รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2556

1.ชุดโครงการวิจัย : วิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

2.โครงการวิจัย : การพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตรให้ถูกต้อง แม่นยำ ตามมาตรฐานสากล

กิจกรรมที่1. การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง

กิจกรรมย่อยที่ 1.2 การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผัก ผลไม้และผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร

3.ชื่อการทดลอง : การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในพืชที่มีความเป็นกรดสูง

Method Development for Pesticide Analysis in High Acid Content Plant

4.คณะผู้ดำเนินการ

หัวหน้าโครงการ นางสาวพนิดา ไชยยันต์บูรณ์ สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

หัวหน้าการทดลอง นางสาวศศิมา มั่งนิมิตร์ สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

ผู้ร่วมงาน นางสาวลักษมี เดชานุรักษ์นุกูล สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

นายวิทยา บัวศรี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

5. บทคัดย่อ

การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในพืชที่มีความเป็นกรดสูงโดยวิธี QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) โดยใช้เครื่องแกสโครมาโตกราฟ(Gas chromatography)ที่มีหัวตรวจวัดชนิด Flame Photometric Detector (FPD) และ Micro-cell Electron Capture Detector (μECD) เพื่อให้ได้วิธีการตรวจวิเคราะห์ที่เหมาะสมและมีประสิทธิภาพ โดยใช้ส้มเปลือกล่อน (Mandalins)เป็นตัวแทนของในพืชตระกูลส้ม(citrus fruits) ใช้วิธีการตรวจวิเคราะห์โดยรวมตามวิธี QuEChERS สกัดตัวอย่างด้วย acetonitrile magnesium sulfate และ sodium chorlide จากนั้นขจัดสิ่งรบกวน(clean up) ด้วย primary secondary amine และ magnesium sulfate ตรวจวิเคราะห์สารพิษกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ออร์กาโนคลอรีน และ ไพรีทรอยด์ จำนวน 5 ชนิดได้แก่ diazinon α-Endosulfan β-Endosulfan Endosulfan sulfateและ Bifenthrin ค่าขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ) มีค่าเท่ากับ0.05, 0.01, 0.01, 0.02และ 0.02mg/kg ตามลำดับ ผลการทดสอบความแม่น(accuracy) ได้ค่า% recovery ในช่วง 70-110 มีความเที่ยง (precision) แสดงด้วยHORRAT อยู่ในช่วง 0.2-1.2 จากผลการทดสอบพบว่าวิธีดังกล่าวสามารถนำไปตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในพืชที่มีความเป็นกรดสูงได้

6.คำนำ

วิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างโดยรวม (Multiresidues method) ในอาหาร ส่วนใหญ่จะเป็นวิธีการสิ้นเปลืองเวลาและแรงงานในการตรวจวิเคราะห์ เพราะความซับซ้อนของโครงสร้างสารของวัตถุมีพิษและองค์ประกอบของสารที่มีในตัวอย่างทำให้การตรวจวิเคราะห์มีความยุ่งยาก จำเป็นต้องใช้สารเคมีหลายชนิด ทั้งใน

ขั้นตอนการสกัดตัวอย่างและการกำจัดสิ่งปนเปื้อน เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพของผลของการคืนกลับได้ของวิธีวิเคราะห์ที่ให้ค่าสูงสุด จนในปี2003 Anatassiades และคณะได้นำเสนอวิธีตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างโดยรวมแบบใหม่ชื่อ QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) ซึ่งได้พัฒนาวิธีการนี้ขึ้นเพื่อใช้แทนวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างโดยรวมแบบที่ใช้กันอยู่เดิมซึ่งสิ้นเปลืองเวลาและใช้สารเคมีจำนวนมาก โดยใช้วิธีการสกัด(extraction) ด้วย acetonitrile แยกส่วนสารสกัด(liquid-liquid partition) ด้วย magnesium sulfate และ sodium chloride กำจัดสิ่งปนเปื้อน(clean-up)ด้วยmagnesium sulfate และ primary secondary amine ตรวจวัดด้วยเครื่อง Gas chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS) ซึ่งใช้ปริมาณตัวอย่างและสารสกัดที่น้อยกว่าวิธีสกัดแบบเดิม ไม่ต้องใช้อุปกรณ์และเครื่องแก้วหลายชนิด ใช้เพียงการเขย่าด้วยมือหรือเครื่องเขย่า และการตกตะกอนด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง(centrifuge) ซึ่งลดค่าใช้จ่ายและปริมาณของเสียที่เกิดจากการสกัดตัวอย่าง ได้เป็นจำนวนมาก

