

รายงานเรื่องเติมผลการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2556

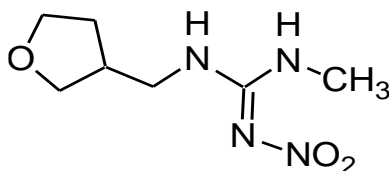
- 1.ชุดโครงการวิจัย แผนงานวิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
- 2.โครงการวิจัย การพัฒนามาตรฐานระบบตรวจวิเคราะห์พืชและปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
- กิจกรรม1. พัฒนาการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ย พืช ดิน น้ำ สารอินทรีย์ สารควบคุมการเจริญเติบโต สารสกัด และวัตถุอันตรายทางการเกษตร
- กิจกรรมย่อย 1.5 การวิจัยและพัฒนาเทคนิคการตรวจสอบรับรองผลิตภัณฑ์วัตถุมีพิษทางการเกษตร
- 3.ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย) 1.5.4 ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษทางการเกษตร Dinotefuran
- ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) Method Validation of Dinotefuran in Pesticide Formulations
4. คณะผู้ดำเนินงาน
- | | | |
|-----------------|--------------------|---|
| หัวหน้าการทดลอง | ฉลองรัตน์ หมื่นขวา | สังกัดสำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร |
| ผู้ร่วมงาน | พิเชษฐ์ ทองละเอียด | สังกัดสำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร |

5.บทคัดย่อ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ไดโนทีฟูแรน (Dinotefuran) ทำการตรวจสอบด้วยเทคนิค High Performance Liquid Chromatography (HPLC) ใช้ตัวตรวจจับชนิด UV detector (VWD) คอลัมน์ C-18 (AEC-C18-PFP) ได้สภาวะที่เหมาะสมของวิธีวิเคราะห์ คือ อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตร/นาที อัตราส่วน Mobile phase น้ำต่อเมทานอล (70 : 30) ความยาวคลื่น 270 นาโนเมตร อุณหภูมิคอลัมน์ 40 องศาเซลเซียส ปริมาณการฉีด 10 ไมโครลิตร เวลาในการฉีด 4.0 นาที ผลการทดลอง ได้ค่า Rang ช่วงความเข้มข้น 0.025 – 0.250 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร ค่า Linearity ได้ช่วงความเข้มข้น 0.050 – 0.250 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร มีค่า Correlation coefficient @ เท่ากับ 0.99994 โดยเกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า $r \geq 0.995$ ค่า Accuracy หาได้จาก % Recovery ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร มีค่าเท่ากับ 99.74 เกณฑ์ยอมรับ AOAC %Recovery เท่ากับ 98 – 102 การวิเคราะห์ซ้ำ (Precision) โดยใช้ Repeatability/ Reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.32 และ 0.44 ตามลำดับ และตรวจสอบความแข็งของวิธี โดยใช้ Robustness/ Ruggedness ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.31 และ 0.35 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT ≤ 2 จากผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ ดังนั้น จึงสามารถนำวิธีวิเคราะห์นี้ไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานในการตรวจวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ไดโนทีฟูแรน ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร สำหรับห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ของกรมวิชาการเกษตรทั้งส่วนกลางและส่วนภูมิภาค ตลอดจนห้องปฏิบัติการอื่นๆ

6. คำนำ

ไดโนทีฟูแรน เป็นสารกำจัดแมลงศัตรูพืช จัดอยู่ในกลุ่ม neonicotinoid เป็นสารกำจัดแมลงชนิดดูดซึม มีผลต่อการทำงานของระบบประสาทส่วนกลางของแมลงศัตรูพืช จะเข้าไปยับยั้งการส่งผ่านคำสั่งจากเซลล์ประสาทหนึ่งไปอีกเซลล์ประสาทหนึ่งทำให้แมลงเป็นอัมพาตและตายในที่สุด ออกฤทธิ์กำจัดแมลงทั้งแบบถูกตัวตายและกินตาย จัดได้ว่าเป็นสารที่มีความเป็นพิษน้อย มีพิษเฉียบพลันทางปาก (หนูเรทตัวผู้) 2,804 มก/กก ทางผิวหนังมากกว่า 2,000 มก/กก สามารถกำจัดแมลงศัตรูพืชได้หลายชนิด โดยเฉพาะกลุ่มแมลงปากดูด เช่น เพลี้ยกระโดดสีน้ำตาล เพลี้ยจักจั่น เพลี้ยไก่อ๊แจ้ เพลี้ยอ่อน แมลงหวี่ขาว เพลี้ยไฟข้าว เป็นต้น นำมาใช้กับพืชได้หลายประเภท เช่น ข้าว ข้าวโพด คะน้า บรอกโคลี กะหล่ำปลี ส้ม มะม่วง พริกไทย ข้าว ปอ ฝ้าย แตงโม ไม้ดอกและไม้ประดับทั่วไป (นิรนาม,2553) ไดโนทีฟูแรนมีชื่อทางเคมี คือ (RS)-1-methyl-2-nitro-3-(tetrahydro-3-furylmethyl) guanidine (ตามระบบIUPAC) มีสูตรทางเคมี คือ $C_7H_{14}N_4O_3$ มีสูตรโครงสร้างตาม ภาพประกอบที่ 1 สารบริสุทธิ์มีลักษณะผงสีขาว ละลายน้ำ และละลายในตัวทำละลาย (Solvent) ได้ดี มีจุดหลอมเหลว 107.5 องศาเซลเซียส คงสภาพได้ดีในสภาวะที่ pH ตั้งแต่ 1.4 – 12.3 (Anonymous,1993)



ภาพประกอบที่ 1 สูตรโครงสร้างของไดโนทีฟูแรน (Anonymous, 1993)

