

รายงานผลงานเรื่องเติมการทดลองที่สิ้นสุด

1. **ชุดโครงการวิจัย** : การวิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
2. **โครงการวิจัย** : การพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตรที่ถูกต้องแม่นยำตามมาตรฐานสากล
3. **ชื่อการทดลอง** : การทดลองที่ 2.2 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus organochlorine pyrethroid และ carbamate ในลำไยเพื่อการขอการรับรองตามระบบ ISO/IEC 17025 : 2005
4. **คณะผู้ดำเนินงาน**

หัวหน้าการทดลอง	นางเกษสิริ ฉันทพิริยะพูน	สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6
ผู้ร่วมงาน	นางสาวดาวนภา ช่องวารินทร์	สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6
	นางสาวชนิษฐา วงษ์นิกร	สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6
	นางสาวประไพ หงษา	สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6
5. **บทคัดย่อ** :

สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 ได้ดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบเพื่อขอการรับรอง ISO/IEC 17025 : 2005 โดยทำการตรวจสอบความใช้ได้ของสารพิษตกค้างทั้ง 4 กลุ่ม ดังนี้ กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 5 ชนิด ได้แก่ diazinon pirimiphos-methyl chlorpyrifos fenitrothion ethion กลุ่มออร์กาโนคลอรีน 3 ชนิด ได้แก่ α -endosulfan β -endosulfan และ endosulfan-sulfate ไพรีทรอยด์ 5 ชนิด ได้แก่ lambda-cyhalothrin permethrin cyfluthrin cypermethrin deltamethrin กลุ่มคาร์บาเมต 7 ชนิด ได้แก่ oxamyl methomyl 3-hydroxy-carbofuran aldicarb carbofuran carbaryl methiocarb ในลำไย โดยใช้วิธีทดสอบ In house method based on Steinwandter H. (1985) ผลการทดสอบพบว่า ค่าทางสถิติและพารามิเตอร์ต่างๆ ได้แก่ ขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ (Limit of detection , LOD และ Limit of quantification , LOQ) ความจำเพาะเจาะจง (Specificity/selectivity) ความถูกต้อง (Accuracy) ความแม่นยำ (Precision) ความเป็นเส้นตรง (Linearity) และ พิสัยหรือช่วงการทดสอบ (Rang) ของวิธีการทดสอบที่ใช้ มีความเหมาะสม สอดคล้องกับปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุดให้มีได้ (Maximum residue limit , MRL) ในลำไย ของประเทศไทย มกช.9002-2556 Codex ประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีน กลุ่มประเทศในสหภาพยุโรป และสหรัฐอเมริกา ดังนั้นจึงสามารถใช้วิธีทดสอบนี้ในการทดสอบสารพิษตกค้างในลำไยเพื่อการรับรองตามระบบ Good agricultural practice (GAP) และ ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างก่อนการส่งออกประเทศได้

6. คำนำ :

การทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ เป็นกระบวนการศึกษาทางห้องปฏิบัติการเพื่อศึกษาหรือยืนยันคุณลักษณะเฉพาะของวิธีวิเคราะห์ (method performance characteristics) และประเมินด้วยวิธีทางสถิติว่าวิธีวิเคราะห์นี้มีความถูกต้องและเหมาะสมตามวัตถุประสงค์ของการใช้งาน คุณลักษณะเฉพาะของวิธีเหล่านี้ได้แก่

ความจำเพาะเจาะจง(Specificity/selectivity) ความแม่นยำ(Accuracy) ความเที่ยง(Precision) พิสัย หรือช่วงการใช้งาน(Working range) ความเป็นเส้นตรง (Linearity) ขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ (limit of detection และ limit of quantification) ทั้งนี้การศึกษาคุณลักษณะขึ้นกับวิธีวิเคราะห์และวัตถุประสงค์การใช้งาน วิธีการทดสอบที่ห้องปฏิบัติการนำมาตรวจสอบนี้ เป็นวิธีที่พัฒนามาจาก Steinwandter H. (1985) ซึ่งวิธีดังกล่าวสะดวก รวดเร็ว ใช้วัสดุ สารเคมีน้อย และมีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์สูง หากวิธีดังกล่าวผ่านการตรวจสอบก็จะทำให้ห้องปฏิบัติการสามารถนำข้อมูลดังกล่าวไปใช้ในการยื่นขอการรับรอง ISO/IEC 17025-2005 ได้

7. วิธีดำเนินการ :

