ 13-19

3.1 กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟส

ผลดังตารางที่ 11-26 และตามภาพที่ 13-19



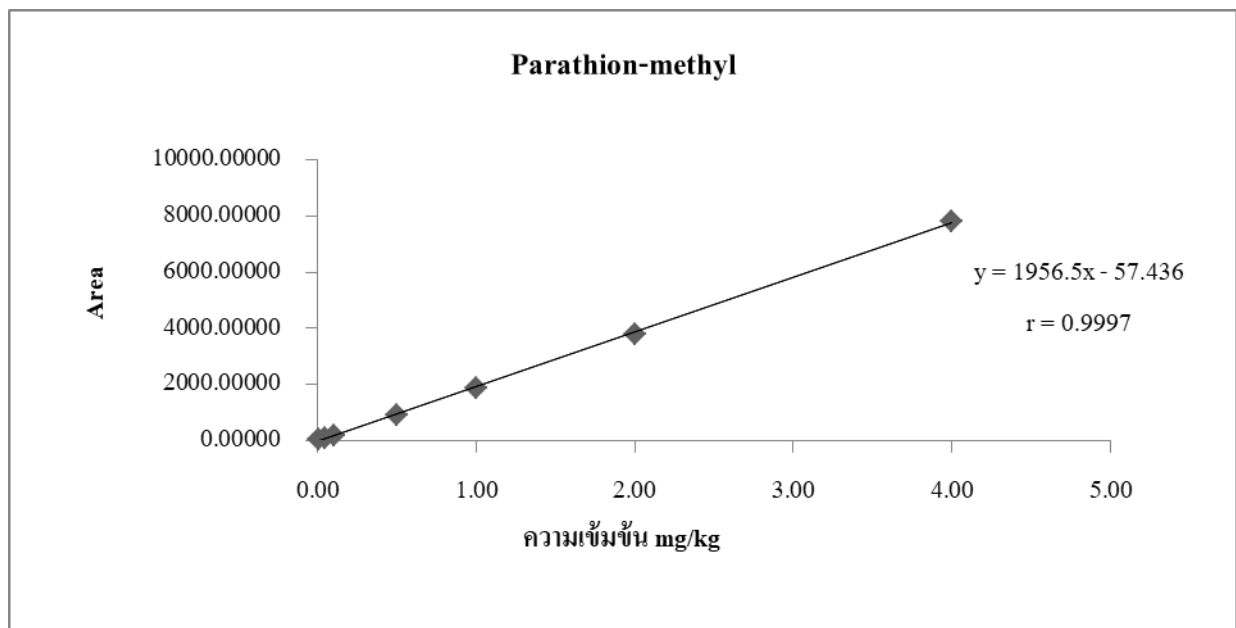
ภาพที่ 13 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Diazinon ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9993$

ตารางที่ 11 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Diazinon

ความเข้มข้น (mg/kg)	Diazinon			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	30.66044	34.45932	32.89602	32.67193
0.05	126.93752	136.51843	130.16751	131.20782
0.10	262.69437	264.18488	261.45618	262.77848
0.50	1576.55725	1569.25195	1568.14978	1571.31966
1.00	2736.20459	2725.33691	2698.26807	2719.93652
2.00	5590.14404	5768.24023	5661.26172	5673.21533
4.00	10733.70000	10964.50000	11038.70000	10912.30000

ตารางที่ 12 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Diazinon

Diazinon							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.010	96.37	0.010	97.49	0.010	95.16	60-120
0.05	0.053	101.83	0.056	105.92	0.055	104.90	70-120
0.10	0.123	117.64	0.122	116.13	0.128	122.42	70-120
0.50	0.542	103.41	0.547	104.41	0.540	103.02	70-110
1.00	1.067	101.71	1.038	98.95	1.032	98.37	70-110
2.00	2.120	101.11	2.097	99.98	2.177	103.81	70-110
4.00	4.391	104.69	4.161	99.21	4.266	101.70	70-110



ภาพที่ 14 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Parathion-methyl ด้วยค่า Coefficient of determination :

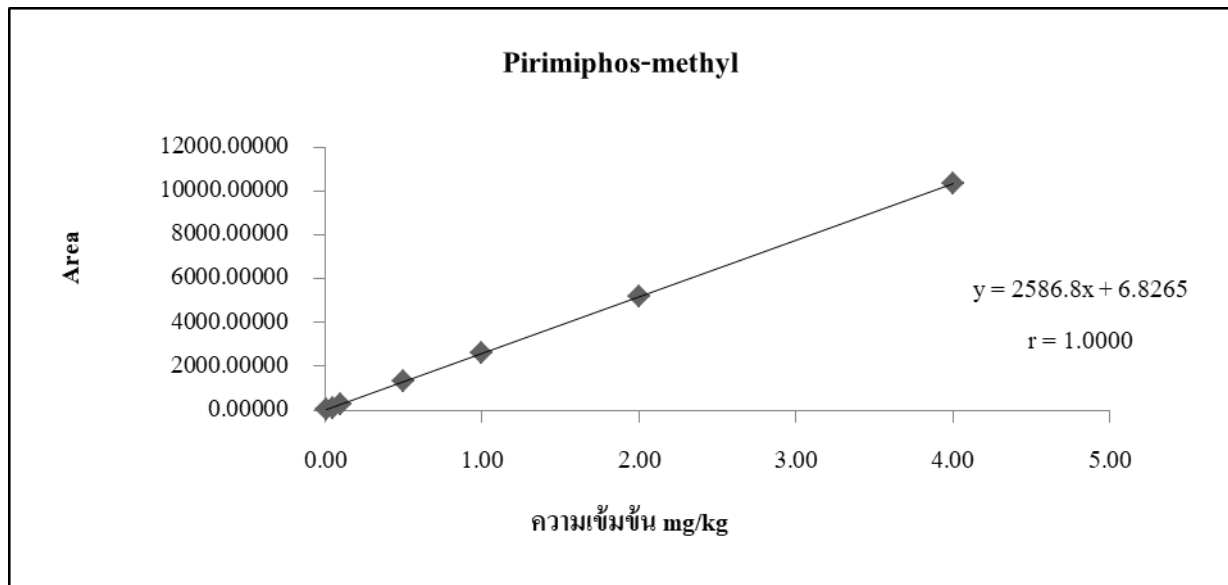
$$r = 0.9997$$

ตารางที่ 13 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Parathion-methyl

ความเข้มข้น (mg/kg)	Parathion-methyl			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	14.46066	13.68829	16.17289	14.77395
0.05	65.49514	66.96842	72.32540	68.26299
0.10	143.67513	152.14804	153.45648	149.75988
0.50	855.05188	896.21924	885.55383	878.94165
1.00	1824.14722	1891.62573	1899.27295	1871.68197
2.00	3969.35938	3645.67578	3746.62329	3787.21948
4.00	7562.30566	7937.69629	7941.79932	7813.93376

ตารางที่ 14 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Parathion-methyl

Pirimiphos-methyl							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.009	81.20	0.011	96.60	0.010	88.67	60-120
0.05	0.058	102.89	0.058	102.35	0.060	105.47	70-120
0.10	0.123	109.00	0.122	107.65	0.123	109.13	70-120
0.50	0.480	84.89	0.506	89.54	0.498	88.02	70-110
1.00	1.054	93.24	1.033	91.39	1.068	94.46	70-110
2.00	1.978	87.46	1.961	86.71	2.099	92.83	70-110
4.00	3.884	85.90	3.858	85.31	3.934	86.99	70-110



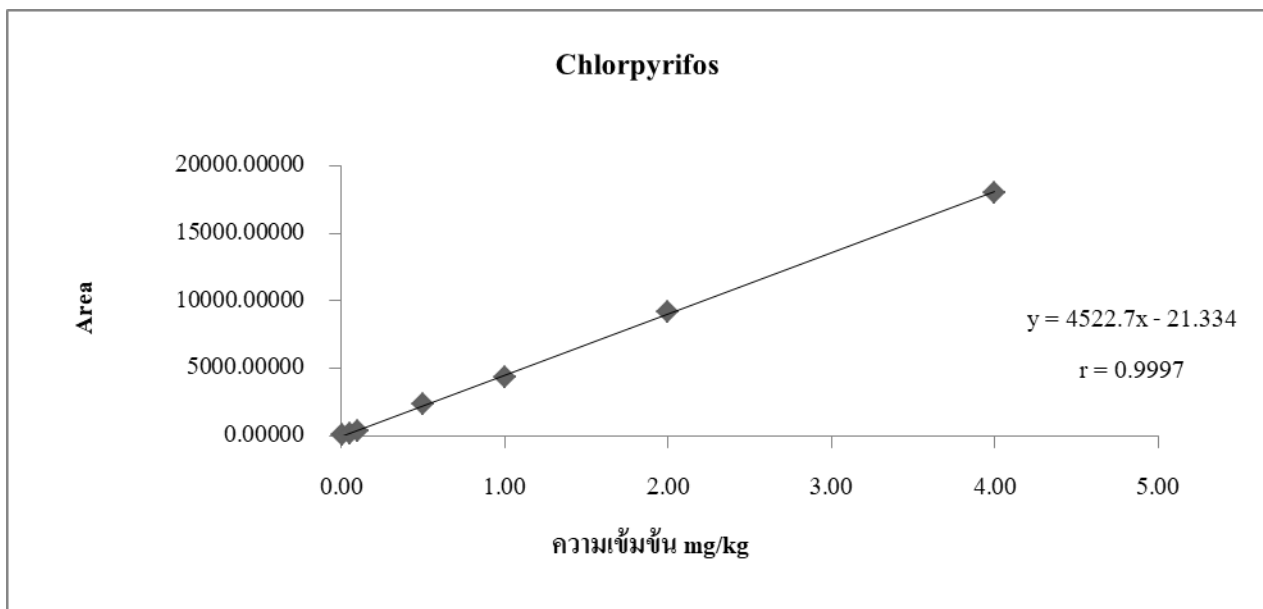
ภาพที่ 15 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Pirimiphos-methyl ด้วยค่า Coefficient of determination :
 $r = 1.0000$

ตารางที่ 15 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Pirimiphos-methyl

ความเข้มข้น (mg/kg)	Pirimiphos-methyl			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	23.78163	28.41813	27.81031	26.67002
0.05	116.94159	117.28412	120.76809	118.33127
0.10	248.30759	252.72499	252.78694	251.27317
0.50	1354.08704	1354.27014	1346.71033	1351.68917
1.00	2607.9541	2615.89111	2558.54541	2594.13021
2.00	5060.81641	5266.51904	5166.95117	5164.76221
4.00	10155.90000	10427.00000	10485.30000	10356.06667

ตารางที่ 16 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Pirimiphos-methyl

Pirimiphos-methyl							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.009	81.20	0.011	96.60	0.010	88.67	60-120
0.05	0.058	102.89	0.058	102.35	0.060	105.47	70-120
0.10	0.123	109.00	0.122	107.65	0.123	109.13	70-120
0.50	0.480	84.89	0.506	89.54	0.498	88.02	70-110
1.00	1.054	93.24	1.033	91.39	1.068	94.46	70-110
2.00	1.978	87.46	1.961	86.71	2.099	92.83	70-110
4.00	3.884	85.90	3.858	85.31	3.934	86.99	70-110



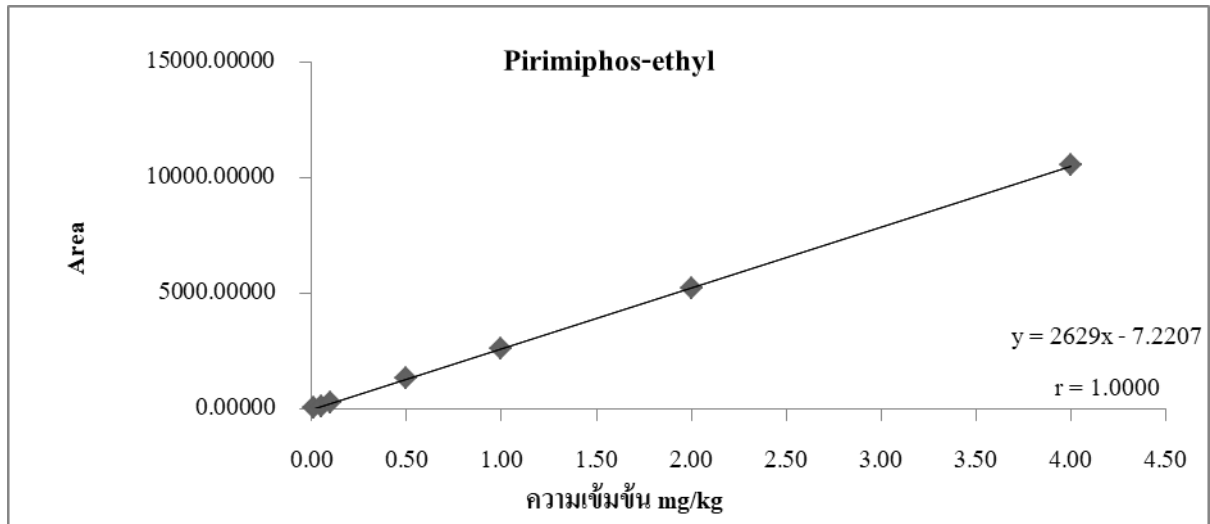
ภาพที่ 16 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Chlorpyrifos ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9997$

ตารางที่ 17 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Chlorpyrifos

ความเข้มข้น (mg/kg)	Chlorpyrifos			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	42.21209	41.89893	42.70668	42.27257
0.05	182.01141	184.64517	188.10025	184.91894
0.10	382.82938	387.59567	387.45721	385.96075
0.50	2318.05469	2349.49341	2325.14868	2330.89893
1.00	4318.94531	4357.33057	4300.95264	4325.74284
2.00	9149.58887	9269.67871	9237.67188	9218.97982
4.00	17770.10000	18139.80000	18108.50000	18006.13333

ตารางที่ 18 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Chlorpyrifos

Chlorpyrifos							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.011	101.89	0.012	116.45	0.012	117.40	60-120
0.05	0.056	106.17	0.055	105.54	0.057	108.64	70-120
0.10	0.121	114.84	0.121	115.14	0.120	114.77	70-120
0.50	0.521	99.37	0.543	103.48	0.530	101.06	70-110
1.00	1.077	102.65	1.052	100.26	1.090	103.87	70-110
2.00	2.011	95.81	2.009	95.73	2.128	101.41	70-110
4.00	4.016	95.67	3.993	95.13	4.032	96.07	70-110