การตรวจสอบคุณภาพปริมาณไดโนทีฟูแรน มีวิธีวิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐาน CIPAC Handbook Vol.L ภาวะของเครื่องตามวิธีมาตรฐาน คือ ใช้เทคนิค High Performance Liquid Chromatography (HPLC) ใช้ตัวตรวจจับชนิด UV detector (VWD) คอลัมน์ 250 X 4.6 mm (i.d.) Water Symmetry Shield RP8, 5 μ M ใช้ภาวะของวิธีวิเคราะห์ อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตร/นาที อัตราส่วน Mobile phase น้ำต่อเมทานอล (80 : 20) Wavelength 270 นาโนเมตร อุณหภูมิคอลัมน์ 40 องศาเซลเซียส ปริมาณการฉีด 10 ไมโครลิตร เวลาในการ 15 นาที (Dobrat W. and A Martijn H. 1988) ซึ่งบางครั้งการทำตามวิธีมาตรฐานไม่สามารถทำตามได้ทั้งหมดเนื่องจากขาดเครื่องมือและอุปกรณ์ เช่น อุปกรณ์ที่ตรงกับวิธีมาตรฐานไม่มี ขั้นตอนวิธีการมีความยาก การวิเคราะห์ใช้เวลานาน ดังนั้นการปรับปรุงพัฒนาวิธีวิเคราะห์จึงมีความสำคัญกับผู้วิเคราะห์ และการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์เป็นวิธีความคุมคุณภาพอย่างหนึ่งของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ทดสอบ ที่ประเมิน

คุณภาพของวิธีวิเคราะห์ให้มีความถูกต้อง น่าเชื่อถือ และเป็นที่ยอมรับ ทั้งระหว่างห้องปฏิบัติการเองและ ผู้รับบริการ

งานวิจัยนี้พัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ไดโนทีฟูแรนในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร สูตร WP โดยเทคนิค High Performance liquid chromatography (HPLC-UV) ใช้ Column C-18 (AEC-C18-PFP) แทน Column Water Symmetry Shield RP8, 5µM ปรับเปลี่ยนภาวะของเครื่อง โดยเพิ่มอัตราส่วนน้ำ ต่อเมทานอล เป็น 30 ต่อ 70 โดยดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ ตามข้อกำหนดต่างๆ ของ Method Validation ทำการทดสอบ ได้แก่ ช่วงของการวัด (Range) ช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) การตรวจสอบ ความแม่นยำ (Accuracy) และการตรวจความเที่ยง (Precision) และความแข็งแกร่งของวิธี (Robustness/Ruggedness) (Huber, 1998) นอกจากนี้การทดสอบยังเป็นไปตามข้อกำหนดตามมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC:17025 ครอบคลุมข้อที่ 5.4.2 และ 5.4.2 (นิรนาม, 2554)

7.วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์

1. เครื่อง High Performance liquid Chromatograph มีตัวตรวจจับชนิด UV Detector
2. คอลัมน์ชนิด ACE 5 C-18 – PFP (C-18)
3. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง (ซึ่งได้ระดับ 0.1 มิลลิกรัม) ที่ผ่านการสอบเทียบ
4. Ultrasonic bath
5. ขวดปริมาตร ขนาด 25, 100, 500 และ 1000 มิลลิลิตร (class A) ที่ผ่านการสอบเทียบ
6. ปิเปต ขนาด 2, 3, 4, 5 และ 10 มิลลิลิตร (class A) ที่ผ่านการสอบเทียบ
7. บีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร
8. Vial ขนาด 2 มิลลิลิตร
9. กรวยกรอง

สารเคมี

1. สารมาตรฐานไดโนทีฟูแรนความบริสุทธิ์ 99.9 %
2. สารเข้มข้นสูง (Technical material) ของ ไดโนทีฟูแรน สูตร 99.9% min. Tech.
3. ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ของไดโนทีฟูแรน สูตร WP (10% w/w)
4. สารละลายเมทานอล (Methanol HPLC grade)

วิธีการ

1. การตรวจสอบปริมาณที่แน่นอนของสารออกฤทธิ์ Technical grade Dinotefuran
 - 1.1 การปรับตั้งสภาวะเครื่อง HPLC-UV

Column	: ACE 5 C-18-PFP
Mobile phase	: Water : Methanol (70 : 30)
Flow rate	: 1.0 ml/min
Column temperature	: 40 °C
Wavelength	: 270 nm
Injection volume	: 10 µl
Run time	: 4.0 min

1.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานไดโนทีฟูแรน

ชั่งสารมาตรฐานไดโนทีฟูแรนปริมาณสารออกฤทธิ์ 10 มิลลิกรัม จำนวน 2 ซ้ำ (C_A,C_B) ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วยเมทานอล เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วยเมทานอล

1.3 การเตรียมสารละลายสารไดโนทีฟูแรน

1.3.1 ชั่งสารเข้มข้นไดโนทีฟูแรนคลุกสารให้เป็นเนื้อเดียวกัน ปริมาณ 10 มิลลิกรัม จำนวน 10 ซ้ำ (TC₁-TC₁₀) ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วยเมทานอลเขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วยเมทานอล

1.3.2 ชั่งสารผลิตภัณฑ์ ไดโนทีฟูแรน คลุกสารให้เป็นเนื้อเดียวกัน ปริมาณ 100 มิลลิกรัม จำนวน 10 ซ้ำ (tC₁-tC₁₀) ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วยเมทานอลเขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วยเมทานอล การฉีดสารละลายเข้าเครื่อง HPLC-UV

เมื่อปรับตั้งสภาวะของเครื่อง HPLC-UV เรียบร้อยแล้ว และรอจนกระทั่ง baseline เรียบ ทดลองฉีดสารละลายมาตรฐาน C_A และ C_B สลับกันหลายๆครั้ง จนได้ค่า response factor ที่คำนวณได้จากการฉีดแต่ละครั้งต่างจากค่าเฉลี่ยไม่เกิน 1 % จากนั้นฉีดสารละลายของสารเข้มข้น ไดโนทีฟูแรน ตามลำดับ ดังนี้