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (method validation) คือการยืนยันโดยการตรวจสอบ และจัดทำหลักฐานที่เป็นวิทยาศาสตร์ที่พิสูจน์ได้ว่า วิธีที่วางแผนจะทดสอบนั้นเป็นไปตามข้อกำหนดที่วางไว้ ผลวิเคราะห์ต้องให้ข้อมูลที่แสดงว่าวิธีที่ใช้ทดสอบนั้นมีความเหมาะสม ถูกต้อง แม่นยำ ที่ระดับความเข้มข้นที่เหมาะสมกับชนิดของพืชหรือสิ่งที่ทดสอบ ในสถานการณ์โลกปัจจุบันแต่ละประเทศทั่วโลกพยายามใช้วิธีกีดกันการค้าโดยทางอ้อม โดยใช้ข้อมูลด้านสุขอนามัยของประชาชนแต่ละประเทศเป็นข้อกำหนด ทำให้ข้อมูลจากผลการวิเคราะห์ถูกนำมาเป็นข้ออ้างในการตรวจสอบสินค้าในการค้าระหว่างประเทศ ซึ่งจำเป็นต้องพิสูจน์ให้เห็นว่าการตรวจวิเคราะห์นั้นเป็นไปตามหลักมาตรฐานสากล

ตามข้อกำหนดของOECDในเอกสารหมายเลข72 ชุดของpesticide หมายเลข 39และ SANCO 2011 ได้แบ่งกลุ่มของตัวแทนพืช ได้แก่ ผัก ผลไม้ ธัญพืชและเนื้อสัตว์ เป็นกลุ่มย่อยๆ10 กลุ่ม ได้แก่ พืชที่มีปริมาณน้ำสูง พืชที่มีปริมาณน้ำมันสูง พืชที่มีแป้งและหรือโปรตีนและมีปริมาณน้ำน้อย พืชที่มีความเป็นกรดสูงและมีปริมาณน้ำมาก เป็นต้น โดยพืชในกลุ่มมีความเป็นกรดสูงนี้มีตัวแทนคือพืชตระกูลส้ม(citrus fruit) พืชที่ทีผลเล็กและกลุ่มเบอรี่ จึงเลือกส้มเปลือกล่อน(Mandalins)เป็นตัวแทน และทำการทดสอบพืชที่มีความเป็นกรดสูงโดยวิธีวิเคราะห์ดังกล่าว เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการนำมาปรับใช้ ในงานตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

7.วิธีดำเนินการ

-อุปกรณ์

1. สารมาตรฐาน กลุ่มสารออร์กาโนฟอสฟอรัส ออร์กาโนคลอรีน และ ไพรีทรอยด์ 5 ชนิด ความบริสุทธิ์ 93.5-98.9% ผลิตภัณฑ์ของ Dr.Ehrenstorfer

2. สารเคมีได้แก่ acetonitrile, ethyl acetate, hexane, magnesium sulfate, sodium chloride, sodium sulfate, SPE sorbent ชนิด primary-secondary-amine (PSA)

3.เครื่องแก้วและวัสดุวิทยาศาสตร์ ได้แก่ volumetric flask, volumetric pipette, beaker,

cylinder,

funnel, round bottom flask, centrifuge tubes ขนาด1.5 และ 50 ml, vials for GC ขนาด 1.5 ml, auto-pipette ขนาด 0.1- 1 ml และ 1-10 ml

4 .เครื่องมือวิทยาศาสตร์ ได้แก่ เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 5 ตำแหน่งและ2 ตำแหน่ง, Food processor, Vortex mixer, เครื่องcentrifuge