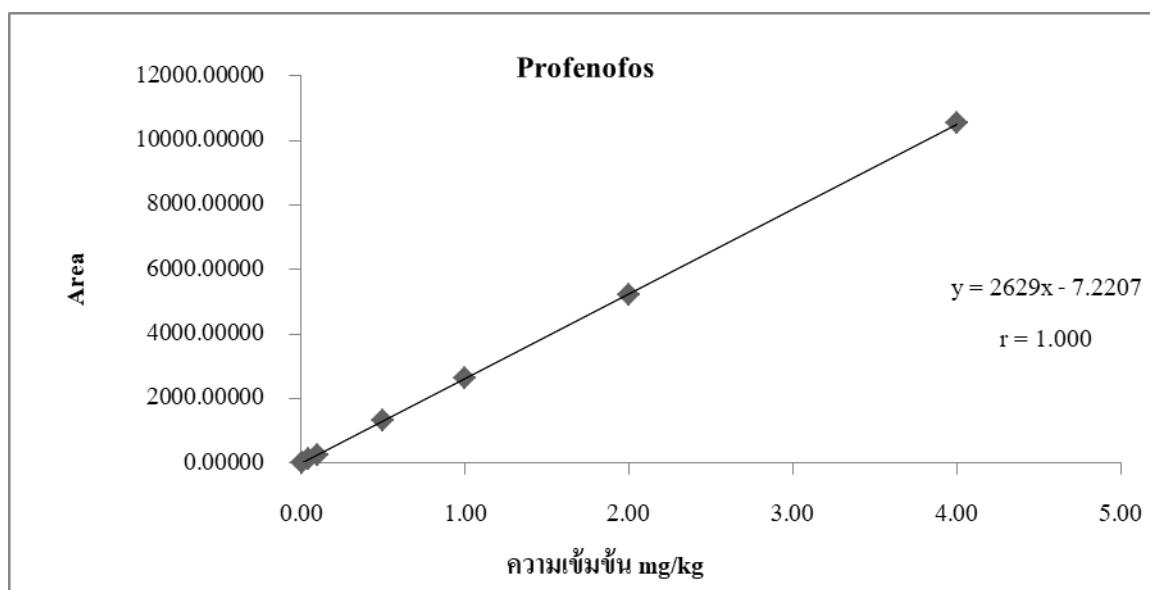
ภาพที่ 16 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Pirimiphos-ethyl ด้วยค่า Coefficient of determination :
 $r = 1.0000$

ตารางที่ 19 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Pirimiphos-ethyl

ความเข้มข้น (mg/kg)	Pirimiphos-ethyl			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	27.67691	26.34473	25.01619	26.34594
0.05	120.57056	119.17888	123.16739	120.97228
0.10	251.86609	254.49661	253.51962	253.29411
0.50	1338.15710	1338.48108	1321.54114	1332.72644
1.00	2636.91211	2638.08521	2599.48926	2624.82886
2.00	5160.23975	5236.27637	5209.72168	5198.25806
4.00	10389.20000	10597.50000	10606.90000	10531.20000

ตารางที่ 20 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Pirimiphos-ethyl

Pirimiphos-ethyl							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.011	99.55	0.010	90.58	0.010	98.15	60-120
0.05	0.055	103.86	0.055	104.05	0.056	106.18	70-120
0.10	0.124	117.37	0.124	116.81	0.125	118.13	70-120
0.50	0.517	97.47	0.531	100.11	0.523	98.55	70-110
1.00	1.036	97.74	1.003	94.57	1.013	95.52	70-110
2.00	1.891	89.17	1.883	88.79	1.941	91.52	70-110
4.00	3.774	88.99	3.717	87.63	3.863	91.08	70-110



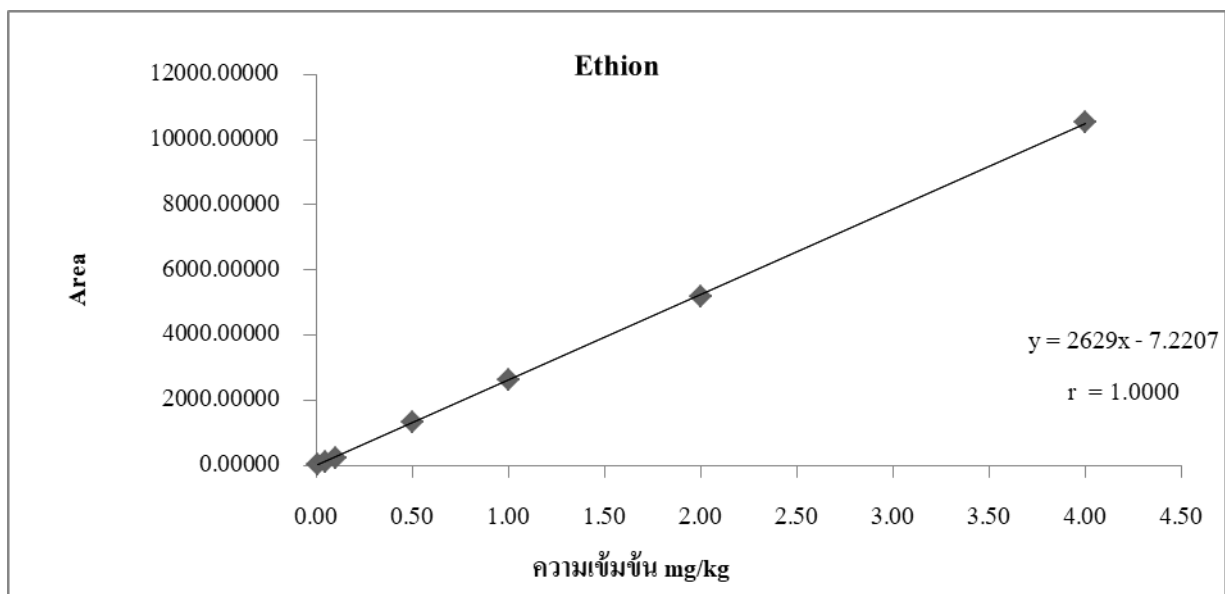
ภาพที่ 17 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Profenofos ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 1.000$

ตารางที่ 21 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Profenofos

ความเข้มข้น (mg/kg)	Profenofos			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	5.57737	5.22742	6.38918	5.73132
0.05	22.61106	26.55098	29.71231	26.29145
0.10	57.57051	60.56907	63.67405	60.60454
0.50	325.92743	324.53445	325.62170	325.36119
1.00	650.40155	632.43530	602.95447	628.59711
2.00	1248.52075	1195.88403	1320.98206	1222.20239
4.00	2615.13916	2556.03369	2230.15576	2467.10954

ตารางที่ 22 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Profenofos

Profenofos							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.009	92.25	0.009	86.46	0.011	105.67	60-120
0.05	0.037	74.79	0.044	87.83	0.049	98.28	70-120
0.10	0.095	95.22	0.100	100.18	0.105	105.31	70-120
0.50	0.539	107.81	0.537	107.35	0.539	107.71	70-110
1.00	1.076	107.57	1.046	104.60	0.997	99.72	70-110
2.00	2.065	103.25	1.978	98.90	2.185	109.24	70-110
4.00	4.325	108.13	4.228	105.69	3.689	92.21	70-110



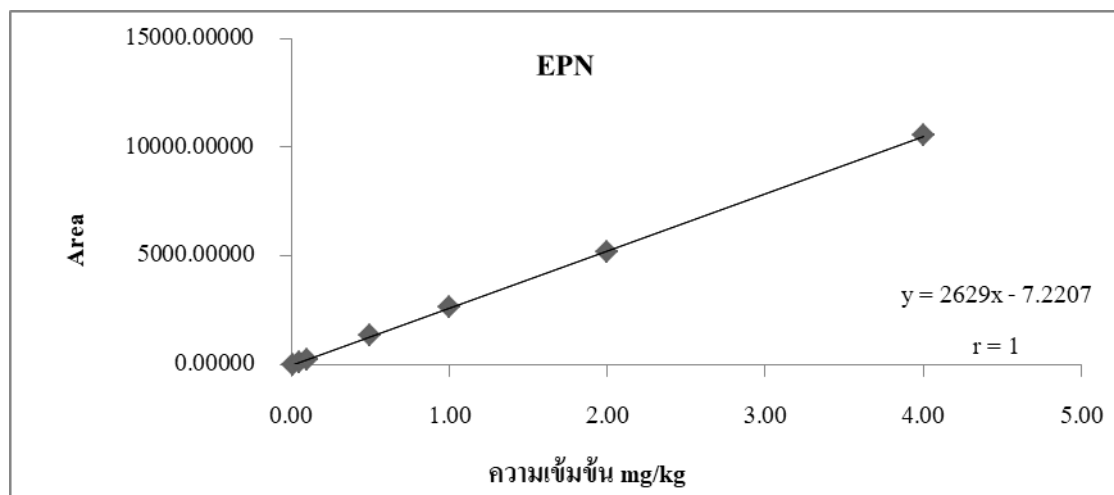
ภาพที่ 18 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Ethion ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 1.000$

ตารางที่ 23 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Ethion

ความเข้มข้น (mg/kg)	Ethion			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	46.80212	45.41851	43.32574	45.18212
0.05	172.28323	171.00595	176.71053	173.33324
0.10	363.56479	367.60300	368.89206	366.68662
0.50	2412.46387	2413.93433	2422.53247	2416.31022
1.00	4341.87793	4377.28760	4349.49609	4356.22054
2.00	9430.36328	8823.43555	9837.55078	9126.89942
4.00	17214.70000	17476.20000	17461.00000	17383.96667

ตารางที่ 24 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Ethion

Ethion							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.011	106.22	0.010	103.08	0.010	98.33	60-120
0.05	0.039	78.20	0.039	77.62	0.040	80.21	70-120
0.10	0.083	82.51	0.083	83.43	0.084	83.72	70-120
0.50	0.548	109.50	0.548	109.57	0.550	109.96	70-110
1.00	0.985	98.54	0.993	99.34	0.987	98.71	70-110
2.00	2.140	107.01	2.002	100.12	2.165	108.26	70-110
4.00	3.907	97.67	3.966	99.15	3.963	99.07	70-110



ภาพที่ 19 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ EPN ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 1.000$

ตารางที่ 25 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ EPN

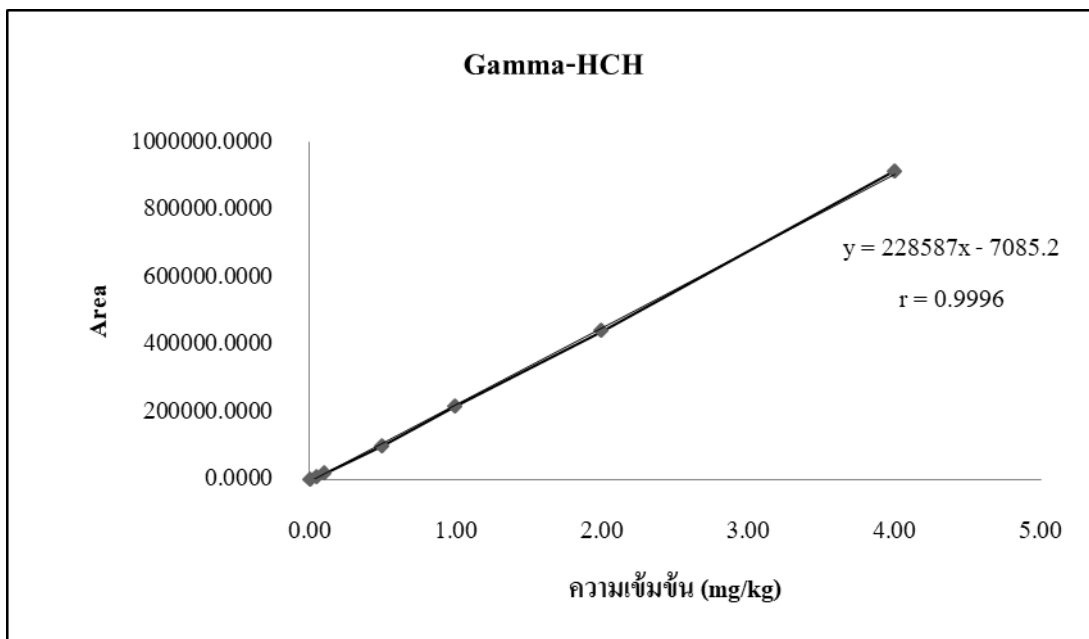
ความเข้มข้น (mg/kg)	EPN			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	14.2825	16.01573	16.16435	15.48753
0.05	72.50153	75.68130	87.06528	78.41604
0.10	155.20152	161.31319	156.98915	157.83462
0.50	872.61536	891.61786	888.85797	884.36373
1.00	1836.18188	1876.49036	1859.33337	1857.33520
2.00	3905.24927	3953.88354	3989.18286	3929.56641
4.00	8095.20605	8280.63477	8332.20898	8236.01660

ตารางที่ 26 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ EPN

EPN							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.007	72.96	0.008	81.82	0.008	82.58	60-120
0.05	0.037	74.08	0.039	77.32	0.044	88.96	70-120
0.10	0.079	79.29	0.082	82.41	0.080	80.20	70-120
0.50	0.446	89.16	0.455	91.10	0.454	90.82	70-110
1.00	0.938	93.80	0.959	95.86	0.950	94.99	70-110
2.00	1.995	99.75	2.020	100.99	2.038	101.90	70-110
4.00	4.135	103.39	4.230	105.76	4.257	106.41	70-110

3.2 กลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพริทรอยด์

ผลดังตารางที่ 27-47 และตามภาพที่ 20-30



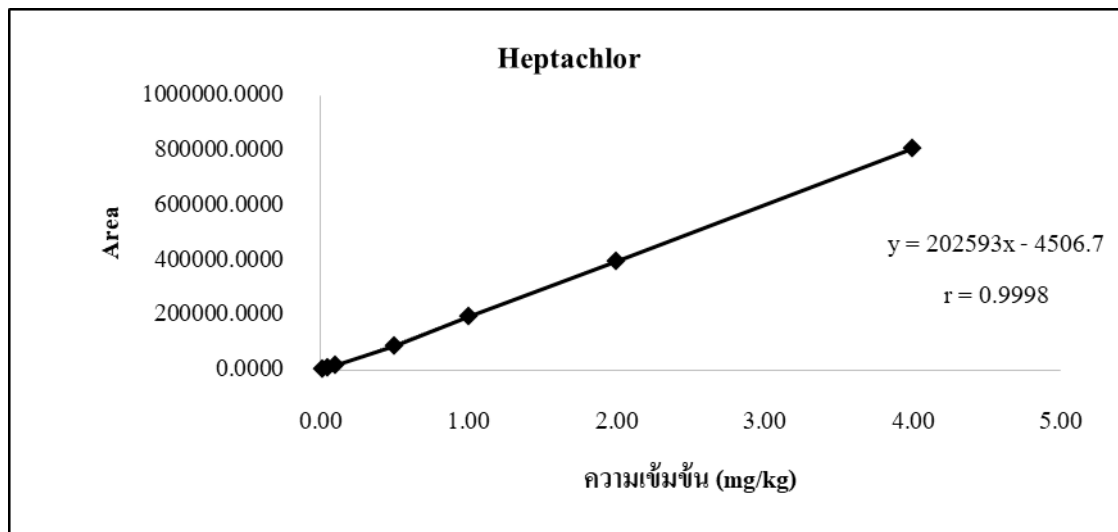
ภาพที่ 20 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Gamm-HCH ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9996$