สารเข้มข้นสูง C_A C_A, TC₁TC₁, TC₂TC₂, TC₃TC₃, C_BC_B,

สารผลิตภัณฑ์ C_A C_A, tC₁tC₁, tC₂tC₂, tC₃tC₃, C_BC_B,

1.4 การคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ ไดโนทีฟูแรน

โดยเริ่มจากการคำนวณค่า response factor (f) จากสูตร

$$f = \frac{S \times P}{H_S}$$

โดยที่ S = น้ำหนักสารมาตรฐาน หน่วยเป็นมิลลิกรัม

P = ความบริสุทธิ์ของสารมาตรฐาน ไดโนทีฟูแรน หน่วยเป็นกรัมต่อกิโลกรัม

H_S = พื้นที่ใต้พีกของสารละลายมาตรฐาน ไดโนทีฟูแรน

จากนั้นคำนวณค่า % RPD (relative percent difference) ของ response factor ของสารละลายมาตรฐานทั้ง 2 ซ้ำ ซึ่งต้องได้ค่า % RPD แตกต่างกันไม่เกิน 3 % จากสูตร

$$\% \text{ RPD} = \frac{(f \text{ of maximum} - f \text{ of minimum}) \times 100}{f \text{ of average}}$$

นำค่า response factor เฉลี่ยที่ได้คำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ จากสูตร

$$\text{ปริมาณสารออกฤทธิ์ ไดโนทีฟูแรน (\% w/w)} = \frac{f_{\text{avr.}} \times H_W}{W}$$

โดยที่ W = น้ำหนักสารละลายของสารเข้มข้น ไดโนทีฟูแรน หน่วยเป็นมิลลิกรัม

$f_{\text{avr.}}$ = ค่าเฉลี่ย response factor ของสารละลายมาตรฐานทั้ง 2 ซ้ำ

H_W = พื้นที่ใต้พีคของสารละลายของสารเข้มข้น ไดโนทีฟูแรน

2. การตรวจสอบความใช้ได้ของปริมาณสารออกฤทธิ์ไดโนทีฟูแรนสูตร WP

2.1 การตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Range/Linearity)

2.1.1 ค่า Range

2.1.1.1 เตรียมสารเข้มข้นไดโนทีฟูแรนที่ทราบเปอร์เซ็นต์แน่นอน และคลุกให้เป็นเนื้อเดียวกันแล้วชั่งสารให้มีสารออกฤทธิ์ไดโนทีฟูแรนครอบคลุมความเข้มข้นช่วงการใช้งาน 5 ความเข้มข้น นั่นคือ 0.025 - 0.250 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ละลายด้วย เมทานอล

2.1.1.2 นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง HPLC-UV ที่เตรียมภาวะเครื่องตามข้อ 1.1 โดยฉีดสารละลายเรียงจากความเข้มข้นน้อยไปมาก

2.1.1.3 วาดกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย ไดโนทีฟูแรน (แกน X) กับค่า response (แกน Y) พิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง

2.1.2 ค่า Linearity

2.1.2.1 เลือกความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง 5 ช่วงความเข้มข้นจากข้อ 2.1.1 ให้อยู่ในช่วงใกล้เคียงการใช้งานจริง นั่นคือ ความเข้มข้น 0.050 - 0.250 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ละลายด้วยเมทานอล โดยฉีดสารละลายเรียงจากความเข้มข้นน้อยไปมากเข้าเครื่อง HPLC-UV

2.1.2.2 วาดกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย ไดโนทีฟูแรน (แกน X) กับค่า response (แกน Y) ต้องได้ค่า correlation coefficient (r) ≥ 0.995

2.2 การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy)

2.2.1 การเตรียมสารละลายของสารเข้มข้นสูงไดโนทีฟูแรนที่ทราบความบริสุทธิ์แน่นอน เพื่อเตรียมทำ blank sample โดยเตรียมสารเข้มข้นไดโนทีฟูแรนที่ความเข้มข้น 0.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ละลายด้วยเมทานอล เขย่าด้วยเครื่อง ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ปริมาตรด้วยเมทานอลเขย่าให้เข้ากัน

2.2.2 การเตรียมสารละลาย stock sample ความเข้มข้น 1.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร

ซึ่งผลิตภัณฑ์ ไดโนทีฟูแรน สูตร WP ปริมาณ 10,002.4 มิลลิกรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วย เมทานอล ผ่านกรวยกรองสุญญากาศปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน ด้วยเครื่อง ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่อุณหภูมิห้องปรับปริมาตรด้วยเมทานอล

2.2.3 การเตรียมสารละลาย original sample

ปิเปตสารละลาย stock sample จากข้อ 2.2.2 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวด ปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวน 10 ขวด ปรับปริมาตรด้วย เมทานอล เขย่าให้เข้ากัน และแบ่งใส่ขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง HPLC-UV (ได้ค่า O)

2.2.4 การเตรียมสารละลาย fortified sample

โดยทำ fortified sample ที่ระดับความเข้มข้น 0.050, 0.100 และ 0.150 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ปิเปตสารละลาย stock sample จากข้อ 2.2.2 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวนอย่างละ 10 ขวด จากนั้น ปิเปตสารละลาย stock ของสารเข้มข้น ไดโนทีฟูแรน จาก ข้อ 2.2.1.1 ปริมาตร 5, 15 และ 25 มิลลิลิตร ตามลำดับ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น ละ 10 ขวด ฉีดเข้าเครื่อง HPLC-UV (ได้ค่า F)

2.2.5 การประเมินค่า accuracy จาก % Recovery

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

เมื่อ F คือ ปริมาณสารไดโนทีฟูแรนในสารละลาย fortified sample, มก./100มล.

O คือ ปริมาณสารไดโนทีฟูแรนในสารละลาย original sample, มก./100มล.

C คือ ปริมาณ added sample, มก.

ค่าความแม่นยำ ต้องได้ % Recovery อยู่ในช่วง 98 – 102% ตามเกณฑ์ AOAC

2.3 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision and Reproducibility)

2.3.1 การเตรียมสารละลายของสารเข้มข้นไดโนทีฟูแรนที่ทราบความบริสุทธิ์แน่นอน เพื่อทำ standard calibration curve โดยเตรียมสารเข้มข้นไดโนทีฟูแรน ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ละลายด้วย เมทานอล เขย่าด้วยเครื่อง ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่ อุณหภูมิห้องปรับปริมาตรด้วยเมทานอล เขย่าให้เข้ากัน นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง HPLC-UV จะได้ calibration curve ของ standards

2.3.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ ไดโนทีฟูแรน สูตร WP

เตรียมความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่ 0.05, 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยซึ่ง ผลิตภัณฑ์ ไดโนทีฟูแรนสูตร WP ที่เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน ปริมาณ 50, 100 และ 150 มิลลิกรัม จำนวนความเข้มข้นละ 10 ขวด จำนวน 2 ชุด (Repeatability) ลงในขวด ปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วย เมทานอล