5 . เครื่องตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างของวัตถุมีพิษเครื่องGas Chromatography รุ่น 6890N Agilent Technologies) ที่มีหัวตรวจวัด2ชนิดคือ Flame Photometric Detector (FPD)ใช้ analytical column: DB-1701P ความยาว 30 m. 0.25 mm id. 0.25µm film thickness และชนิดMicro-cell Electron Capture Detector (µECD) และใช้ analytical column: HP-Ultra 1 ความยาว 25 m. 0.32 mm id. 0.17µm film thickness carrier gas: He 1.2 ml/min กำหนดสภาวะของเครื่องมือดังนี้

Inlet: Splitless at 250 ° C

Oven: Initial temp. 100 ° C hold 1 min, ramp 15 ° C / min to 180 hold 3 min , ramp 25 ° C / min to 250 hold 35 min, ramp 30 ° C / min to 260 hold 2min

Detector: 1.FPD with H_2 flow 150.0 ml/min, Air flow 110.0 ml/min and N_2 make up flow 60 ml/min. **2.** µECD with N_2 make up flow 60 ml/min.

วิธีการ

1. ค้นคว้าเอกสารและวางแผนการการทดลอง

2. เตรียมสารมาตรฐานกลุ่มต่างๆที่ใช้ทดสอบคือ ออร์กาโนฟอสฟอรัส ออร์กาโนคลอรีน และ ไพรีทรอยด์ ที่ใช้ในการทดสอบให้มีความเข้มข้นระหว่าง 0.02-2.0 ug/ml สำหรับ diazinon ที่เป็นตัวแทนกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ความเข้มข้นระหว่าง 0.01-1.0 ug/ml สำหรับ α-Endosulfan β-Endosulfan Endosulfan sulfateที่เป็นตัวแทนกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและความเข้มข้นระหว่าง 0.02-2.0 ug/ml สำหรับ Bifenthrinที่เป็นตัวแทนกลุ่มไพรีทรอยด์

3. เลือกตัวอย่างพืชที่เป็นตัวแทนของพืชมีความเป็นกรดสูง เช่น ส้มเปลือกล่อนซึ่งทำการวัด pH ได้4 ทำการทดสอบ fortified sample ที่ระดับความเข้มข้นต่าง 3ระดับ คือ 0.010 0.100 และ0.200 mg/kg สำหรับ α-Endosulfan β-Endosulfan 0.025 0.250 0.500 mg/kg สำหรับ Endosulfan sulfate 0.025 0.050 0.500 mg/kg สำหรับ Bifenthrin และ 0.050 0.100 0.200 สำหรับ diazinon ลงในตัวอย่างส้ม ความเข้มข้นระดับละ 6ซ้ำ

3.1 การสกัดโดยวิธีQuECHERSจาก Anastassiades, 2003

ชั่งตัวอย่าง 10 g ใส่ centrifuge tubes ขนาด 50 ml สกัดตัวอย่างด้วย acetonitile จำนวน 10ml แล้วเขย่าด้วย vortex mixer ที่ความเร็วรอบสูงสุด 1 นาที เติม NaCl 1.0 g และ $MgSO_4$ 4 g เขย่าด้วย vortex mixer นาน 1 นาทีนำไป centrifuge ที่ความเร็วรอบ4,000 rpm. นาน 5 นาที จากนั้นนำไปขจัดสารรบกวนโดยใช้ autopipette ดูดสารละลายส่วนบนตัวอย่าง 1 mlใส่ micro centrifuge tube 1.5 ml ที่ ใส่ PSA 0.025 g $MgSO_4$ 0.15 g เขย่าด้วย vortex 30 วินาที นำไป centrifuge อีกครั้ง จากนั้นใช้ auto

pipette ดูดสารละลายส่วนบน ปริมาตร 0.5 ml นำไปลดปริมาตรด้วยแกสไนโตรเจนจนแห้งแล้วปรับปริมาตรเป็น0.5 ml ด้วย ethyl acetateใส่ GC-vial นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วย GC-FPD ส่วนตัวอย่างสำหรับตรวจวิเคราะห์ด้วย GC- μECD ทำขั้นตอนการขจัดสารรบกวนเช่นเดียวกับตัวอย่างสำหรับ GC-FPD แต่เปลี่ยนตัวทำละลายในการปรับปริมาตรเป็น hexane

4. การทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation)

4.1 การทดสอบและประเมินค่า Performance Characteristics ต่างๆ

ทดสอบค่าที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ได้แก่ Range, Linearity, Accuracy, Precision, Limit of Quantification (LOQ) และ Limit of Detection (LOD)

4.1.1 Range / Linearity

ทดสอบ sample blank และ fortified sample blank รวม 5 ระดับให้ครอบคลุมช่วงการวิเคราะห์ ความเข้มข้นละ 1 ซ้ำ นำค่าความเข้มข้นของ fortified sample และค่า response ไปเขียนกราฟและคำนวณค่า correlation coefficient (R^2) จากความสัมพันธ์เชิงเส้น ใช้เกณฑ์การยอมรับ ค่า $R^2 \geq 0.995$ (Codex, 2003)

4.1.2 Accuracy

การตรวจสอบAccuracyใช้เกณฑ์กำหนด คือ mean recovery อยู่ระหว่าง70 – 110% (FAO/IAEA/AOAC/IUPAC 1999, Ambrus 2000) ทำการทดสอบ fortified sample ที่ระดับความเข้มข้น 3 ระดับ คือ ต่ำ กลาง สูง ลงในตัวอย่างส้มความเข้มข้นระดับละ 6 ซ้ำ

4.1.3.Precision

การทดสอบความเที่ยงของการวิเคราะห์ใช้การทวนซ้ำ(repeatability)แสดงผลในรูปของ%RSD_r(Relative Standard Deviation) ทำการทดสอบ fortified sample ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ ลงในตัวอย่างส้มความเข้มข้นระดับละ6 ซ้ำ นำไปวิเคราะห์ตัวอย่างแล้วนำมา คำนวณหาค่า % RSD_r ตามวิธี ISO-5725-2ประเมินการยอมรับโดยเปรียบเทียบกับค่าที่ได้คำนวณจากสมการHorwitz (Horwitz's equation)ซึ่งเกณฑ์กำหนด คือ % RSD_r ค่านี้ต้องน้อยกว่าค่า% $RSD_{Horwitz}$ ซึ่งได้จากการคำนวณจากสมการ Horwitz

สมการ Horwitz สำหรับ repeatability % $RSD_r = 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)}$

นอกจากนี้ยังใช้เกณฑ์พิจารณาค่าความเที่ยงจากค่าที่ได้จากการคำนวณค่าHORRATหรือ Horwitz ratio น้อยกว่า 2 (AOAC, 2002) เป็นเกณฑ์ยอมรับด้วย

4.1.4 Limit of Quantitation (LOQ)

เป็นความเข้มข้นต่ำสุดของสารที่สนใจในตัวอย่างที่วิธีทดสอบสามารถตรวจวัดได้ที่ความเข้มข้นระดับนี้สามารถรายงานเป็นปริมาณที่มีความแม่นและความเที่ยงในระดับที่ยอมรับได้ ทดสอบ fortified sample ที่ระดับความเข้มข้น 0.01-0.02 mg/kg สำหรับกลุ่มออร์กาโนคลอรีน ระดับความเข้มข้น0.05 mg/kg สำหรับกลุ่มออรกาโนฟอสฟอรัสและระดับความเข้มข้น0.02 mg/kg สำหรับกลุ่มไพรีทรอยด์ ในตัวอย่างส้มจำนวน 6 ซ้ำ