ตารางที่ 27 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Gamm-HCH

ความเข้มข้น (mg/kg)	Gamm-HCH			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	1431.8059	1399.3816	1689.6565	1506.9480
0.05	9418.3994	9378.2871	9374.0332	9390.2399
0.10	18292.4000	18289.9000	18781.9000	18454.7333
0.50	101404.0000	98011.5000	99467.7000	99627.7333
1.00	218403.0000	220348.0000	217285.0000	218678.6667
2.00	433598.0000	442482.0000	443365.0000	439815.0000
4.00	910240.0000	926372.0000	905113.0000	913908.3333

ตารางที่ 28 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Gamm-HCH

Gamm-HCH							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.006	63.88	0.006	62.43	0.008	75.38	60-120
0.05	0.042	84.41	0.042	83.68	0.042	83.64	70-120
0.10	0.082	81.61	0.082	81.60	0.084	83.79	70-120
0.50	0.452	90.48	0.437	87.45	0.444	88.75	70-110
1.00	0.974	97.44	0.983	98.31	0.969	96.94	70-110
2.00	1.934	96.72	1.974	98.71	1.978	98.90	70-110
4.00	4.061	101.52	4.133	103.32	4.038	100.95	70-110



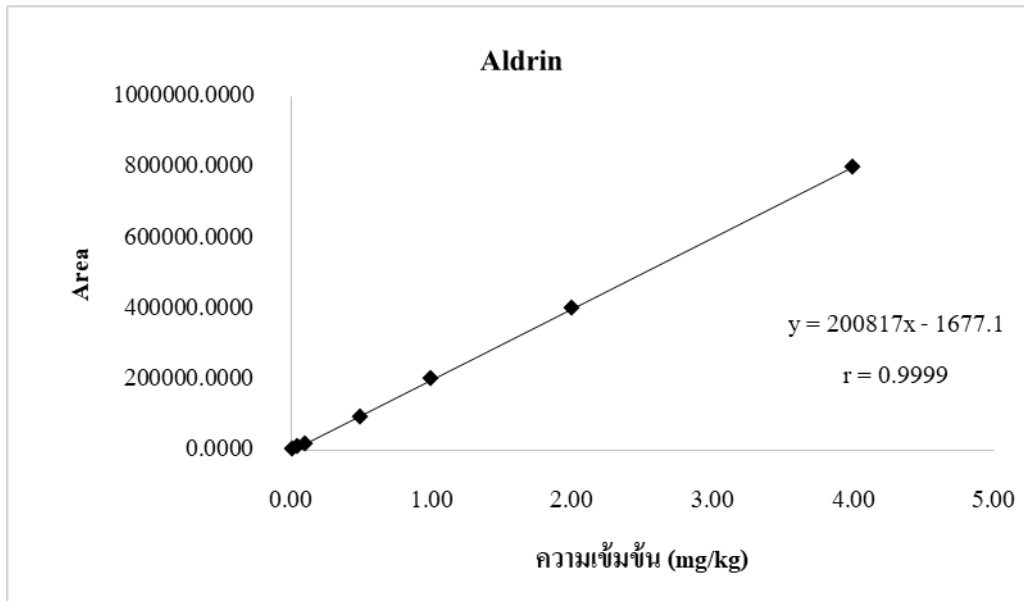
ภาพที่ 21 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Heptachlor ด้วยค่า Coefficient of determination : r = 0.9998

ตารางที่ 28 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Heptachlor

ความเข้มข้น (mg/kg)	Heptachlor			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	1457.7487	1452.7057	1729.8084	1546.7542
0.05	8811.5410	8831.6729	8753.5732	8798.9290
0.10	16611.6000	16779.9000	17616.6000	17002.7000
0.50	91450.6000	88625.0000	89827.1000	89967.5667
1.00	196709.0000	199899.0000	197055.0000	197887.6667
2.00	391296.0000	397214.0000	400000.0000	396170.0000
4.00	805148.0000	822230.0000	799442.0000	808940.0000

ตารางที่ 29 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Heptachlor

Heptachlor							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.007	69.83	0.006	62.43	0.008	82.86	60-120
0.05	0.042	84.41	0.042	84.61	0.042	83.86	70-120
0.10	0.080	79.57	0.080	80.38	0.084	84.38	70-120
0.50	0.438	87.61	0.425	84.90	0.430	86.05	70-110
1.00	0.942	94.22	0.958	95.75	0.944	94.39	70-110
2.00	1.874	93.72	1.903	95.13	1.916	95.80	70-110
4.00	3.857	96.42	3.938	98.46	3.829	95.73	70-110



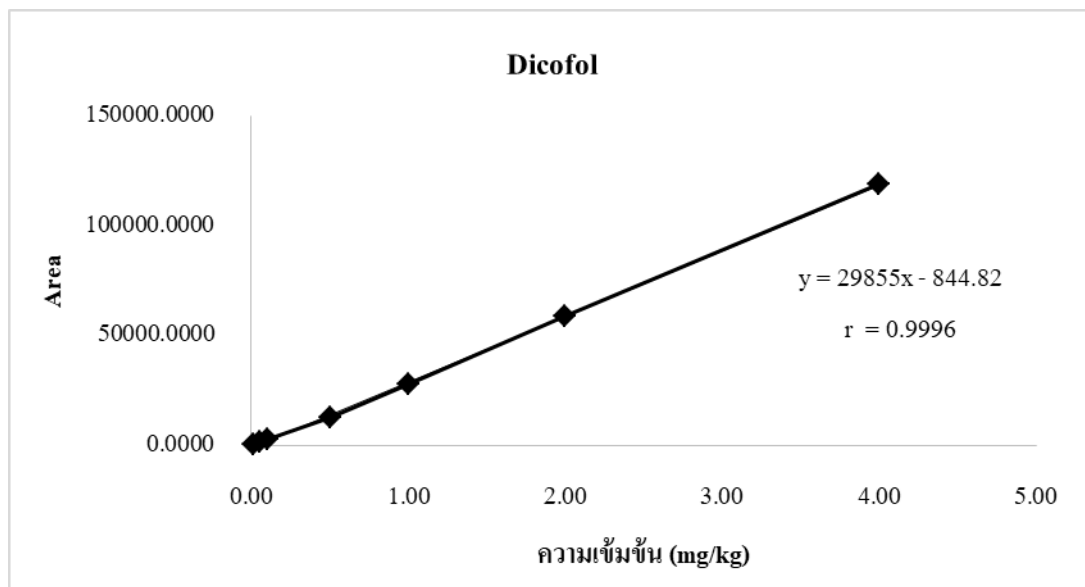
ภาพที่ 22 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Aldrin ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9999$

ตารางที่ 30 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Aldrin

ความเข้มข้น (mg/kg)	Aldrin			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	1397.9255	1394.5211	1650.3729	1480.9399
0.05	9363.3525	9444.6914	9430.2070	9412.7503
0.10	17745.2000	17773.1000	18606.6000	18041.6333
0.50	94991.4000	91259.8000	92175.9000	92809.0333
1.00	201886.0000	204217.0000	201568.0000	202557.0000
2.00	395648.0000	404469.0000	404494.0000	401537.0000
4.00	794133.0000	812592.0000	795314.0000	800679.6667

ตารางที่ 31 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Aldrin

Aldrin							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.007	70.41	0.007	70.24	0.008	83.12	60-120
0.05	0.047	94.32	0.048	95.14	0.047	94.99	70-120
0.10	0.089	89.38	0.090	89.52	0.094	93.72	70-120
0.50	0.478	95.69	0.460	91.93	0.464	92.85	70-110
1.00	1.017	101.68	1.029	102.86	1.015	101.52	70-110
2.00	1.993	99.64	2.037	101.86	2.037	101.87	70-110
4.00	4.000	100.00	4.093	102.32	4.006	100.14	70-110



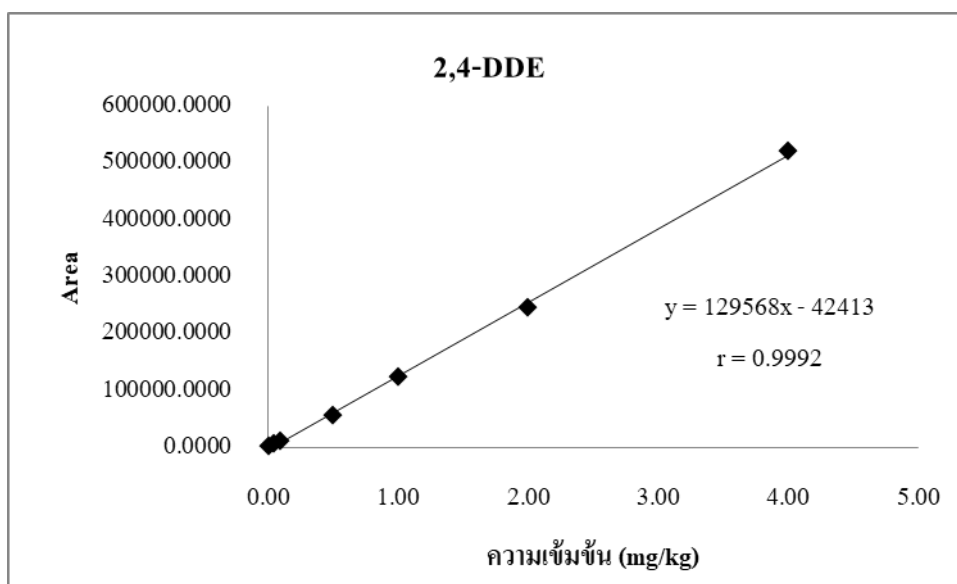
ภาพที่ 23 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Dicofol ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9996$

ตารางที่ 32 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Dicofol

ความเข้มข้น (mg/kg)	Dicofol			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	265.1734	268.7731	285.8408	273.2624
0.05	1446.4310	1463.4303	1464.7719	1458.2111
0.10	2554.8567	2573.5239	2653.6379	2594.0062
0.50	13321.3000	12612.7000	12956.8000	12963.6000
1.00	27788.5000	27728.0000	27698.7000	27738.4000
2.00	58377.7000	58585.0000	58866.6000	58609.7667
4.00	117949.0000	121737.0000	117718.0000	119134.6667

ตารางที่ 33 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Dicofol

Dicofol							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.009	92.27	0.009	93.52	0.010	99.46	60-120
0.05	0.050	100.66	0.051	101.61	0.051	101.85	70-120
0.10	0.089	88.90	0.090	89.55	0.092	92.34	70-120
0.50	0.464	92.71	0.439	87.78	0.451	90.17	70-110
1.00	0.967	96.70	0.965	96.48	0.964	96.38	70-110
2.00	2.031	101.57	2.039	101.93	2.048	102.42	70-110
4.00	4.104	102.61	4.236	105.90	4.096	102.41	70-110



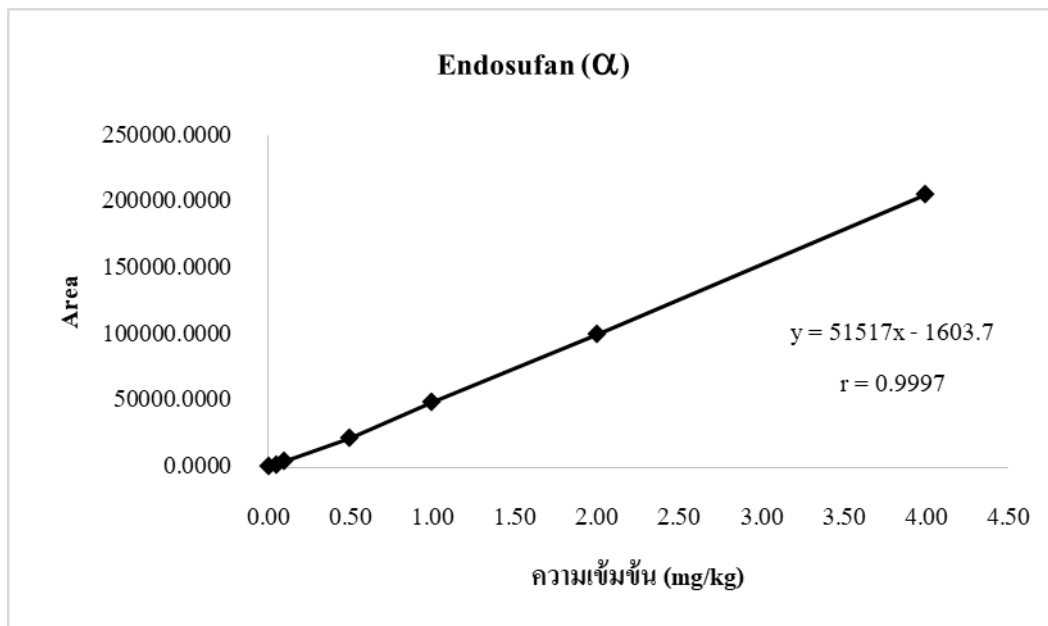
ภาพที่ 24 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ 2,4-DDE ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9992$

ตารางที่ 34 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ 2,4-DDE

ความเข้มข้น (mg/kg)	2,4-DDE			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	948.0707	939.3646	1115.1075	1000.8476
0.05	6050.3921	6208.2124	6184.1606	6147.5884
0.10	10631.5000	10636.0000	11429.1000	10898.8667
0.50	58164.4000	54469.2000	55400.6000	56011.4000
1.00	123572.0000	124472.0000	123021.0000	123688.3333
2.00	243212.0000	247646.0000	248427.0000	245429.0000
4.00	516439.0000	526850.0000	515594.0000	519627.6667