ปริมาตร 35 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย เมทานอล และฉีดเข้าเครื่อง GC และเตรียมอีกชุดหนึ่ง โดยเปลี่ยนเครื่องมือและผู้วิเคราะห์ (Reproducibility)

2.3.3 วิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ ไดโนทีฟูแรน เปรียบเทียบกับความเข้มข้นของ standard calibration curve ข้อ 2.3.1.2

2.3.5 การคำนวณค่าความเที่ยง ด้วยการประเมินค่า HORRAT ตามสูตร ดังนี้

$$\text{HORRAT (Horwitz's ratio)} = \frac{\% \text{ RSD ที่ได้จากการวิเคราะห์}}{\text{Predicted Horwitz RSD จากทฤษฎี}}$$

$$\text{เมื่อ \% RSD (relative standard deviation)} = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

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

C คือ อัตราส่วนความเข้มข้นของ analyte

2.4 การตรวจสอบความคงทนของวิธีวิเคราะห์ Robustness/Ruggedness

2.4.1 ทำการเปลี่ยนเครื่องมือวิเคราะห์อีกเครื่องหนึ่งโดยใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกัน ภายใต้สภาวะเงื่อนไขอย่างเดียวกัน (Robustness) และทำการปรับเปลี่ยนสภาวะของเครื่องเล็กน้อย (Ruggedness) คือเปลี่ยนอัตราส่วน Mobile phase น้ำต่อเมทานอล (80 : 20)

2.4.2 การเตรียมสารละลายของสารเข้มข้น ไดโนทีฟูแรน ที่ทราบความบริสุทธิ์แน่นอน เพื่อทำ standard calibration curve ดำเนินการตามข้อ 2.3.1

2.4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ ไดโนทีฟูแรน สูตร WP

เตรียมความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่ 0.05 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยชั่งผลิตภัณฑ์ ไดโนทีฟูแรน สูตร WP ที่เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน ปริมาณ 50, 100 และ 150 มิลลิกรัม จำนวนความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วย เมทานอล เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 5 นาที ปล่อยให้สารละลายปรับตัวเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย เมทานอล

2.4.4 วิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ ไดโนทีฟูแรน

โดยฉีดสารละลายตัวอย่างข้อ 2.4.3 เข้าเครื่อง HPLC-UV เปรียบเทียบกับความเข้มข้นของ standard calibration curve ข้อ 2.4.2

2.4.5 การคำนวณค่าความเที่ยง ด้วยการประเมินค่า HORRAT ตามสูตร ดังนี้

$$\text{HORRAT (Horwitz's ratio)} = \frac{\% \text{ RSD ที่ได้จากการวิเคราะห์}}{\text{Predicted Horwitz RSD จากทฤษฎี}}$$

$$\text{เมื่อ \% RSD (relative standard deviation)} = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

\bar{X}

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

C คือ อัตราส่วนความเข้มข้นของ analyte

ระยะเวลาและสถานที่ทำการทดลอง

ระยะเวลาทำการทดลอง ตุลาคม 2555 ถึง กันยายน 2556 ณ ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบ ตรวจสอบคุณภาพวัตถุดิบพืชการเกษตร กลุ่มวิจัยวัตถุดิบพืชการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

การตรวจสอบความใช้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ ไดโนทีฟูแรน ในผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลง โดยเทคนิค HPLC-UV โดยการเตรียมภาวะของเครื่อง HPLC แล้ว ดำเนินการตรวจสอบตรวจสอบความพร้อมของเครื่อง โดยคำนวณ ค่า response factor (f) ของการฉีดแต่ละครั้งต่างจากค่าเฉลี่ยไม่เกินร้อยละ 1 และ ดำเนินการตรวจวิเคราะห์ตามขั้นตอนต่างๆ ได้ผลการทดลอง ดังนี้

1. การตรวจสอบปริมาณที่แน่นอนของสารออกฤทธิ์ Technical grade Dinotefuran

จากการที่สารมาตรฐานมีปริมาณน้อย ราคาแพง และไม่เพียงพอต่อกระบวนการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี ผู้ทดลองจึงได้นำสารความเข้มข้นสูงมาใช้แทน และก่อนที่จะทำกระบวนการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีจะต้องทราบปริมาณที่แน่นอนของสารไดโนทีฟูแรนความเข้มข้นสูง เพื่อให้ทราบปริมาณสารออกฤทธิ์ที่แน่นอน โดยใช้สารละลายมาตรฐาน ไดโนทีฟูแรน ความบริสุทธิ์ 99.9 %W/W มาเป็นตัวเปรียบเทียบ เพื่อหาปริมาณที่แน่นอนของสาร Technical grade ซึ่งตามฉลากระบุเปอร์เซ็นต์เท่ากับ 99.9% W/W จากการทดลองได้ผลดังตารางที่ 1 และมีค่าเฉลี่ยของเปอร์เซ็นต์ 99.21%