4.1.5 Limit of Detection (LOD)

เป็นความเข้มข้นต่ำสุดของสารที่สนใจในตัวอย่างที่วิธีทดสอบสามารถตรวจวัดได้ การทดสอบ LOD สามารถทำได้หลายวิธีโดยเลือกใช้จากความเหมาะสมและเป็นไปได้ เนื่องจากการทดสอบทางเคมีการทำซ้ำมากๆ จำเป็นต้องใช้ตัวอย่างปริมาณมาก เสียค่าใช้จ่ายและเสียเวลาโดยไม่จำเป็น การแจกแจงของข้อมูลถือว่าเป็นแบบ t-distribution ดังนั้น LOD จึงเท่ากับ $t_{(one\ tail\ 0.01,\ n-1)} \times SD$ เพื่อให้ค่า t มีค่าเท่ากับ 3 โดยประมาณจึงต้องมีการทดสอบ 7-10 ซ้ำ (ทิพวรรณ, 2549) ค่า LOD ของแต่ละสารได้จากการคำนวณค่า standard deviation (SD) ของตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ทดสอบ ซึ่งต้องมีผลทดสอบผ่านเกณฑ์ที่กำหนดคือมีผลทดสอบค่าเฉลี่ยของ recovery อยู่ในช่วง 70-110 %[truness, 96/46 EC] ค่าaccuracyและ precisionและอยู่ในเกณฑ์ยอมรับคือ %RSD น้อยกว่า 20% [repeatability, 96/46EC] (FAO/IAEA/AOAC/IUPAC, 1999)และ HORRATไม่เกิน2 (AOAC, 2002) จึงคำนวณค่า LOD จากสูตร LOD = 3 x SD

ระยะเวลา ตุลาคม 2555 – กันยายน 2556

สถานที่ กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

ผลการการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษชนิดต่างๆในส้มโดยวิธีQuEChERSด้วยGas Chromatographyการทดสอบและประเมินค่า Performance Characteristics ต่างๆ ได้แก่ Range, Linearity, Accuracy, Precision, LOQ และ LOD มีผลการทดสอบดังนี้

1. Range และ linearity ผลการประเมิน ค่า Correlation coefficient (R^2) จากความสัมพันธ์เชิงเส้น ใช้เกณฑ์ ยอมรับ ค่า $R^2 \geq 0.995$ พบว่าการวิเคราะห์สารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ออร์กาโนคลอรีน และไพรีทรอยด์มี ค่า $R^2 \geq 0.995$ และมี range อยู่ในช่วงต่างๆตามแต่ชนิดของสาร ดังนี้ diazinon 0.02-2.0 mg/kg α-Endosulfan, β-Endosulfan, Endosulfan sulfate 0.01-1.0 mg/kg Bifenthrin 0.02-2.0 mg/kg

2. Accuracy การตรวจสอบ accuracy ใช้เกณฑ์ยอมรับคือ ค่าเฉลี่ยของ recovery อยู่ระหว่าง 70 – 110% จากการวิเคราะห์ส้มที่เติมสารมาตรฐาน พบว่ามีความแม่นจาก%recovery ในช่วง 78-107%

3. Precision การตรวจสอบ precision ใช้เกณฑ์ยอมรับจากค่า relative standard deviation $\%RSD_{Horwitz}$ และHORRATพบว่าวัตถุมีพิษที่ทดสอบที่มีผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ยอมรับดังกล่าว คือ %RSD น้อยกว่า $\%RSD_{Horwitz}$ และมีค่า HORRAT ≤ 2 รวม ตามตารางที่ 1

4. Limit of Quantitation (LOQ) จากการทดสอบพบว่า fortified sample blank ด้วย ความเข้มข้นระดับ 0.01-0.05 mg/kg ซึ่งเป็นระดับต่ำสุดที่ใช้ในการวิเคราะห์สารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์นี้สามารถรายงานเป็นปริมาณที่มีความแม่นและความเที่ยงในระดับที่ยอมรับได้ทดสอบมีค่า$\%RSD_r \leq \%RSD_{Horwitz}$ และ มีค่า HORRAT ≤ 2 โดยมีค่า LOQ ดังนี้ diazinon 0.05mg/kg α-Endosulfan , β-Endosulfan 0.01mg/kg Endosulfan sulfate 0.02mg/kg bifenthrin 0.02 mg/kg

5. Limit of Determination (LOD) ผลของการทดสอบกลุ่มสารต่างๆที่ผ่านเกณฑ์ทดสอบ accuracy และ precision ตามเกณฑ์ที่กำหนดดังกล่าว พบว่ามีค่า LOD อยู่ในช่วง0.002-0.02mg/kg (ตารางที่ 1)