ตารางที่ 35 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ 2,4-DDE

2,4-DDE							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.007	74.54	0.007	73.85	0.009	87.67	60-120
0.05	0.048	95.14	0.049	97.62	0.049	97.24	70-120
0.10	0.084	83.59	0.083	83.21	0.090	89.86	70-120
0.50	0.457	91.46	0.428	85.65	0.436	87.11	70-110
1.00	0.972	97.15	0.979	97.86	0.967	96.72	70-110
2.00	1.912	95.61	1.947	97.35	1.953	97.66	70-110
4.00	4.060	101.51	4.142	103.55	4.054	101.34	70-110



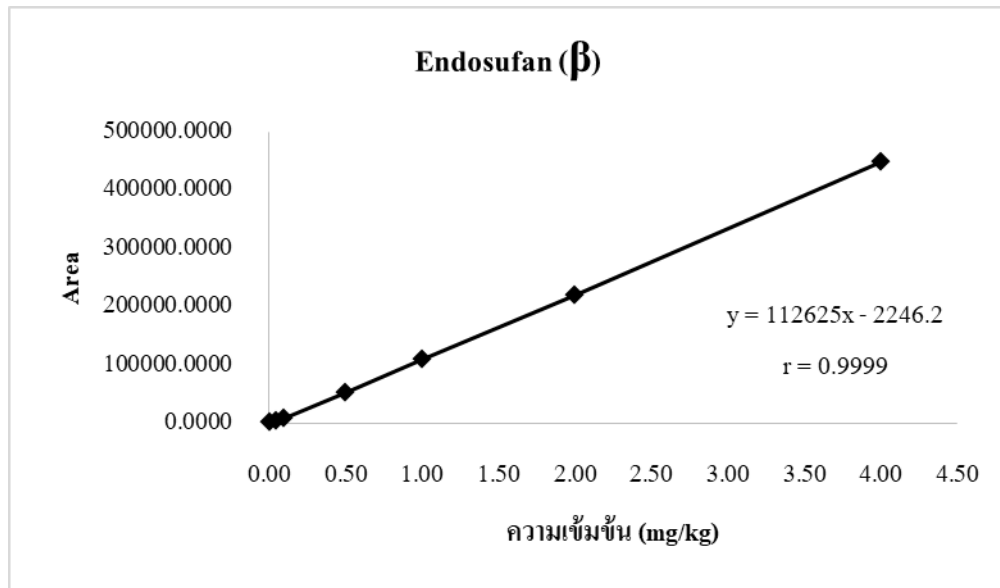
ภาพที่ 25 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Endosufan (α) ด้วยค่า Coefficient of determination : r = 0.9997

ตารางที่ 36 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Endosufan (α)

ความเข้มข้น (mg/kg)	Endosufan (α)			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	350.9212	346.8762	478.2936	392.0303
0.05	1897.4006	1877.8873	1891.7658	1889.0179
0.10	4031.2925	4036.5786	4244.5459	4104.1390
0.50	22871.0000	21709.4000	21898.2000	22159.5333
1.00	49558.5000	49663.3000	48854.3000	49358.7000
2.00	99401.0000	100260.0000	100053.0000	99904.6667
4.00	203545.0000	209043.0000	204170.0000	205586.0000

ตารางที่ 37 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Endosufan (α)

Endosufan (α)							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.010	87.36	0.011	93.43	0.010	86.66	60-120
0.05	0.061	105.81	0.062	107.80	0.063	109.23	70-120
0.10	0.127	110.51	0.126	109.67	0.131	113.33	70-120
0.50	0.457	79.30	0.482	83.75	0.478	83.03	70-110
1.00	1.038	90.12	1.022	88.71	1.067	92.66	70-110
2.00	1.978	85.87	1.983	86.10	2.111	91.68	70-110
4.00	3.881	84.26	3.877	84.17	3.940	85.55	70-110



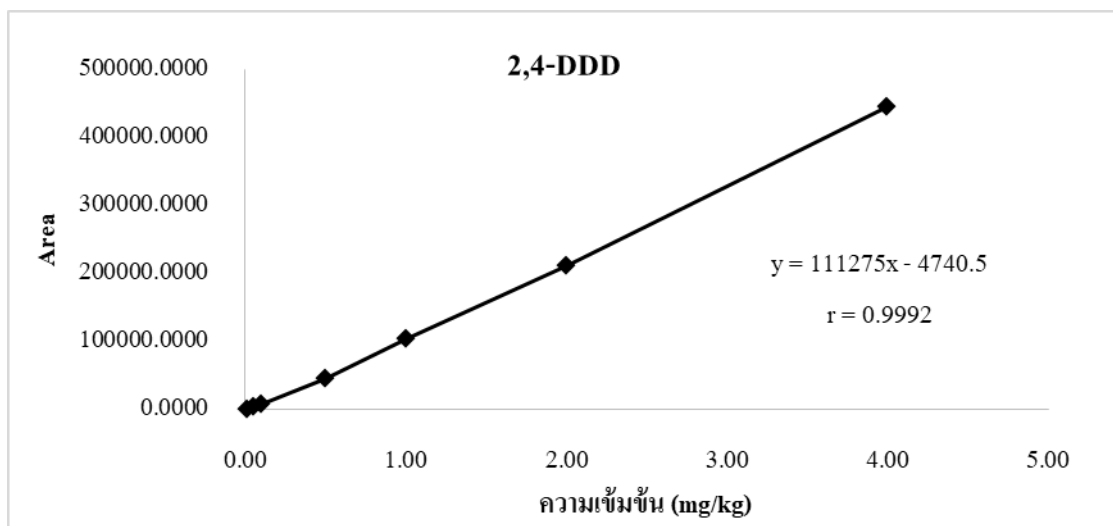
ภาพที่ 26 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Endosufan (β) ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9999$

ตารางที่ 38 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Endosufan (β)

ความเข้มข้น (mg/kg)	Endosufan (β)			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	846.8890	853.5268	1066.1456	922.1872
0.05	4807.5552	4809.6079	4280.9815	4632.7148
0.10	8837.5391	8452.9023	10064.4000	9118.2805
0.50	48053.6000	46528.4000	59631.5000	51404.5000
1.00	111528.0000	109500.0000	110118.0000	110382.0000
2.00	219111.0000	221667.0000	221983.0000	220920.3333
4.00	447467.0000	454541.0000	446805.0000	449604.3333

ตารางที่ 39 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Endosufan (β)

Endosufan (β)							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.010	87.36	0.011	93.43	0.010	86.66	60-120
0.05	0.061	105.81	0.062	107.80	0.063	109.23	70-120
0.10	0.127	110.51	0.126	109.67	0.131	113.33	70-120
0.50	0.457	79.30	0.482	83.75	0.478	83.03	70-110
1.00	1.038	90.12	1.022	88.71	1.067	92.66	70-110
2.00	1.978	85.87	1.983	86.10	2.111	91.68	70-110
4.00	3.881	84.26	3.877	84.17	3.940	85.55	70-110



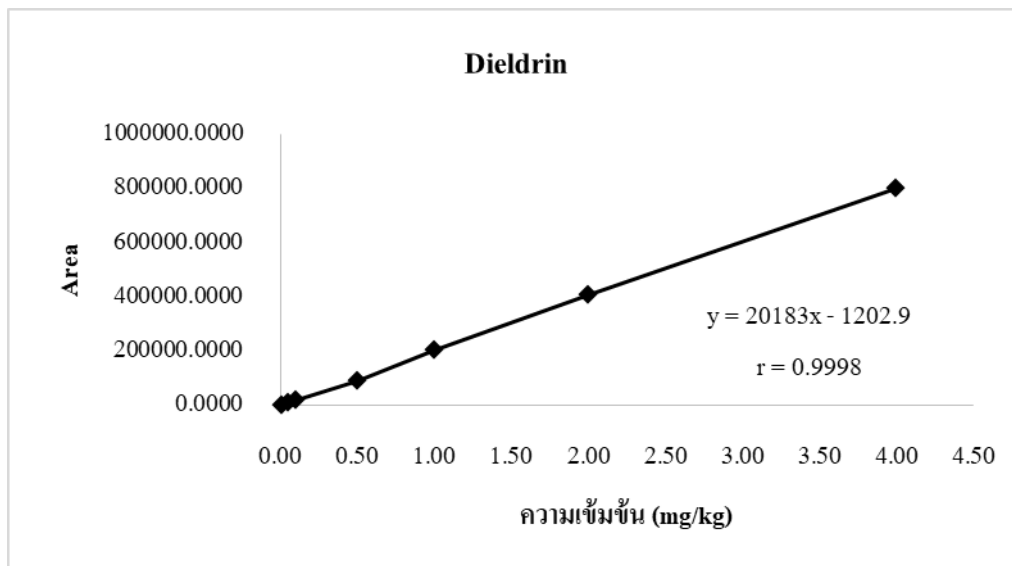
ภาพที่ 27 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ 2,4-DDD ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9992$

ตารางที่ 40 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ 2,4-DDD

ความเข้มข้น (mg/kg)	2,4-DDD			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	747.9462	747.9562	901.0691	798.9905
0.05	4300.7261	4382.0010	4392.6714	4358.4661
0.10	8269.7900	8377.2754	8844.8955	8497.3203
0.50	47447.6000	45131.0000	45471.5000	46016.7000
1.00	102916.0000	103697.0000	102729.0000	103114.0000
2.00	209595.0000	212612.0000	212447.0000	211551.3333
4.00	441323.0000	452562.0000	440648.0000	444844.3333

ตารางที่ 41 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ 2,4-DDD

2,4-DDD							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.007	68.23	0.007	68.23	0.008	82.20	60-120
0.05	0.039	78.46	0.040	79.95	0.040	80.14	70-120
0.10	0.075	75.44	0.076	76.42	0.081	80.69	70-120
0.50	0.433	86.57	0.412	82.34	0.415	82.96	70-110
1.00	0.939	93.88	0.946	94.60	0.937	93.71	70-110
2.00	1.912	95.60	1.940	96.98	1.938	96.90	70-110
4.00	4.026	100.65	4.128	103.21	4.020	100.49	70-110



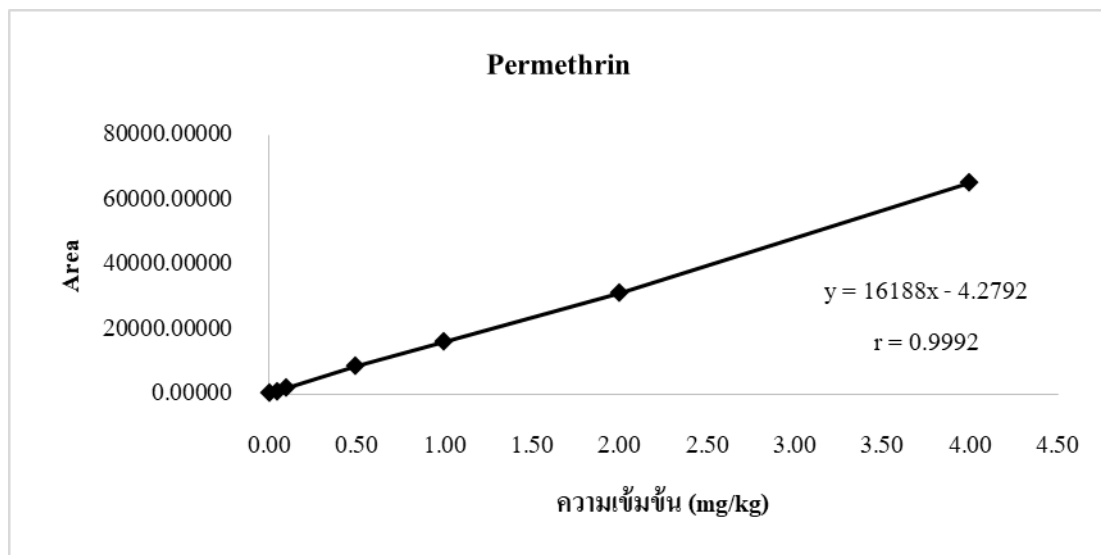
ภาพที่ 28 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Dieldrin ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9998$

ตารางที่ 42 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Dieldrin

ความเข้มข้น (mg/kg)	Dieldrin			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	1755.6180	1733.2382	1765.1746	1751.3436
0.05	8673.8096	8840.3184	8972.1084	8828.7454
0.10	18604.0000	18333.0000	18086.2000	18341.0667
0.50	90972.1000	92986.8000	93782.5000	92580.4667
1.00	205806.0000	207369.0000	199132.0000	204102.3333
2.00	407771.0000	406252.0000	413642.0000	409221.6667
4.00	807551.0000	789645.0000	811120.0000	802772.0000

ตารางที่ 43 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ครั้ง ของ Dieldrin

Dieldrin							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.007	73.09	0.007	72.94	0.008	84.78	60-120
0.05	0.042	83.92	0.044	88.98	0.044	88.72	70-120
0.10	0.088	87.68	0.087	87.25	0.093	92.66	70-120
0.50	0.479	95.72	0.453	90.65	0.460	91.96	70-110
1.00	1.025	102.48	1.028	102.75	1.016	101.60	70-110
2.00	2.021	101.05	2.049	102.46	2.048	102.39	70-110
4.00	4.003	100.07	4.083	102.08	4.001	100.04	70-110



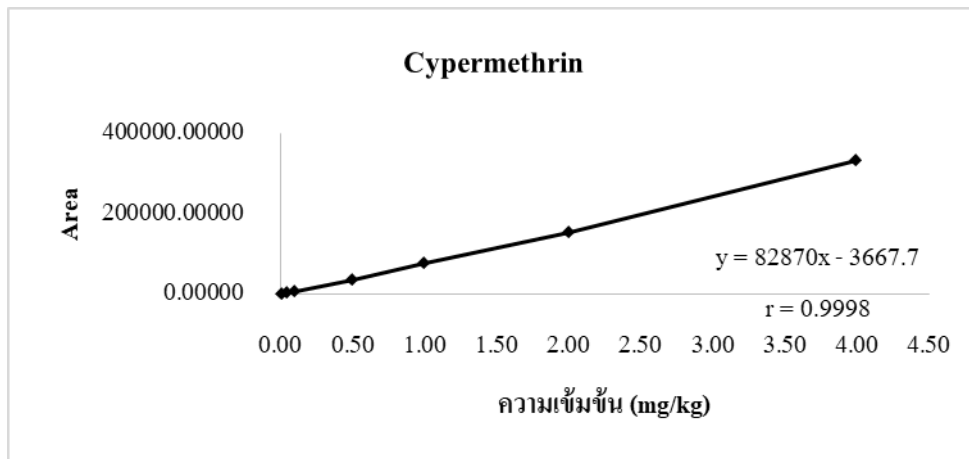
ภาพที่ 29 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Permethrin ด้วยค่า Coefficient of determination : r = 0.9992