ตารางที่ 1 เปอร์เซ็นต์ของสาร Technical grade Dinotefuran

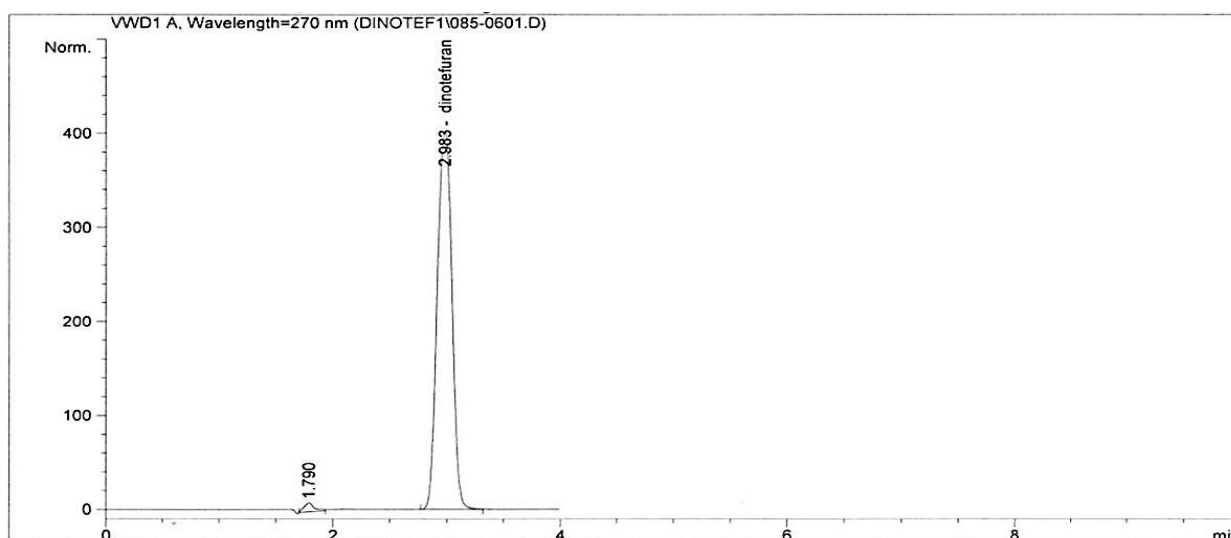
สารละลาย Technical grade Dinotefuran	เปอร์เซ็นต์สารออกฤทธิ์
TC1	99.93
TC2	99.68
TC3	99.96
TC4	98.23
TC5	98.40
TC6	98.26
TC7	99.79
TC8	99.01
TC9	99.42
TC10	99.46
เฉลี่ย	99.21

2. การตรวจสอบความใช้ได้ของปริมาณสารออกฤทธิ์ ไดโนทีฟูแรน สูตร WP

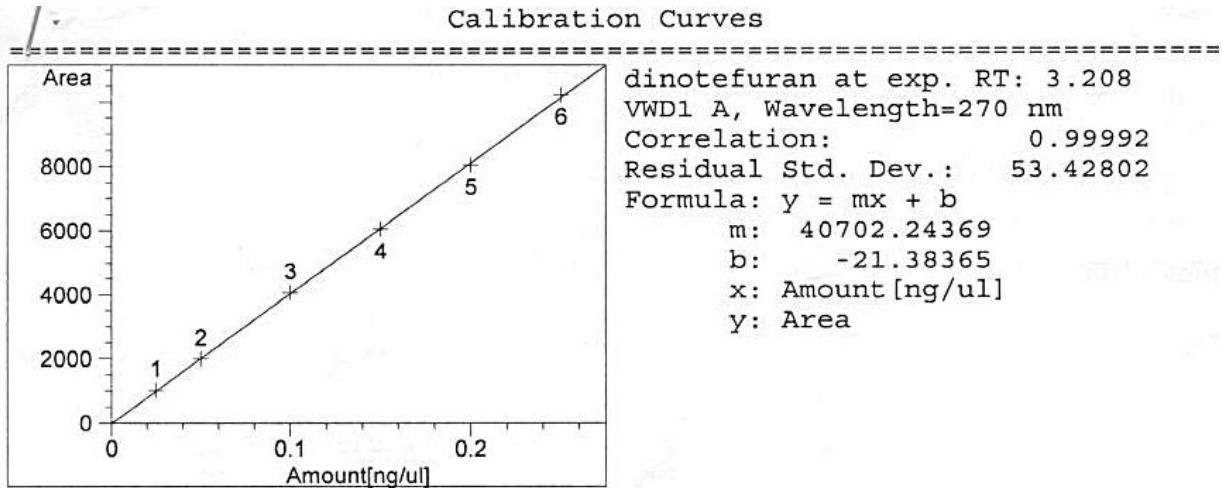
2.1 การตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Range/Linearity)

2.1.1 การตรวจสอบ Range

Range เป็นการหาช่วงความเข้มข้นหรือปริมาณสารที่ใช้ทดสอบที่สามารถวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ (จิราพรธณ, 2549) การตรวจสอบช่วงของการวัด (Range) โดยชั่งสารให้มีเนื้อสาร 0.025, 0.050, 0.100, 0.200 และ 0.250 พบว่า ได้โครมาโทแกรม ดังภาพประกอบที่ 2 และเมื่อพิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง จากการวาดกราฟระหว่างความเข้มข้นของสาร (แกน X) กับ response (แกน Y) (ภาพประกอบที่ 3) ได้ช่วงที่เป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.050 - 0.250 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร จะมีความเป็นเส้นตรงมากที่สุด จะพบว่าจากการทำ range ในช่วงความเข้มข้น 0.025 - 0.250 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร มีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99992



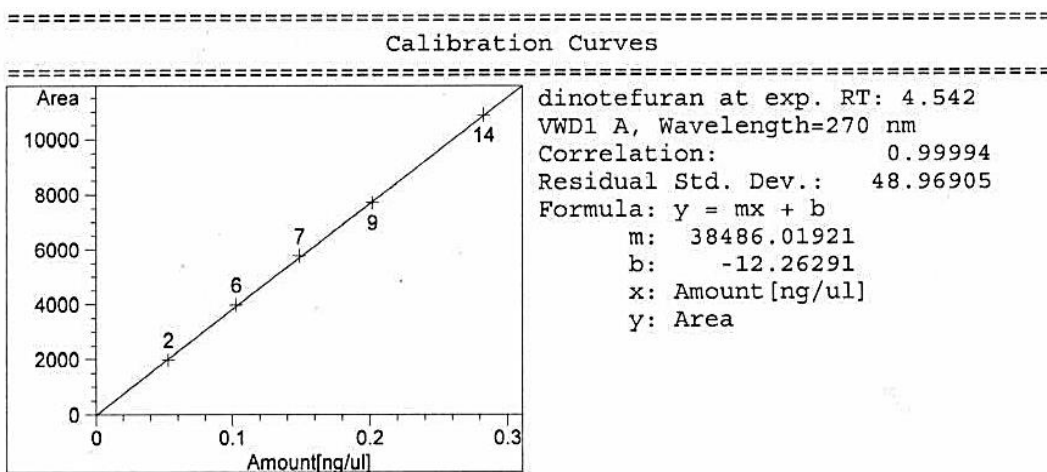
ภาพประกอบที่ 2 โครมาโทแกรมของ ไดโนทีฟูแรน