ตารางที่ 1 ผลการทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ตัวอย่างส้มโดยวิธีเQuECHERS

No.	Pesticide	Spike level (mg/kg)	% Recovery (n=6) mean ± SD	% RSD	HORRAT	LOD	LOQ
1	α-Endosulfan	0.010	78 ± 0.001	9.6	0.5	0.002	0.010
		0.100	83 ± 0.007	8.6	0.6		
		0.200	85 ± 0.017	9.9	0.7		
2	β-Endosulfan	0.010	83 ± 0.008	19.4	0.9	0.005	0.010
		0.100	84 ± 0.002	9.5	0.6		
		0.200	99 ± 0.013	6.6	0.5		
3	Endosulfan sulfate	0.025	83 ± 0.008	15.5	0.9	0.005	0.025
		0.250	84 ± 0.002	9.5	0.6		
		0.500	99 ± 0.013	6.6	0.5		
4	bifenthrin	0.025	80± 0.024	10.1	0.6	0.006	0.025
		0.050	85 ± 0.002	5.8	0.4		
		0.500	86 ± 0.059	13.7	1.2		
5	diazinon	0.050	100 ± 0.053	6.6	0.4	0.016	0.050
		0.100	107 ± 0.004	3.3	0.2		
		0.200	104 ± 0.016	7.8	0.6		

9.สรุปผลการทดลอง

วัตถุมีพิษที่นำมาทดสอบ 5 ชนิดผ่านเกณฑ์ทดสอบได้ทั้งหมด ตามพารามิเตอร์ต่างๆที่กำหนด คือ range/linearity มีค่าR^2 ≥ 0.995 การทดสอบค่า accuracy และ precision อยู่ในเกณฑ์ยอมรับคือ mean recovery อยู่ในช่วง70-110% ค่า HORRAT ไม่เกิน 2 ค่า% RSD ของrepeatability น้อยกว่า 20% โดยมีค่า LOQ อยู่ในช่วง 0.01-0.05mg/kg

10.การนำไปใช้ประโยชน์

ได้ข้อมูลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิเคราะห์สารพิษชนิดต่างๆในส้มโดยวิธีQuEChERSด้วยGas Chromatography ตามค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่กำหนดสำหรับวิธีการตรวจสอบความใช้ได้ เพื่อนำไปขยายขอบข่ายการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผลไม้เพื่อการรับรองสำหรับการส่งออก และเผยแพร่ให้หน่วยงานที่เกี่ยวข้องกับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของกรมวิชาการเกษตร และผู้สนใจต่อไป

11.เอกสารอ้างอิง

ทิพวรรณ นิ่งน้อย. 2549. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์โดยห้องปฏิบัติการเดียว กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์. 124 หน้า

Ambrus. A., 2000. Worked Example for Validation of a Multi-residue Method. in Principle and Practices of Method Validation. The Royal Society of Chemistry, London, U.K. 157-175

Anastassiades. M., Lehotay. S.J., Stajbaher. D. and Schenck F.J. 2003. Fast and Easy Multiresidues employing Actonitrile Extraction/Paritioning and “Dispersive solid-Phase Extraction” for determination of Pesticide Residues in Produce. J.AOAC. Int.86, 412-431

Anonymous. 1994. ISO 5725-2-1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and result- part 2. First edition.

AOAC. 2002. Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals. www.aoac.org/dietsupp6/Dietary-Supplement-web-site/slv_guidelines.pdf 2002

Codex Alimentarius. 2003. Guidelines on good laboratory practice in residue analysis CAC/GL 40- 1993, REV.1-2003 P.1 of 36 www.eur-lex.europa.eu/LexUriServ.do?uri=CELEX:31996L0046:EN:HTML

Fajgelli. A.and Ambrus. A. 2000. Principle and Practice of Method Validation. The Royal Society of Chemistry, London, U.K.

FAO/IAEA/AOAC/IUPAC. 1999. Guidelines for single laboratory validation of analytical method for trace-level concentration of organic chemicals . International workshop on principle and practice of method validation. Nov 4-6. Budapest