ตารางที่ 44 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Permethrin

ความเข้มข้น (mg/kg)	Permethrin			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	176.6549	164.49961	177.57338	172.90930
0.05	796.82346	890.20111	838.25031	841.75829
0.10	1941.91937	1915.89801	1430.23041	1762.68260
0.50	9018.84937	8711.81885	8656.38940	8795.68587
1.00	15239.5	15386.50000	17333.30000	15986.43333
2.00	30023.4	33979.10000	29117.00000	31039.83333
4.00	67976.10000	63828.80000	64304.80000	65369.90000

ตารางที่ 45 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Permethrin

Permethrin							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.011	105.42	0.010	98.14	0.011	105.97	60-120
0.05	0.048	95.10	0.053	106.24	0.050	100.04	70-120
0.10	0.116	115.88	0.114	114.33	0.085	85.35	70-120
0.50	0.538	107.64	0.520	103.98	0.517	103.31	70-110
1.00	0.909	90.94	0.918	91.82	1.034	103.44	70-110
2.00	1.792	89.58	2.028	101.38	1.738	86.88	70-110
4.00	4.056	101.41	3.809	95.22	3.837	95.93	70-110



ภาพที่ 30 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ Cypermethrin ด้วยค่า Coefficient of determination : $r = 0.9998$

ตารางที่ 46 แสดงค่าความเข้มข้นของ Fortified sample blank กับ Area Response ของ Cypermethrin

ความเข้มข้น (mg/kg)	Cypermethrin			
	Area ครั้งที่ 1	Area ครั้งที่ 2	Area ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	596.35889	587.73978	684.00269	622.70045
0.05	3000.43954	2996.20184	2938.53473	2978.39204
0.10	6425.91943	7592.90735	6783.08691	6933.97123
0.50	36420.00000	35266.10000	33829.30000	35171.80000
1.00	74581.7	76645.40000	76141.40000	75789.50000
2.00	154084	156350.00000	155680.00000	155371.33333
4.00	329156.00000	333024.00000	334549.00000	332243.00000

ตารางที่ 47 ผลการตรวจสอบ Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ของ Cypermethrin

Cypermethrin							
Spike (mg/kg)	วิเคราะห์ครั้งที่ 1		วิเคราะห์ครั้งที่ 2		วิเคราะห์ครั้งที่ 3		เกณฑ์ Recovery (%)
	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความ เข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	ความเข้มข้น (mg/kg)	Recovery (%)	
0.01	0.008	76.67	0.008	75.57	0.008	83.29	60-120
0.05	0.039	77.14	0.039	77.02	0.038	75.55	70-120
0.10	0.083	82.59	0.098	97.59	0.087	87.18	70-120
0.50	0.468	93.63	0.453	90.66	0.435	86.96	70-110
1.00	0.959	95.86	0.985	98.52	0.979	97.87	70-110
2.00	1.980	99.02	2.010	100.48	2.001	100.05	70-110
4.00	4.231	105.77	4.280	107.01	4.300	107.50	70-110

4. Limit of detection (LOD)

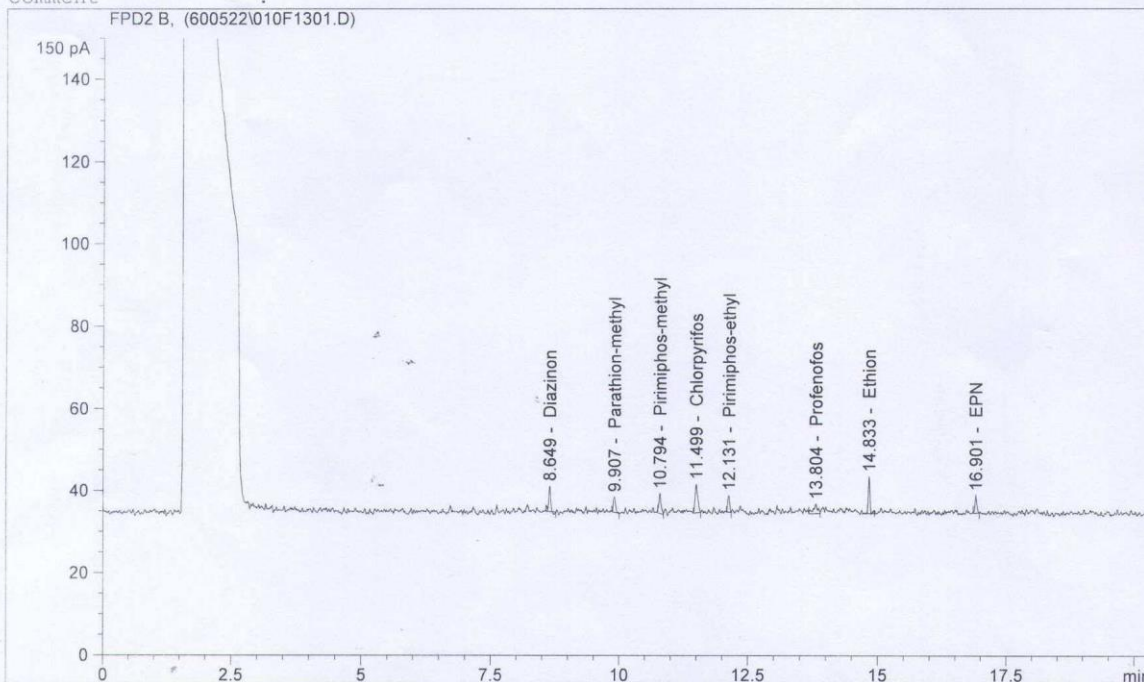
4.1 วิเคราะห์ Fortified sample blank หรือ Fortified Sample ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ อย่างน้อย ซ้ำ 10 วัดดูประสงค์ของการทดสอบใช้เกณฑ์ MRL ของประเทศไทย CODEX ประเทศญี่ปุ่น ประเทศในกลุ่มสหภาพยุโรป เป็นเกณฑ์ตัดสิน ดังนั้นเพื่อให้สอดคล้องกับค่าดังกล่าวกำหนดให้ค่า LOD = 0.005 mg/kg พิสูจน์ LOQ ที่ 0.01 mg/kg

4.2 ยืนยันค่า LOD จาก signal/Noise ของสารแต่ละชนิด เกณฑ์ยอมรับ signal/Noise ≥ 3 แสดงดังภาพที่ 31-32 และตารางที่ 48 และ 50

4.3 ผลการตรวจสอบ signal/Noise ของการทดสอบซ้ำ จำนวน 10 ซ้ำ ที่ความเข้มข้นระดับ LOD = 0.005 mg/kg แสดงรายละเอียด ดังตารางที่ 49 และ 51

Column Description : DB-5
 Product# : 123-5032 Batch#: Agilent
 Serial# : DB-5
 Diameter : 320.00 µm Length : 30.0 m
 Film thickness : 0.25 µm Void time : 1.500 min
 Maximum Pressure : 0 bar Maximum pH : 0
 Maximum Temperature: 0 °C
 Comment :

Column Description : HP-5MS 5% Phenyl Methyl Siloxane
 Product# : 19091S-433 Batch#: Agilent
 Serial# : AB001
 Diameter : 250.00 µm Length : 30.0 m
 Film thickness : 0.25 µm Void time : 1.225 min
 Maximum Pressure : 0 bar Maximum pH : 0
 Maximum Temperature: 0 °C
 Comment :



Signal 1: FPD2 B,
 Results obtained with enhanced integrator!

Noise determination:

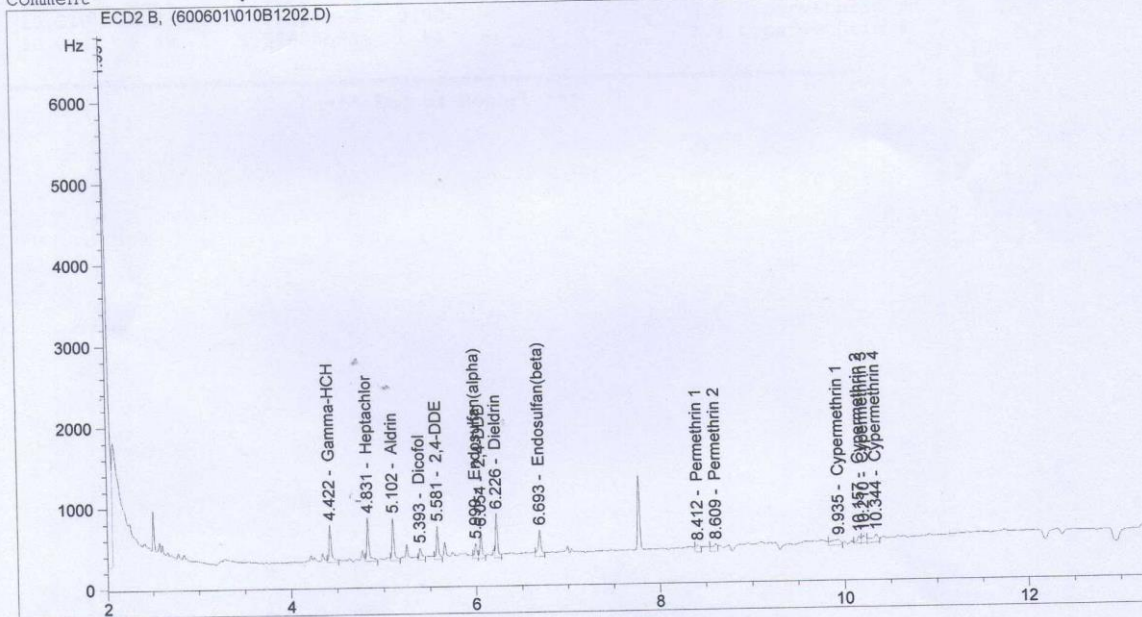
Time range	Noise	Noise	Noise	Wander	Drift
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)		
[min] [min]	[150 pA]	[150 pA]	[150 pA]	[150 pA]	[150 pA/h]
12.750 12.800	0.7931	0.3535	-	-	-279.944

RetTime	k'	Sig	Amount	Symm.	Width	Plates	Signal Name
[min]			[ng/ul]		[min]		/Noise
8.649	6.06	1	5.74114e-3	1.52	0.0394	266338	7.9 Diazinon
9.907	7.09	1	5.00549e-3	0.88	0.0500	217509	4.8 Parathion-methyl
10.794	7.81	1	6.04409e-3	0.83	0.0464	299452	6.1 Pirimiphos-methyl
11.499	8.39	1	5.96821e-3	0.73	0.0556	237341	8.8 Chlorpyrifos
12.131	8.91	1	4.39594e-3	1.18	0.0423	456483	5.2 Pirimiphos-ethyl
13.804	10.27	1	1.67152e-2	1.35	0.0646	253109	2.9 Profenofos
14.833	11.11	1	4.87021e-3	0.88	0.0373	878216	11.3 Ethion
16.901	12.80	1	5.34116e-3	0.86	0.0417	911518	5.4 EPN

ภาพที่ 31 แสดง signal ของสารในกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟส เมื่อเทียบกับ noise ที่ระดับ LOD (มะม่วง)

Column Description : Rtx-CLPestis
 Product# : 11123 Batch#: Restek
 Serial# : Restek
 Diameter : 250.00 µm Length : 30.0 m
 Film thickness : 25.00 µm Void time : 0.000 min
 Maximum Pressure : 0 bar Maximum pH : 0
 Maximum Temperature: 0 °C
 Comment :

Column Description : Rtx-CLPestis
 Product# : 11123 Batch#: Restek
 Serial# : Restek
 Diameter : 250.00 µm Length : 30.0 m
 Film thickness : 25.00 µm Void time : 2.411 min
 Maximum Pressure : 0 bar Maximum pH : 0
 Maximum Temperature: 0 °C
 Comment :



Noise determination:

Time range	Noise	Noise	Noise	Wander	Drift
from to	(6*SD)	(PtoP)	(ASTM)	[Hz]	[Hz/h]
[min] [min]	[Hz]	[Hz]	[Hz]	[Hz]	[Hz/h]
4.000 4.200	27.1900	13.8961	-	-	4295.241

RetTime	k'	Sig	Amount	Symm.	Width	Plates	Signal	Name
[min]			[ng/ul]		[min]		/Noise	
4.422	0.83	1	3.76938e-3	0.60	0.0230	205450	16.9	Gamma-HCH
4.831	1.00	1	4.43667e-3	0.60	0.0219	270749	19.9	Heptachlor
5.102	1.12	1	4.25675e-3	0.68	0.0218	302956	19.4	Aldrin
5.393	1.24	1	1.19231e-2	0.42	0.0296	184127	5.4	Dicofol
5.581	1.31	1	5.29052e-3	0.83	0.0213	379222	15.1	2,4-DDE
5.999	1.49	1	6.37699e-3	1.06	0.0249	321568	6.7	Endosulfan(alpha)
6.054	1.51	1	4.99067e-3	0.75	0.0222	411213	12.4	2,4-DDD
6.226	1.58	1	4.31109e-3	0.79	0.0221	438795	20.1	Dieldrin
6.693	1.78	1	6.89748e-3	1.06	0.0267	349027	12.2	Endosulfan(beta)
8.412	2.49	1	1.70078e-2	0.83	-	-	3.1	Permethrin 1
8.609	2.57	1	2.16112e-2	2.62	0.0870	54280	3.3	Permethrin 2
9.935	3.12	1	6.21821e-3	3.43	0.1417	27248	2.4	Cypermethrin 1
10.157	3.21	1	2.92829e-3	1.44	0.0382	391536	3.1	Cypermethrin 2
10.210	3.23	1	3.30844e-3	0.92	-	-	3.2	Cypermethrin 3
10.344	3.29	1	5.98688e-3	2.81	-	-	3.4	Cypermethrin 4

ภาพที่ 32 แสดง signal ของสารในกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ เมื่อเทียบกับ noise ที่ระดับ LOD

(มะม่วง)

ตารางที่ 48 ค่า signal/Noise ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟสในมะม่วง (ข้อมูล n = 10 แสดงดังตารางที่ 49)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น (mg/kg)	Signal/noise (n=10)	
		ช่วง S/N	ค่าเฉลี่ย \pm SD
Diazinon	0.005	4.4-13.0	8.41 \pm 2.85
Parathion-methyl	0.005	2.6-9.8	5.4 \pm 2.31
Pirimiphos-methyl	0.005	2.6-7.9	4.9 \pm 1.84
Chlorpyrifos	0.005	3.6-14.5	8.53 \pm 3.58
Pirimiphos-ethyl	0.005	2.83-12.5	6.2 \pm 2.83
Profenofos	0.005	2.0-5.8	3.3 \pm 1.28
Ethion	0.005	6.2-18.8	11.25 \pm 4.37
EPN	0.005	2.7-7.7	4.96 \pm 2.10