ภาพประกอบที่ 3 กราฟมาตรฐานค่า Range ของของไดโนทีฟูแรน

2.1.2 การตรวจสอบ Linearity

Linearity หาได้จากความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น หรือปริมาณสารที่ทดสอบกับสัญญาณที่ตรวจวัดได้ ซึ่งเป็นช่วงที่เป็นเส้นตรง โดยเลือกมาจากความเข้มข้นที่ได้จาก Range ซึ่งจะอยู่ในช่วง 0.050 - 0.250 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร ขยายความเข้มข้น ดังนี้ 0.050 0.075 0.100 0.200 และ 0.250 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร แล้วนำมาวาดกราฟระหว่างความเข้มข้นของสาร (แกน X) กับ response (แกน Y) (ภาพประกอบที่ 3) จะพบว่าจากการทำ Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.050 - 0.250 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร มีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99994 ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับตามมาตรฐาน AOAC ต้องมีค่า $r \geq 0.995$



ภาพประกอบที่ 4 กราฟมาตรฐานค่า linearity ของของไดโนทีฟูแรน

2.2 การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy)

ความใกล้เคียงกันระหว่างผลการวิเคราะห์หรือการตรวจสอบความแม่นยำจะสามารถหาได้จากการทำ Accuracy โดยการเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ที่ได้กับวัสดุอ้างอิง จากตัวอย่างเดียวกัน โดยพิจารณาจาก % Recovery ตามสูตรในข้อ 2.2.5 ดำเนินการโดยใช้สารตัวอย่างผลิตภัณฑ์ ไดโนทีฟูแรน 10% W/W สูตร WP ให้มีที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร จำนวนอย่างละ 10 ซ้ำ ฉีดเข้าเครื่อง HPLC-UV ได้ผลการทดลอง ดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ ไดโนทีฟูแรน

ลำดับ	Active ingredient content (mg/100 ml)								
	Concn.(0.05 mg/ml)			Concn.(0.10 mg/ml)			Concn.(0.15mg/ml)		
	Origin	Spilke	%Recovery	Origin	Spilke	%Recovery	Origin	Spilke	%Recovery
1	11.40	10.77	99.73	11.40	32.47	100.43	11.40	54.12	98.31
2	11.40	10.77	101.72	11.40	32.47	100.16	11.40	54.12	98.11
3	11.40	10.77	100.100	11.40	32.47	101.31	11.40	54.12	98.58
4	11.40	10.77	102.13	11.40	32.47	100.01	11.40	54.12	98.78
5	11.40	10.77	100.31	11.40	32.47	99.79	11.40	54.12	98.27
6	11.40	10.77	98.12	11.40	32.47	100.32	11.40	54.12	98.46
7	11.40	10.77	98.04	11.40	32.47	99.61	11.40	54.12	98.68
8	11.40	10.77	103.27	11.40	32.47	100.12	11.40	54.12	97.15
9	11.40	10.77	100.68	11.40	32.47	100.15	11.40	54.12	98.87
10	11.40	10.77	102.77	11.40	32.47	99.13	11.40	54.12	98.67
% Recovery	100.73			100.10			98.39		
SD	1.79			0.57			0.49		
% Recovery เฉลี่ย	99.74								

จากการทดลองใช้ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า % Recovery เท่ากับ 100.73, 100.10 และ 98.39 ตามลำดับ และได้ค่า %Recovery เฉลี่ย เท่ากับ 99.74 ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับตามมาตรฐาน AOAC ในช่วง % Recovery เท่ากับ 98 -102 จากการทดลองสารละลายอัตราส่วนของ ไดโนทีฟูแรน ผ่านเกณฑ์ทั้ง 3 ความเข้มข้น

2.3 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision/Repeatability and Reproducibility)

เป็นการตรวจสอบค่าความใกล้เคียงกันระหว่างการวิเคราะห์ข้อมูลซ้ำ โดย Precision/ Repeatability และ Reproducibility โดยที่ Reproducibility ใช้แลปเดียวกัน ผู้วิเคราะห์คนเดียวกัน เครื่องมือเดียวกัน และทำการทดสอบในวันเดียวกันหรือเป็นการทดลองซ้ำในช่วงเวลาสั้นๆ และการทดสอบ Reproducibility ทำการทดสอบเปรียบเทียบโดยเปลี่ยนผู้ทดสอบ เปลี่ยนเครื่องมือและห้องปฏิบัติการ โดยการทดสอบตัวอย่างที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน (นิรนาม, 2554) ซึ่งจะแสดงออกในรูป %RSD ของการทดลอง ประเมินโดยใช้ HORRAT equation สามารถคำนวณได้จาก ข้อ 2.3.5 จากการทดลอง ได้ค่า Precision และ Reproducibility ดังตารางที่ 3 และตารางที่ 4

ตารางที่ 3 การตรวจสอบ Precision ในผลิตภัณฑ์สูตร WP

Number	Concn.(0.05 mg/ml)		Concn.(0.10 mg/ml)		Concn.(0.15mg/ml)	
	Wt. of Sample (mg)	Al. Content % (w/w)	Wt. of Sample (mg)	Al. Content % (w/w)	Wt. of Sample (mg)	Al.Content % (w/w)
1	50.2	10.35	101.1	10.45	154.1	10.49
2	51.0	10.29	103.0	10.43	153.3	10.100
3	52.8	10.57	101.6	10.48	152.7	10.52
4	50.1	10.41	100.4	10.52	158.0	10.45
5	52.4	10.40	102.3	10.49	149.8	10.53
6	49.6	10.34	102.8	10.45	151.3	10.52
7	55.5	10.40	102.4	10.54	152.4	10.49
8	49.8	10.75	103.9	10.100	153.5	10.45
9	52.6	10.40	104.5	10.47	152.6	10.46
10	50.4	10.42	103.5	10.47	156.0	10.53
Mean	-	10.43	-	10.48	-	10.49
SD		0.13		0.03		0.03
%RSD _{exp.}		1.26		0.32		0.30
Horwitz		2.07		1.87		1.76
HORRAT		0.61		0.17		0.17
HORRAT เฉลี่ย	0.32					

จากการวิเคราะห์ค่า Repeatability ได้ปริมาณสารออกฤทธิ์ร้อยละ 10.43 10.48 และ 10.49 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) ตามลำดับ มีค่าความเคลื่อนสัมพัทธ์ (% RSD_{exp.}) เท่ากับ 1.26 0.32 และ 0.30 ตามลำดับ ค่าความเคลื่อนสัมพัทธ์จากทฤษฎี (% RSD_{Horwitz.}) เท่ากับ 2.07, 1.87 และ 1.76 ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.61 0.17 และ 0.17 และค่า HORRAT เฉลี่ย 0.32 ซึ่งเกณฑ์ยอมรับของ AOAC ยอมรับ HORRAT ≤ 2 และของ EU, Codex ยอมรับ HORRAT < 2 ซึ่งผลการทดสอบผ่านเกณฑ์การยอมรับทั้ง 2 แบบ

ตารางที่ 4 การตรวจสอบ Reproducibility ในผลิตภัณฑ์สูตร WP

Number	Concn.(0.5 mg/ml)		Concn.(1.0 mg/ml)		Concn.(1.5 mg/ml)	
	Wt. of Sample (mg)	Al. Content % (w/w)	Wt. of Sample (mg)	Al. Content % (w/w)	Wt. of Sample (mg)	Al.Content % (w/w)
1	50.6	10.58	99.2	10.44	152.9	10.53
2	51.3	10.35	100.3	10.49	153.6	10.52
3	53.0	10.40	105.0	10.45	152.3	10.52
4	49.0	10.49	101.6	10.72	158.5	10.47
5	52.3	10.69	100.1	10.55	156.3	10.57
6	49.3	10.41	102.1	10.54	151.6	10.57
7	56.6	10.52	103.8	10.68	153.2	10.54
8	49.3	10.77	102.0	10.56	153.8	10.45
9	54.6	10.45	103.9	10.53	152.4	10.46
10	50.4	10.51	107.0	10.49	155.5	10.53
Mean	-	10.52	-	10.54	-	10.52
SD		0.13		0.09		0.04
%RSD _{exp.}		1.26		0.88		0.41
Horwitz		2.07		1.87		1.76
HORRAT		0.61		0.47		0.23
HORRAT เฉลี่ย	0.44					

จากการวิเคราะห์ค่า Repeatability ได้ปริมาณสารออกฤทธิ์ร้อยละ 10.52, 10.54 และ 10.52 (น้ำหนัก โดยน้ำหนัก) ตามลำดับ มีค่าความคลื่อนสัมพัทธ์ (% RSD_{exp.}) เท่ากับ 1.26, 0.88 และ 0.41 ตามลำดับ ค่าความคลื่อนสัมพัทธ์จากทฤษฎี (% RSD_{Horwitz.}) เท่ากับ 2.07, 1.87 และ 1.76 ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.61, 0.47 และ

0.23 ค่า HORRAT เฉลี่ย 0.44 ซึ่งเกณฑ์ยอมรับของ AOAC ยอมรับ HORRAT ≤ 2 และของ EU, Codex ยอมรับ HORRAT < 2 ซึ่งผลการทดสอบผ่านเกณฑ์การยอมรับทั้ง 2 แบบ

2.4 การตรวจสอบความคงทนของวิธีวิเคราะห์ Robustness/Ruggedness

Robustness เป็นคุณสมบัติที่แสดงว่าวิธีทดสอบมีความคงทนต่อการเปลี่ยนแปลงสภาวะของการทดสอบ เช่น อุณหภูมิ pH เวลาที่ใช้ และ Ruggedness เป็นคุณสมบัติ reproducibility ของการทดสอบ ภายใต้สภาวะการทดสอบปกติ เช่น เปลี่ยนผู้ทดสอบ เปลี่ยนวันที่ทดสอบ สำหรับการตรวจสอบค่า Robustness และ Ruggedness ของวิธีวิเคราะห์ทำโดยใช้ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.05 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ โดยการทำให้ Robustness ได้ทำการเปลี่ยนอัตราส่วน Mobile phase จาก น้ำต่อเมทานอล (70 : 30) เป็นน้ำต่อเมทานอล (80 : 20) และ Robustness ทดลองโดยการเปลี่ยนผู้ทดสอบเป็น นักวิเคราะห์อีกคน ผลการทดลองที่ได้ดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 การตรวจสอบ Robustness/Ruggedness ในผลิตภัณฑ์สูตร WP

Number	Concn.(0.05 mg/ml)		Concn.(0.10 mg/ml)		Concn.(0.15 mg/ml)	
	Al. Content % (w/w)		Al. Content % (w/w)		Al. Content % (w/w)	
	Robustness	Ruggedness	Robustness	Ruggedness	Robustness	Ruggedness
1	10.32	10.45	10.44	10.44	10.49	10.58
2	10.29	10.34	10.43	10.51	10.47	10.51
3	10.48	10.39	10.48	10.44	10.51	10.53
4	10.41	10.48	10.52	10.59	10.44	10.48
5	10.39	10.58	10.49	10.54	10.53	10.56
6	10.35	10.41	10.45	10.53	10.100	10.56
7	10.40	10.48	10.51	10.58	10.48	10.52
8	10.74	10.77	10.48	10.55	10.44	10.44
9	10.39	10.44	10.46	10.53	10.43	10.43
10	10.41	10.47	10.42	10.51	10.51	10.51
Mean	10.42	10.48	10.47	10.52	10.48	10.51
SD	0.13	0.12	0.03	0.05	0.03	0.05
% RSD _{exp.}	1.20	1.15	0.32	0.46	0.32	0.45
Horwitz	2.07	2.07	1.87	1.87	1.76	1.76
HORRAT	0.58	0.56	0.17	0.25	0.18	0.26
HORRAT เฉลี่ย Robustness			0.31			