ตารางที่ 49 ค่า Signal/noise จากการทดสอบ 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟสในมะม่วง

ครั้งที่	Signal/noise							
	Diazinon	Parathion-methyl	Pirimiphos-methyl	Chlorpyrifos	Pirimiphos-ethyl	Profenofos	Ethion	EPN
1	7.9	4.8	6.1	8.8	5.2	2.9	11.3	5.4
2	13	9.8	7.6	14.4	12.5	5.3	18.2	7.7
3	5.6	4.1	4.7	6.4	5.0	2.0	9.3	3.9
4	6.2	4.4	3.2	7.1	5.6	2.6	8.6	3.6
5	12.9	8.7	7.9	14.5	9.5	5.8	18.8	9
6	7.9	4.6	4.0	7.8	4.3	2.9	9.7	2.8
7	9.5	5.7	4.8	9.4	7.2	2.9	12.9	4.4
8	7.5	6.1	5.2	8.4	5.4	3.1	11.3	3.9
9	4.4	2.6	2.6	4.9	3.6	2.0	6.2	2.7
10	9.2	3.0	3.0	3.6	3.6	3.6	6.2	6.2
เฉลี่ย	8.41	5.4	4.9	8.53	6.2	3.3	11.25	4.96
SD	2.85	2.31	1.84	3.58	2.83	1.28	4.37	2.10

ตารางที่ 50 ค่า signal/Noise จากการทดสอบ ซ้ำ 10 ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในมะม่วง
(ข้อมูล n = 10 แสดงดังตารางที่ 51)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น (mg/kg)	Signal/noise (n=10)	
		ช่วง S/N	ค่าเฉลี่ย \pm SD
Gamm-HCH	0.005	15.6-19.8	17.30 \pm 1.58
Heptachlor	0.005	18.2-25.6	20.7 \pm 2.71
Aldrin	0.005	18.0-23.1	19.71 \pm 1.86
Dicofol	0.005	4.7-5.9	5.3 \pm 0.45
2,4-DDE	0.005	13.6-18.4	15.46 \pm 1.74
Endosufan (α)	0.005	5.7-8.0	6.83 \pm 0.79
Endosufan (β)	0.005	10.9-15.0	12.63 \pm 1.41
2,4-DDD	0.005	11.1-14.6	12.64 \pm 1.28
Dieldrin	0.005	18.4-23.9	20.54 \pm 2.00
Permethrin 1	0.005	2.1-4.8	3.18 \pm 0.81
Permethrin 2	0.005	2.6-5.1	3.49 \pm 0.74
Cypermethrin 1	0.005	2.4-6.0	3.60 \pm 1.05
Cypermethrin 2	0.005	3.1-7.2	4.59 \pm 1.26
Cypermethrin 3	0.005	3.2-7.4	4.78 \pm 1.31
Cypermethrin 4	0.005	3.4-7.9	5.07 \pm 1.43

ตารางที่ 51 แสดงค่า Signal/noise จากการทดสอบ 10 ซ้ำ ของสารในกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ (มะม่วง)

ครั้งที่	Signal/noise														
	Gamm-HCH	Heptachlor	Aldrin	Dicofol	2,4-DDE	Endosufan ($\alpha+\beta$)		2,4-DDD	Dieldrin	Permethrin 1	Permethrin 2	Cypermethrin 1	Cypermethrin 2	Cypermethrin 3	Cypermethrin 4
						α	β								
1	18.9	23.8	20.9	5.5	17.3	7.6	14.1	14.0	22.1	3.8	4.0	4.4	6.0	6.4	6.8
2	16.9	19.9	19.4	5.4	15.1	6.7	12.2	12.4	20.1	3.1	3.3	2.4	3.1	3.2	3.4
3	19.6	25.6	22.5	5.8	18.4	8	15	14.6	23.5	3.9	4.1	3	4.1	4.3	4.4
4	15.8	18.6	18	4.7	13.6	5.7	10.9	11.1	18.4	2.1	2.6	3.5	4.5	4.7	5.1
5	16.5	18.5	18.4	4.7	14.3	5.9	11.3	11.4	18.8	2.2	2.7	3.3	4.2	4.4	4.6
6	15.6	18.8	18.2	4.9	14	6.3	11.5	11.7	19	3	3.2	3.3	4.1	4.3	4.6
7	16.9	19.4	18.9	5.1	14.6	6.6	12.1	12.1	19.7	3.2	3.4	2.6	3.2	3.3	3.4
8	15.8	18.2	18	4.9	14.1	6.4	11.7	11.7	19	3	3.2	3.3	4.2	4.3	4.6
9	19.8	23.9	23.1	5.9	17.8	7.6	14.1	14.3	23.9	2.7	3.3	4.2	5.3	5.5	5.9
10	17.2	19.9	19.7	5.6	15.4	7.5	13.4	13.1	20.9	4.8	5.1	6	7.2	7.4	7.9
เฉลี่ย	17.30	20.7	19.71	5.3	15.46	6.83	12.63	12.64	20.54	3.18	3.49	3.60	4.59	4.78	5.07
SD	1.58	2.71	1.86	0.45	1.74	0.79	1.41	1.28	2.00	0.81	0.74	1.05	1.26	1.31	1.43

5. Limit of Quantitation (LOQ)

5.1 เตรียม Fortified sample blank ที่ความเข้มข้นต่ำที่ระดับ 0.01 mg/kg พิสูจน์ Accuracy และ Precision

5.2 วิเคราะห์ Fortified sample blank หรือ Fortified sample ที่ระดับ 0.01 mg/kg 10 ซ้ำ ผลตามตารางที่ 52-53

5.3 คำนวณค่า Accuracy และ Precision ผลตามตารางที่ 52-53

ตารางที่ 53 ผลการตรวจสอบ Accuracy และ Precision ของการทดสอบจำนวน 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในมะม่วง ที่ความเข้มข้นระดับ

LOQ = 0.01 mg/kg

ชื่อสาร	Gamm-HCH		Heptachlor		Aldrin		Dicofol		2,4-DDE	
	จำนวนซ้ำ	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)
1	0.006	63.88	0.007	69.83	0.007	70.41	0.009	92.27	0.007	74.54
2	0.006	62.43	0.007	69.63	0.007	70.24	0.009	93.52	0.007	73.85
3	0.008	75.38	0.008	82.86	0.008	83.12	0.010	99.46	0.009	87.67
4	0.008	77.70	0.009	86.32	0.009	86.24	0.009	86.24	0.010	98.59
5	0.008	79.00	0.009	85.09	0.009	85.84	0.011	107.33	0.009	91.05
6	0.008	79.82	0.009	87.15	0.009	86.78	0.008	78.79	0.010	99.92
7	0.008	78.31	0.009	85.05	0.009	85.19	0.012	118.12	0.010	98.09
8	0.007	66.81	0.007	74.26	0.007	74.40	0.009	88.67	0.008	81.29
9	0.008	76.59	0.009	85.51	0.009	85.78	0.010	100.07	0.009	92.23
10	0.008	80.44	0.009	86.59	0.009	87.02	0.010	96.32	0.010	100.60
ค่าเฉลี่ย	0.007	74.04	0.008	81.23	0.008	81.50	0.010	96.08	0.009	89.78
ค่า SD	0.001	-	0.001	-	0.001	-	0.001	-	0.001	-
% RSD	9.327	-	8.738	-	8.525	-	11.566	-	11.362	-
Horrat	0.442	-	0.414	-	0.404	-	0.548	-	0.538	-
Predicted Horwitz RSD	21.120	-	21.120	-	21.120	-	21.120	-	21.120	-

6. Accuracy

6.1 ทดสอบ Reagent blank, Sample blank และ Fortified sample ที่ระดับความเข้มข้นภายในช่วงการทดสอบ Ranges 7 ระดับความเข้มข้น ดังนี้ 0.01, 0.05, 0.10, 0.50, 1.00, 2.00 และ 4.00 mg/kg วิเคราะห์ระดับความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ

6.2 หาค่าเฉลี่ยของผลทดสอบ Fortified Sample (X_2) และ Sample blank (X_1)

6.3 ประเมิน Accuracy จากค่า Recovery

$$\% \text{ Recovery} = \left(\frac{X_2 - X_1}{C} \right) * 100$$

โดยที่ C = ความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่เติมลงในตัวอย่าง

X_1 = ความเข้มข้นของสารในตัวอย่างที่ไม่เติมสารมาตรฐาน (Sample blank)

X_2 = ความเข้มข้นเฉลี่ยของสารมาตรฐานที่วัดได้หลังจากเติมสารมาตรฐาน

6.4 เกณฑ์การยอมรับ Recovery ตาม Analyte recovery ของสารพิษตกค้างจากยาฆ่าแมลง และยาสัตว์ตกค้างในอาหาร Codex อ้างอิงตามวิธีการปฏิบัติงานการทดสอบความใช้ได้ของวิธี (WI-5.4-21)

6.5 ผลการทดสอบตามตารางที่ 54-55

ตารางที่ 54 พิสูจน์ Accuracy และ Precision ที่ความเข้มข้นต่างๆ 7 ระดับ ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟสในมะม่วง ครอบคลุมช่วงการใช้งาน (Range)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น Spike (mg/kg)	Accuracy		Precision			
		Recovery (%)	เกณฑ์ (%)	$\bar{X} \pm SD$ mg/kg(%RSD	เกณฑ์ (%)	HORRAT เกณฑ์ ≤ 2
Diazinon	0.01	89.44	60-120	0.011 \pm 0.001	4.983	21	0.236
	0.05	88.28	70-120	0.044 \pm 0.001	1.869	21	0.113
	0.10	89.44	70-120	0.089 \pm 0.001	0.960	15	0.064
	0.50	106.34	70-110	0.532 \pm 0.004	0.743	15	0.063
	1.00	92.94	70-110	0.929 \pm 0.009	0.993	11	0.094
	2.00	96.25	70-110	1.925 \pm 0.029	1.515	11	0.159
	4.00	91.96	70-110	3.678 \pm 0.035	0.941	11	0.110
Parathion- methyl	0.01	87.41	60-120	0.008 \pm 0.001	7.904	21	0.374
	0.05	79.48	70-120	0.040 \pm 0.002	6.064	21	0.366
	0.10	87.41	70-120	0.087 \pm 0.005	6.035	15	0.404
	0.50	98.88	70-110	0.494 \pm 0.017	3.354	15	0.286
	1.00	105.68	70-110	1.057 \pm 0.035	3.346	11	0.317
	2.00	104.95	70-110	2.099 \pm 0.062	2.935	11	0.308
	4.00	106.00	70-110	4.240 \pm 0.085	2.002	11	0.234
Pirimiphos- methyl	0.01	92.43	60-120	0.010 \pm 0.001	6.379	21	0.302
	0.05	89.13	70-120	0.045 \pm 0.001	3.106	21	0.187
	0.10	92.43	70-120	0.092 \pm 0.001	1.272	15	0.085
	0.50	99.74	70-110	0.499 \pm 0.006	1.175	15	0.100
	1.00	96.69	70-110	0.967 \pm 0.013	1.319	11	0.125
	2.00	95.88	70-110	1.918 \pm 0.037	1.938	11	0.204
	4.00	95.26	70-110	3.811 \pm 0.039	1.035	11	0.121

ตารางที่ 54 พิสูจน์ Accuracy และ Precision ที่ความเข้มข้นต่างๆ 7 ระดับ ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟสในมะม่วง ครอบคลุมช่วงการใช้งาน (Range) (ต่อ)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น Spike (mg/kg)	Accuracy		Precision			
		Recovery (%)	เกณฑ์ (%)	$\bar{X} \pm SD$ mg/kg(%RSD	เกณฑ์ (%)	HORRAT เกณฑ์ ≤ 2
Chlorpyrifos	0.01	87.29	60-120	0.010 ± 0.0004	4.683	21	0.222
	0.05	83.82	70-120	0.042 ± 0.001	1.814	21	0.109
	0.10	87.29	70-120	0.087 ± 0.001	1.465	15	0.098
	0.50	104.62	70-110	0.523 ± 0.006	1.089	15	0.093
	1.00	97.58	70-110	0.976 ± 0.012	1.203	11	0.114
	2.00	103.54	70-110	2.071 ± 0.022	1.047	11	0.110
	4.00	99.81	70-110	3.992 ± 0.027	0.689	11	0.080
Pirimiphos-ethyl	0.01	92.50	60-120	0.010 ± 0.0005	5.128	21	0.243
	0.05	89.53	70-120	0.045 ± 0.001	2.797	21	0.169
	0.10	92.50	70-120	0.092 ± 0.001	1.317	15	0.088
	0.50	97.22	70-110	0.486 ± 0.004	0.876	15	0.075
	1.00	96.34	70-110	0.963 ± 0.009	0.923	11	0.087
	2.00	95.38	70-110	1.908 ± 0.022	1.135	11	0.119
	4.00	96.02	70-110	3.841 ± 0.040	1.037	11	0.121
Profenofos	0.01	107.84	60-120	0.009 ± 0.001	10.543	21	0.499
	0.05	98.69	70-120	0.049 ± 0.006	11.159	21	0.673
	0.10	107.84	70-120	0.108 ± 0.006	5.909	15	0.396
	0.50	107.73	70-110	0.539 ± 0.008	1.458	15	0.124
	1.00	106.36	70-110	1.064 ± 0.029	2.717	11	0.257
	2.00	105.39	70-110	2.108 ± 0.058	2.758	11	0.290
	4.00	103.58	70-110	4.143 ± 0.201	4.858	11	0.567

ตารางที่ 54 พิสูจน์ Accuracy และ Precision ที่ความเข้มข้นต่างๆ 7 ระดับ ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟสในมะม่วง ครอบคลุมช่วงการใช้งาน (Range) (ต่อ)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น Spike (mg/kg)	Accuracy		Precision			
		Recovery (%)	เกณฑ์ (%)	$\bar{X} \pm SD$ mg/kg(%RSD	เกณฑ์ (%)	HORRAT เกณฑ์ ≤ 2
Ethion	0.01	85.12	60-120	0.011 \pm 0.0003	2.799	21	0.133
	0.05	80.76	70-120	0.040 \pm 0.001	2.292	21	0.138
	0.10	85.12	70-120	0.085 \pm 0.002	2.173	15	0.146
	0.50	109.01	70-110	0.545 \pm 0.007	1.283	15	0.109
	1.00	100.24	70-110	1.002 \pm 0.011	1.096	11	0.104
	2.00	108.03	70-110	2.178 \pm 0.060	2.777	11	0.292
	4.00	98.44	70-110	3.938 \pm 0.023	0.594	11	0.069
EPN	0.01	83.60	60-120	0.009 \pm 0.001	12.575	21	0.595
	0.05	80.06	70-120	0.041 \pm 0.002	5.053	21	0.305
	0.10	83.60	70-120	0.084 \pm 0.003	3.236	15	0.217
	0.50	92.69	70-110	0.463 \pm 0.009	2.030	15	0.173
	1.00	97.38	70-110	0.974 \pm 0.020	2.023	11	0.192
	2.00	103.07	70-110	2.099 \pm 0.034	1.641	11	0.172
	4.00	106.11	70-110	4.244 \pm 0.042	0.998	11	0.116