HORRAT เฉลี่ย Ruggedness	0.35
--------------------------	------

จากตารางที่ 5 พบว่า สำหรับ Robustness ได้ค่าเฉลี่ยปริมาณสารออกฤทธิ์ร้อยละ 10.42, 10.47 และ 10.48 (น้ำหนักโดยน้ำหนัก) ตามลำดับ มีค่า HORRAT เท่ากับ 0.58, 0.17 และ 0.18 ได้ค่าเฉลี่ย HORRAT เท่ากับ 0.31 และ Ruggedness ได้ค่าเฉลี่ยปริมาณสารออกฤทธิ์ร้อยละ 10.48, 10.52 และ 10.51 (น้ำหนักต่อ น้ำหนัก) ตามลำดับ มีค่า HORRAT เท่ากับ 0.56, 0.25 และ 0.26 ได้ค่าเฉลี่ย HORRAT เท่ากับ 0.35 เมื่อ พิจารณาจากค่า HORRAT จะพบว่า ทั้ง Robustness/Ruggedness ผ่านเกณฑ์ที่ยอมรับได้ทั้งหมด ซึ่งเกณฑ์ ยอมรับของ AOAC ยอมรับ HORRAT ≤ 2 และของ EU, Codex ยอมรับ HORRAT < 2

9.สรุปผลการทดลองและคำแนะนำ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ไดโนทีฟูแรน ในผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงศัตรูพืชโดยใช้เทคนิค High Performance Liquid Chromatography ใช้ตัวตรวจจับชนิด UV-Detector ด้วย column ชนิด ACE 5 C18-PFP ได้สภาวะที่เหมาะสมของวิธีวิเคราะห์ ดังนี้ อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตร/นาที อัตราส่วน Mobile phase น้ำต่อเมทานอล (70 : 30) ความยาวคลื่น 270 นาโนเมตร อุณหภูมิคอลัมน์ 40 องศาเซลเซียส ปริมาณการฉีด 10 ไมโครลิตรเวลาในการฉีด 4.0 นาที ปริมาณการฉีด 10 ไมโครลิตร การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ให้ค่า Range ที่เป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.025 – 0.250 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.050 – 0.250 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient \textcircled{R} เท่ากับ 0.99994 การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ของวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ ไดโนทีฟูแรน ในผลิตภัณฑ์ พบว่า ได้ค่า % recovery เท่ากับ 100.73, 100.10 และ 99.74 และได้ค่าเฉลี่ย เท่ากับ 99.74 อยู่ในระหว่างการเกณฑ์การยอมรับตาม AOAC 98 – 102 % สำหรับปริมาณสารในตัวอย่างมากกว่า 10% สำหรับการตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ของวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ไดโนทีฟูแรน ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.61, 0.17 0.17 และได้ค่าเฉลี่ย HORRAT เท่ากับ 0.32 การตรวจสอบค่าความแข็งแกร่ง Robustness ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.61, 0.47 0.23 และได้ค่าเฉลี่ย HORRAT เท่ากับ 0.44 ของวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ ของวิธีการวิเคราะห์ ปริมาณสารออกฤทธิ์ ไดโนทีฟูแรน โดยการวิเคราะห์ซ้ำต่างวัน เวลา (reproducibility) ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.56, 0.25 0.26 และได้ค่าเฉลี่ย HORRAT เท่ากับ 0.35 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์การยอมรับตามทั้งสิ้น AOAC (ค่า HORRAT ≤ 2) ดังนั้น วิธีที่ใช้ตรวจสอบ ไดโนทีฟูแรน ในการทดสอบนี้ที่ดัดแปลงมาจาก วิธีมาตรฐาน CIPAC HANDBOOK Vol.L เมื่อพิจารณาพารามิเตอร์ต่างๆตาม Method Validation ค่าที่ได้อยู่ในเกณฑ์ยอมรับทั้งสิ้น ดังนั้น วิธีนี้จึงสามารถนำมาเป็นวิธีมาตรฐานในการตรวจหาร้อยละสารออกฤทธิ์ไดโนทีฟูแรน ในผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงศัตรูของกรมวิชาการเกษตรทั้งส่วนกลางและส่วนภูมิภาคได้อย่างถูกต้อง แม่นยำ และมีประสิทธิภาพ

10.การนำไปใช้ประโยชน์

1. สามารถนำวิธีการตรวจวิเคราะห์ที่ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี กำหนดเป็นวิธีมาตรฐานสำหรับ

ห้องปฏิบัติการของกรมวิชาการเกษตรทั้งในส่วนกลางและส่วนภูมิภาคเพื่อควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงศัตรูพืช ไดโนทีฟูแรน

2. สามารถนำวิธีวิเคราะห์ที่ได้ ถ่ายทอดให้หน่วยงานราชการให้แก่หน่วยงานอื่นๆ และหน่วยงานเอกชน ที่ต้องการตรวจวิเคราะห์ปริมาณไดโนทีฟูแรน เพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์และผลิตจำหน่ายได้

11.เอกสารอ้างอิง

จิราพรรณ ทองหยอด และ ณัญญา ลือตระกูล. 2549. ศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบคาร์โบฟูแรนในผลิตภัณฑ์สารกำจัดศัตรูพืช. ผลการปฏิบัติงาน ประจำปีงบประมาณ 2549 สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. 453 น.

ปรีชา พุทธิปรีชาพงศ์. 2537. สารกำจัดศัตรูพืชในประเทศไทย. ฝ่ายสารสารวัตรเกษตร. กองควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. 371 น.

นิรนาม. 2553. เอกสารวิชาการเกษตร การป้องกันกำจัดแมลงและสัตว์ศัตรูพืช ปี 2553. กลุ่มกีฏและสัตววิทยา สำนักวิจัยพัฒนาการอารักขาพืช. กรมวิชาการเกษตร. 303 น.

นิรนาม. 2554. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวัดทางเคมี เอกสารการฝึกอบรมปฏิบัติการ. ณ สถาบันมาตรวิทยาแห่งชาติ. จังหวัดปทุมธานี. 28 – 29 กรกฎาคม 2554.

Anonymous. 1993. The Agrochemicals Handbook 3rd. ed. The Royal Society of Chemistry Cambridge, England.

Dobrat W. and A Martijn H. 1988. CIPAC Handbook Vol.L : Analysis of Technical and Formulated Pesticides. Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited, The Black Bear Press, England.

Huber. Ludwig. 1999. Validation and Qualification in Analytical Laboratories. Interpharm Press, Inc. Buffalo Grove, Illinois. 318 p.