ตารางที่ 55 พิสูจน์ Accuracy และ Precision ที่ความเข้มข้นต่างๆ 7 ระดับ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ ในมะม่วง ครอบคลุมช่วงการใช้งาน (Range)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น Spike (mg/kg)	Accuracy		Precision			
		Recovery (%)	เกณฑ์ (%)	$\bar{X} \pm SD$ (mg/kg)	%RSD	เกณฑ์ (%)	HORRAT เกณฑ์ ≤ 2
Gamma-HCH	0.01	74.04	60-120	0.007 ± 0.001	9.327	21	0.442
	0.05	82.87	70-120	0.041 ± 0.001	1.548	21	0.093
	0.10	83.36	70-120	0.083 ± 0.001	1.273	15	0.085
	0.50	89.26	70-110	0.446 ± 0.007	1.623	15	0.138
	1.00	96.35	70-110	0.963 ± 0.017	1.752	11	0.166
	2.00	99.64	70-110	1.993 ± 0.026	1.320	11	0.139
	4.00	98.26	70-110	4.102 ± 0.050	1.218	11	0.142
Heptachlor	0.01	81.23	60-120	0.008 ± 0.001	8.738	21	0.414
	0.05	82.79	70-120	0.041 ± 0.001	2.379	21	0.144
	0.10	82.57	70-120	0.083 ± 0.002	2.083	15	0.139
	0.50	86.68	70-110	0.433 ± 0.008	1.844	15	0.157
	1.00	93.51	70-110	0.935 ± 0.019	2.067	11	0.196
	2.00	96.21	70-110	1.924 ± 0.025	1.305	11	0.137
	4.00	97.04	70-110	3.882 ± 0.046	1.178	11	0.137
Aldrin	0.01	81.50	60-120	0.008 ± 0.001	8.525	21	0.404
	0.05	94.35	70-120	0.047 ± 0.001	1.501	21	0.091
	0.10	91.95	70-120	0.092 ± 0.002	1.900	15	0.127
	0.50	94.42	70-110	0.472 ± 0.009	1.808	15	0.154
	1.00	100.26	70-110	1.003 ± 0.023	2.303	11	0.218
	2.00	101.98	70-110	2.040 ± 0.019	0.923	11	0.097
	4.00	101.07	70-110	4.043 ± 0.053	1.319	11	0.154

ตารางที่ 55 พิสูจน์ Accuracy และ Precision ที่ความเข้มข้นต่างๆ 7 ระดับ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ ในมะม่วง ครอบคลุมช่วงการใช้งาน (Range) (ต่อ)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น Spike (mg/kg)	Accuracy		Precision			
		Recovery (%)	เกณฑ์ (%)	$\bar{X} \pm SD$ (mg/kg)	%RSD	เกณฑ์ (%)	HORRAT เกณฑ์ ≤ 2
Dicofol	0.01	96.08	60-120	0.010 \pm 0.001	11.566	21	0.548
	0.05	101.56	70-120	0.051 \pm 0.001	1.157	21	0.070
	0.10	91.41	70-120	0.091 \pm 0.002	1.772	15	0.119
	0.50	90.46	70-110	0.452 \pm 0.008	1.803	15	0.154
	1.00	98.80	70-110	0.988 \pm 0.027	2.722	11	0.258
	2.00	102.63	70-110	2.053 \pm 0.015	0.740	11	0.078
	4.00	102.74	70-110	4.109 \pm 0.065	1.585	11	0.185
2,4-DDE	0.01	89.78	60-120	0.009 \pm 0.001	11.362	21	0.538
	0.05	96.22	70-120	0.048 \pm 0.001	2.314	21	0.140
	0.10	87.72	70-120	0.088 \pm 0.003	2.987	15	0.200
	0.50	88.90	70-110	0.444 \pm 0.009	2.069	15	0.177
	1.00	95.80	70-110	0.958 \pm 0.022	2.322	11	0.220
	2.00	98.62	70-110	1.972 \pm 0.020	1.003	11	0.105
	4.00	102.50	70-110	4.100 \pm 0.060	1.469	11	0.171
Endosufan (α)	0.01	91.27	60-120	0.009 \pm 0.001	1.995	21	0.134
	0.05	74.45	70-120	0.037 \pm 0.001	1.720	21	0.104
	0.10	82.11	70-120	0.082 \pm 0.002	1.995	15	0.134
	0.50	88.57	70-110	0.443 \pm 0.008	1.889	15	0.161
	1.00	95.46	70-110	0.955 \pm 0.028	2.935	11	0.278
	2.00	99.11	70-110	1.982 \pm 0.012	0.594	11	0.062
	4.00	101.67	70-110	4.067 \pm 0.063	1.550	11	0.181

ตารางที่ 55 พิสูจน์ Accuracy และ Precision ที่ความเข้มข้นต่างๆ 7 ระดับ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ ในมะม่วง ครอบคลุมช่วงการใช้งาน (Range) (ต่อ)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น Spike (mg/kg)	Accuracy		Precision			
		Recovery (%)	เกณฑ์ (%)	$\bar{X} \pm SD$ (mg/kg)	%RSD	เกณฑ์ (%)	HORRAT เกณฑ์ ≤ 2
Endosufan (β)	0.01	93.96	60-120	0.009 \pm 0.001	7.951	21	0.532
	0.05	85.62	70-120	0.043 \pm 0.004	9.368	21	0.565
	0.10	85.76	70-120	0.086 \pm 0.007	7.951	15	0.532
	0.50	90.66	70-110	0.458 \pm 0.046	10.125	15	0.864
	1.00	99.96	70-110	1.000 \pm 0.020	1.980	11	0.188
	2.00	101.57	70-110	2.031 \pm 0.023	1.150	11	0.121
	4.00	102.59	70-110	4.104 \pm 0.058	1.407	11	0.164
2,4-DDD	0.01	80.84	60-120	0.008 \pm 0.001	2.732	21	0.183
	0.05	79.44	70-120	0.040 \pm 0.001	1.811	21	0.109
	0.10	79.49	70-120	0.079 \pm 0.002	2.732	15	0.183
	0.50	85.02	70-110	0.425 \pm 0.008	1.893	15	0.162
	1.00	93.63	70-110	0.936 \pm 0.025	2.680	11	0.254
	2.00	97.58	70-110	1.952 \pm 0.021	1.060	11	0.111
	4.00	101.93	70-110	4.077 \pm 0.077	1.880	11	0.219
Dieldrin	0.01	84.10	60-120	0.008 \pm 0.001	2.411	21	0.161
	0.05	87.91	70-120	0.044 \pm 0.001	2.328	21	0.140
	0.10	90.76	70-120	0.091 \pm 0.002	2.411	15	0.161
	0.50	93.76	70-110	0.469 \pm 0.009	1.900	15	0.162
	1.00	101.08	70-110	1.011 \pm 0.024	2.370	11	0.224
	2.00	102.80	70-110	2.056 \pm 0.020	0.954	11	0.100
	4.00	101.15	70-110	4.046 \pm 0.057	1.415	11	0.165

ตารางที่ 55 พิสูจน์ Accuracy และ Precision ที่ความเข้มข้นต่างๆ 7 ระดับ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ ในมะม่วง ครอบคลุมช่วงการใช้งาน (Range) (ต่อ)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น Spike (mg/kg)	Accuracy		Precision			
		Recovery (%)	เกณฑ์ (%)	$\bar{X} \pm SD$ (mg/kg)	%RSD	เกณฑ์ (%)	HORRAT เกณฑ์ ≤ 2
Permethrin	0.01	100.46	60-120	0.010 ± 0.001	10.032	21	0.672
	0.05	96.51	70-120	0.048 ± 0.005	9.797	21	0.591
	0.10	102.57	70-120	0.103 ± 0.010	10.032	15	0.672
	0.50	105.58	70-110	0.528 ± 0.008	1.424	15	0.122
	1.00	97.40	70-110	0.974 ± 0.069	7.038	11	0.666
	2.00	95.40	70-110	1.908 ± 0.136	7.115	11	0.748
	4.00	98.04	70-110	3.922 ± 0.194	4.946	11	0.577
Cypermethrin	0.01	85.46	60-120	0.009 ± 0.001	11.189	21	0.749
	0.05	79.83	70-120	0.040 ± 0.004	10.833	21	0.654
	0.10	93.80	70-120	0.094 ± 0.010	11.189	15	0.749
	0.50	89.67	70-110	0.448 ± 0.012	2.641	15	0.225
	1.00	95.48	70-110	0.955 ± 0.041	4.287	11	0.406
	2.00	102.32	70-110	2.046 ± 0.040	1.959	11	0.206
	4.00	105.39	70-110	4.216 ± 0.239	5.665	11	0.661

7. ตรวจสอบ Precision

7.1 ทดสอบ Fortified sample ที่ระดับความเข้มข้นภายในช่วงการทดสอบ (Range) 7 ระดับความเข้มข้น ดังนี้ 0.01, 0.05, 0.10, 0.50, 1.00, 2.00 และ 4.00 mg/kg วิเคราะห์ระดับความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ

7.2 บันทึกผลการทดสอบ คำนวณค่าเฉลี่ย \bar{X} และ SD ของผลการทดสอบ

7.3 คำนวณ % CV = % RSD

$$\%RSD = \frac{SD \times 100}{\bar{X}}$$

7.4 ประเมิน Precision โดยใช้ HORRAT (Horwitz' s ratio) หรือ % RSD

HORRAT (Horwitz' s ratio) = % RSD จากการทดลอง

—————
Predicted Horwitz RSD

Predicted Horwitz RSD คำนวณได้จาก

Horwitz equation Repeatability : $RSD = 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)}$

7.5 เกณฑ์การยอมรับตามเกณฑ์กำหนดโดยทั่วไปของ Precision, %RSD ของ AOAC Internationnal. 2016 ตามวิธีการปฏิบัติงานการทดสอบความใช้ได้ของวิธี WI-5.4-21

7.6 เกณฑ์ยอมรับค่า HORRAT (Horwitz's ratio) ดังนี้

7.6.1 AOAC < 2

7.6.2 Codex, EU ≤ 2

7.7 ผลการทดสอบตามตารางที่ 56-69

ตารางที่ 57 ผลการตรวจสอบ Accuracy และ Precision ของการทดสอบซ้ำ จำนวน 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟสในมะม่วง ที่ความเข้มข้นระดับ 0.05 mg/kg

ชื่อสาร	Diazinon		Parathion-methyl		Pirimiphos-methyl		Chlorpyrifos		Pirimiphos-ethyl		Profenofos		Ethion		EPN	
จำนวนซ้ำ	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)
1	0.043	85.69	0.035	70.81	0.043	85.86	0.040	80.88	0.044	87.74	0.037	74.79	0.039	78.20	0.037	74.08
2	0.046	92.15	0.036	72.41	0.043	86.11	0.041	82.05	0.043	86.72	0.044	87.83	0.039	77.62	0.039	77.32
3	0.044	87.87	0.039	78.20	0.044	88.67	0.042	83.58	0.045	89.63	0.049	98.28	0.040	80.21	0.045	89.56
4	0.044	88.39	0.040	80.43	0.044	87.85	0.042	84.70	0.043	86.88	0.050	99.10	0.040	80.19	0.041	81.16
5	0.044	88.26	0.040	80.92	0.046	92.25	0.041	82.83	0.045	90.34	0.050	99.95	0.040	80.37	0.040	80.07
6	0.043	86.93	0.040	80.36	0.043	86.87	0.042	84.40	0.043	85.97	0.053	106.60	0.040	80.68	0.040	79.84
7	0.044	88.30	0.043	86.43	0.045	90.21	0.042	83.81	0.046	91.83	0.049	98.97	0.041	82.84	0.041	81.52
8	0.044	88.00	0.041	82.13	0.044	88.40	0.043	85.48	0.046	91.54	0.051	101.78	0.041	82.41	0.041	81.29
9	0.044	88.12	0.039	78.87	0.045	90.54	0.043	85.21	0.046	91.97	0.052	103.43	0.041	82.18	0.041	82.41
10	0.045	89.09	0.042	84.25	0.047	94.50	0.043	85.29	0.046	92.63	0.058	116.18	0.041	82.90	0.042	73.41
ค่าเฉลี่ย	0.044	88.28	0.040	79.48	0.045	89.13	0.042	83.82	0.045	89.53	0.049	98.69	0.040	80.76	0.041	80.06
ค่า SD	0.001	-	0.002	-	0.001	-	0.001	-	0.001	-	0.006	-	0.001	-	0.002	-
% RSD	1.869	-	6.064	-	3.106	-	1.814	-	2.797	-	11.159	-	2.292	-	5.053	-
Horrat	0.113	-	0.366	-	0.187	-	0.109	-	0.169	-	0.673	-	0.138	-	0.305	-
Predicted Horwitz RSD	16.576	-	16.576	-	16.576	-	16.576	-	16.5763	-	16.576	-	16.576	-	16.576	-

ตารางที่ 63 ผลการตรวจสอบ Accuracy และ Precision ของการทดสอบซ้ำ จำนวน 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในมะม่วง LOD = 0.005 mg/kg

ชื่อสาร	Gamm-HCH		Heptachlor		Aldrin		Dicofol		2,4-DDE	
	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)
1	0.00405	81.00	0.0035	69.40	0.0037	74.80	0.006	112.66	0.005	92.04
2	0.00376	75.20	0.0044	88.72	0.0030	60.58	0.005	107.22	0.005	105.80
3	0.00384	76.80	0.0045	89.20	0.0043	86.54	0.005	107.82	0.006	112.06
4	0.00373	74.50	0.0043	86.20	0.0041	81.58	0.005	95.04	0.005	95.06
5	0.00386	77.16	0.0034	67.00	0.0040	79.64	0.004	85.40	0.005	96.04
6	0.00389	77.80	0.0045	89.40	0.0044	88.20	0.004	73.80	0.006	110.76
7	0.00381	76.18	0.0043	86.30	0.0043	85.40	0.003	69.47	0.005	106.32
8	0.00381	76.18	0.0045	89.80	0.0043	86.66	0.006	110.04	0.004	80.82
9	0.00373	74.68	0.0043	86.00	0.0042	84.80	0.006	111.28	0.005	101.36
10	0.00389	77.80	0.0040	79.29	0.0048	95.26	0.005	100.22	0.003	68.94
ค่าเฉลี่ย	0.0038	76.73	0.004	83.13	0.004	82.35	0.005	97.30	0.005	96.92
ค่า SD	0.0001	-	0.0004	-	0.0005	-	0.001	-	0.001	-
% RSD	2.489	-	10.168	-	11.386	-	16.375	-	14.088	-
Horrat	0.106	-	0.434	-	0.489	-	0.699	-	0.601	-
Predicted Horwitz RSD	23.442	-	23.442	-	23.270	-	23.442	-	23.442	-

ตารางที่ 64 ผลการตรวจสอบ Accuracy และ Precision ของการทดสอบซ้ำ จำนวน 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในมะม่วง
 ที่ความเข้มข้นระดับ 0.05 mg/kg

ชื่อสาร	Gamm-HCH		Heptachlor		Aldrin		Dicofol		2,4-DDE	
จำนวนซ้ำ	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)
1	0.042	84.04	0.042	84.41	0.047	94.32	0.050	100.66	0.048	95.14
2	0.042	83.68	0.042	84.61	0.048	95.14	0.051	101.61	0.049	97.62
3	0.042	83.63	0.042	83.86	0.047	94.99	0.051	101.85	0.049	97.24
4	0.041	82.46	0.041	82.76	0.047	94.34	0.051	101.94	0.048	96.19
5	0.042	83.23	0.042	83.39	0.047	94.94	0.051	101.64	0.049	97.78
6	0.042	83.99	0.042	84.14	0.048	96.11	0.051	101.67	0.049	98.79
7	0.042	84.10	0.042	84.50	0.048	96.14	0.052	104.32	0.049	98.76
8	0.041	81.29	0.040	80.50	0.046	92.91	0.051	101.47	0.047	94.54
9	0.041	81.78	0.040	80.30	0.046	92.49	0.050	100.64	0.047	94.12
10	0.040	80.53	0.040	79.43	0.046	92.15	0.050	99.85	0.046	92.01
ค่าเฉลี่ย	0.041	82.87	0.041	82.79	0.047	94.35	0.051	101.56	0.048	96.22
ค่า SD	0.001	-	0.001	-	0.001	-	0.001	-	0.001	-
% RSD	1.548	-	2.379	-	1.501	-	1.157	-	2.314	-
Horrat	0.093	-	0.144	-	0.091	-	0.070	-	0.140	-
Predicted Horwitz RSD	16.576	-	16.576	-	16.576	-	16.576	-	16.576	-

ตารางที่ 65 ผลการตรวจสอบ Accuracy และ Precision ของการทดสอบซ้ำ จำนวน 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในมะม่วง

ที่ความเข้มข้นระดับ 0.10 mg/kg

ชื่อสาร	Gamm-HCH		Heptachlor		Aldrin		Dicofol		2,4-DDE	
	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)
1	0.082	81.61	0.080	79.57	0.089	89.38	0.089	88.90	0.084	83.59
2	0.082	81.60	0.082	81.60	0.090	89.52	0.090	89.55	0.084	83.62
3	0.084	83.79	0.084	84.38	0.094	93.72	0.092	92.34	0.090	89.86
4	0.085	84.79	0.085	85.01	0.094	94.45	0.094	93.61	0.091	91.32
5	0.084	84.30	0.085	84.58	0.094	93.71	0.093	93.41	0.090	90.09
6	0.084	83.92	0.083	82.78	0.092	92.32	0.093	92.58	0.089	88.64
7	0.083	83.21	0.082	82.29	0.092	91.79	0.091	91.24	0.088	88.28
8	0.084	83.86	0.083	82.74	0.093	92.53	0.092	91.92	0.089	88.68
9	0.083	82.89	0.081	80.94	0.091	90.60	0.090	90.23	0.086	86.33
10	0.084	83.60	0.082	81.80	0.092	91.54	0.090	90.33	0.087	86.85
ค่าเฉลี่ย	0.083	83.36	0.083	82.57	0.092	91.95	0.091	91.41	0.088	87.72
ค่า SD	0.001	-	0.002	-	0.002	-	0.002	-	0.003	-
% RSD	1.273	-	2.083	-	1.900	-	1.772	-	2.987	-
Horrat	0.085	-	0.139	-	0.127	-	0.119	-	0.200	-
Predicted Horwitz RSD	14.934	-	14.934	-	14.934	-	14.934	-	14.934	-

ตารางที่ 66 ผลการตรวจสอบ Accuracy และ Precision ของการทดสอบซ้ำ จำนวน 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในมะม่วง
ที่ความเข้มข้นระดับ 0.50 mg/kg

ชื่อสาร	Gamm-HCH		Heptachlor		Aldrin		Dicofol		2,4-DDE	
	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)
1	0.452	90.48	0.438	87.61	0.478	95.69	0.464	92.71	0.457	91.46
2	0.437	87.45	0.425	84.90	0.460	91.93	0.439	87.78	0.428	85.65
3	0.444	88.75	0.430	86.05	0.464	92.85	0.451	90.17	0.436	87.11
4	0.435	86.91	0.423	84.56	0.464	92.71	0.444	88.89	0.436	87.19
5	0.443	88.68	0.430	86.03	0.470	94.03	0.457	91.44	0.446	89.17
6	0.447	89.41	0.432	86.48	0.474	94.87	0.463	92.58	0.450	89.95
7	0.457	91.38	0.448	89.58	0.485	97.09	0.458	91.60	0.454	90.90
8	0.454	90.81	0.443	88.63	0.482	96.44	0.453	90.66	0.451	90.21
9	0.450	90.09	0.437	87.31	0.476	95.14	0.447	89.38	0.445	89.02
10	0.443	88.58	0.428	85.65	0.467	93.43	0.447	89.38	0.442	88.33
ค่าเฉลี่ย	0.446	89.26	0.433	86.68	0.472	94.42	0.452	90.46	0.444	88.90
ค่า SD	0.007	-	0.008	-	0.009	-	0.008	-	0.009	-
% RSD	1.623	-	1.844	-	1.808	-	1.803	-	2.069	-
Horrat	0.138	-	0.157	-	0.154	-	0.154	-	0.177	-
Predicted Horwitz RSD	11.721	-	11.721	-	11.721	-	11.721	-	11.721	-

ตารางที่ 67 ผลการตรวจสอบ Accuracy และ Precision ของการทดสอบซ้ำ จำนวน 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในมะม่วง
 ที่ความเข้มข้นระดับ 1.00 mg/kg

ชื่อสาร	Gamm-HCH		Heptachlor		Aldrin		Dicofol		2,4-DDE	
	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)
1	0.974	97.44	0.942	94.22	1.017	101.68	0.967	96.70	0.972	97.15
2	0.983	98.31	0.958	95.75	1.029	102.86	0.965	96.48	0.979	97.86
3	0.969	96.94	0.944	94.39	1.015	101.52	0.964	96.38	0.967	96.72
4	0.980	98.02	0.955	95.47	1.023	102.28	0.981	98.08	0.980	98.04
5	0.986	98.56	0.963	96.25	1.033	103.27	1.000	100.04	0.988	98.83
6	0.957	95.69	0.926	92.58	0.995	99.47	0.974	97.41	0.954	95.39
7	0.943	94.30	0.911	91.13	0.975	97.49	0.963	96.28	0.928	92.80
8	0.944	94.37	0.915	91.49	0.976	97.56	1.028	102.78	0.938	93.81
9	0.951	95.11	0.916	91.56	0.977	97.68	1.033	103.29	0.928	92.84
10	0.948	94.76	0.923	92.28	0.988	98.75	1.006	100.57	0.945	94.55
ค่าเฉลี่ย	0.963	96.35	0.935	93.51	1.003	100.26	0.988	98.80	0.958	95.80
ค่า SD	0.017	-	0.019	-	0.023	-	0.027	-	0.022	-
% RSD	1.752	-	2.067	-	2.303	-	2.722	-	2.322	-
Horrat	0.166	-	0.196	-	0.218	-	0.258	-	0.220	-
Predicted Horwitz RSD	10.560	-	10.560	-	10.560	-	10.560	-	10.560	-

ตารางที่ 68 ผลการตรวจสอบ Accuracy และ Precision ของการทดสอบซ้ำ จำนวน 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในมะม่วง
ที่ความเข้มข้นระดับ 2.00 mg/kg

ชื่อสาร	Gamm-HCH		Heptachlor		Aldrin		Dicofol		2,4-DDE	
	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่ วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)
1	1.934	96.72	1.874	93.72	1.993	99.64	2.031	101.57	1.966	98.32
2	1.974	98.71	1.903	95.13	2.037	101.86	2.039	101.93	1.947	97.35
3	1.978	98.90	1.916	95.80	2.037	101.87	2.048	102.42	1.953	97.66
4	1.995	99.74	1.927	96.37	2.047	102.37	2.055	102.73	1.986	99.29
5	1.991	99.53	1.912	95.60	2.035	101.74	2.039	101.94	1.972	98.62
6	2.007	100.33	1.937	96.84	2.057	102.85	2.066	103.32	2.004	100.18
7	1.994	99.71	1.920	96.00	2.033	101.65	2.042	102.08	1.951	97.53
8	2.013	100.64	1.941	97.07	2.046	102.28	2.064	103.18	1.999	99.97
9	2.016	100.80	1.949	97.45	2.052	102.61	2.078	103.88	1.966	98.28
10	2.026	101.31	1.962	98.09	2.059	102.93	2.065	103.27	1.981	99.04
ค่าเฉลี่ย	1.993	99.64	1.924	96.21	2.040	101.98	2.053	102.63	1.972	98.62
ค่า SD	0.026	-	0.025	-	0.019	-	0.015	-	0.020	-
% RSD	1.320	-	1.305	-	0.923	-	0.740	-	1.003	-
Horrat	0.139	-	0.137	-	0.097	-	0.078	-	0.105	-
Predicted Horwitz RSD	9.514	-	9.514	-	9.514	-	9.514	-	9.514	-

ตารางที่ 69 ผลการตรวจสอบ Accuracy และ Precision ของการทดสอบซ้ำ จำนวน 10 ซ้ำ ของสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในมะม่วง
ที่ความเข้มข้นระดับ 4.00 mg/kg

ชื่อสาร	Gamm-HCH		Heptachlor		Aldrin		Dicofol		2,4-DDE	
จำนวนซ้ำ	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (mg/kg)	recovery (%)
1	4.061	101.52	3.857	96.42	4.000	100.00	4.104	102.61	4.060	101.51
2	4.133	98.54	3.938	98.46	4.093	102.32	4.236	105.90	4.142	103.55
3	4.038	96.27	3.829	95.73	4.006	100.14	4.096	102.41	4.054	101.34
4	4.136	98.60	3.902	97.56	4.081	102.01	4.146	103.66	4.147	103.68
5	4.062	96.83	3.847	96.19	3.993	99.82	4.070	101.74	4.055	101.37
6	4.131	98.48	3.897	97.42	4.087	102.16	4.098	102.45	4.154	103.85
7	4.058	96.75	3.832	95.81	3.992	99.80	4.025	100.62	4.029	100.73
8	4.064	96.89	3.839	95.98	3.977	99.43	4.019	100.47	4.026	100.64
9	4.176	99.57	3.946	98.65	4.115	102.87	4.157	103.93	4.182	104.55
10	4.159	99.16	3.927	98.16	4.087	102.17	4.144	103.59	4.152	103.80
ค่าเฉลี่ย	4.102	98.26	3.882	97.04	4.043	101.07	4.109	102.74	4.100	102.50
ค่า SD	0.050	-	0.046	-	0.053	-	0.065	-	0.060	-
% RSD	1.218	-	1.178	-	1.319	-	1.585	-	1.469	-
Horrat	0.142	-	0.137	-	0.154	-	0.185	-	0.171	-
Predicted Horwitz RSD	8.571	-	8.571	-	8.571	-	8.571	-	8.571	-

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ออร์กาโนฟอสเฟส (Organophosphate) ออร์กาโนคลอรีน (Organochlorine) และไพรีทรอยด์ (Pyrethroid) ในมะม่วง ของห้องปฏิบัติการ สวพ. 7 โดยใช้เครื่อง GC-FPD และ GC- μ ECD สามารถสรุปผลได้ดังนี้

9.1 ความจำเพาะเจาะจง (Specification/Selectivity) พบว่า วิธีทดสอบนี้มี Specification/Selectivity ดี

9.2 ช่วงของการวัด (Working range) ของสารพิษตกค้างกลุ่ม ออร์กาโนฟอสเฟส (Organophosphate) ออร์กาโนคลอรีน (Organochlorine) และไพรีทรอยด์ (Pyrethroid) ในมะม่วง มีช่วงความเข้มข้นตั้งแต่ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไปจนถึง 4.00 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ในทุกชนิดสารที่ทดสอบ

9.3 Linearity มีค่า R2 มากกว่า 0.995 ในทุกชนิดสารที่ทดสอบ

9.4 Limit of detection (LOD) ทุกชนิดสารที่ทดสอบมีค่า LOD อยู่ที่ระดับ 0.005 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

9.5 Limit of quantitation (LOQ) ทุกชนิดสารที่ทดสอบมีค่า LOQ อยู่ที่ระดับ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

9.6 Accuracy ประเมินจากค่า %Recovery พบว่า มี %Recovery อยู่ในช่วง 74.04-107.84 เปอร์เซ็นต์ ผ่านเกณฑ์มาตรฐานของ codex ทุกชนิดสาร

9.7 Precision ประเมินจากค่า HORRAT พบว่า ได้ค่า HORRAT ≤ 2 ในทุกชนิดสารที่ทดสอบ

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

10.1 เพื่อยื่นขอรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการทดสอบสารพิษตกค้างทางการเกษตร ตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2017

11. เอกสารอ้างอิง

ทิพวรรณ นิ่งน้อย (2549). แนวทางปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข

The Fitness for Purpose of Analytical Method ; A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, EURCHEM Guide, 1st ed. 2014

Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL 20th Edition, 2016

Anonymous 2013. Guideline for the validation and verification of quantitative and qualitative test methods, NATA Technical Note No. 17. National Association of Testing Authorities, Australia.

Codex alimentarius commission. Joint FAO/WHO Food standards programme codex alimentarius commission. Twenty sixth Session Rome, Italy, 30 June-05 July 2003.