- อุปกรณ์

7.1. เครื่องมือ

- เครื่อง Gas liquid chromatograph (GLC)
- เครื่อง High performance liquid chromatograph(HPLC)
- เครื่องชั่ง ความละเอียด ทศนิยม 2 ตำแหน่ง
- เครื่องชั่ง ความละเอียด ทศนิยม 5 ตำแหน่ง
- Rotary evaporator พร้อมอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ อุณหภูมิ 20 – 180 องศาเซลเซียส และ Cooling system
- Oven อุณหภูมิ 50 ถึง 350 องศาเซลเซียส
- Freezer อุณหภูมิ- 18 ± 10 องศาเซลเซียส
- Homogenizer ยี่ห้อ IKA model T25 basic range 8000 – 24,000 รอบ/นาที
- เครื่องสับ Food Processor

7.2. วัสดุ/อุปกรณ์

- dispenser range 20 – 100 มิลลิลิตร
- syring filter ขนาด 0.25 ไมครอน

7.3. เครื่องแก้ว

- volumetric flask ขนาด 2, 5, 10, 25, 100 มิลลิลิตร
- volumetric pipette ขนาด 1, 2, 3, 5, 10 มิลลิลิตร
- Erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร
- ขวดก้นกลม (Flat bottom) ขนาด 250 มิลลิลิตร
- Auto sampler vial ขนาด 1.5 มิลลิลิตร
- Pasture pipette
- กรวยกรอง ขนาด เส้นผ่าศูนย์กลาง 12 มิลลิเมตร
- ขวดเก็บตัวอย่างปากกว้าง ฝาเกลียว ขนาด 250 มิลลิลิตร
- เข็มฉีดยาขนาด 10 มิลลิลิตร

7.4. สารเคมี

- Dichloromethane เกรด BAR
- Ethyl acetate เกรด URA
- Sodium sulfate anhydrous granular เกรด URA
- Sodium chloride เกรด BAR
- n-Hexane เกรด BAR
- n-Hexane เกรด URA
- Acetone เกรด BAR
- Acetone เกรด URA

7.5. การเตรียมสารเคมี

Sodium sulfate anhydrous granular

เผาที่ 450 องศาเซลเซียส นาน 4 ชั่วโมงแล้วเก็บที่ อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส

Siligagel-60

เผาที่ 450 องศาเซลเซียส 5 ชั่วโมง ก่อนใช้ต้อง deactivation ด้วย 10 % น้ำ เขย่า 2 ชั่วโมงและเก็บในตู้ดูดความชื้นก่อนใช้งาน

7.6. สารมาตรฐาน ใช้ สารที่มีความบริสุทธิ์สูงซื้อการค้า Dr. Ehrenstorfer 26 ชนิด ดังนี้

กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต จำนวน 5 ชนิด ได้แก่ diazinon pirimiphos-methyl chlorpyrifos fenitrothion และ ethion

กลุ่มออร์กาโนคลอรีน จำนวน 3 ชนิด ได้แก่ α -endosulfan β -endosulfan และ endosulfan-sulfate

กลุ่มไพรีทรอยด์ จำนวน 5 ชนิด ได้แก่ lambda-cyhalothrin permethrin cyfluthrin cypermethrin deltamethrin

กลุ่มคาร์บาเมต จำนวน 7 ชนิด ได้แก่ carbaryl methomyl 3-hydroxy-carbofuran aldicarb carbofuran carbaryl methiocarb

7.7. การวิเคราะห์หาปริมาณสารพิษตกค้าง In house method based on Steinwandter H. (1985)

7.7.1 การเตรียมตัวอย่าง นำตัวอย่าง(ลำไย) หั่นเป็นชิ้นเล็กๆด้วยเครื่องสับ(Food processor) ชั่ง 25.00 ± 0.10 กรัม โดยเครื่องชั่งความละเอียดทศนิยม 2 ตำแหน่ง แล้วใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร ติดป้ายระบุหมายเลข ตัวอย่าง (Lab No.) วันที่เตรียมตัวอย่าง น้ำหนักที่ได้จากการชั่ง

7.7.2 การสกัด นำตัวอย่างที่ชั่ง ตามข้อ 7.7.1 มา เติม Acetone 50 มิลลิลิตร(Va1) โดยใช้ Dispenser จากนั้น Homogenize ด้วย Homogenizer ที่ระดับความเร็วรอบสูงประมาณ 13,500 รอบ/นาที นาน 2 นาที แล้วเติม Sodium chloride 10 กรัม และ Dichloromethane 40 มิลลิลิตร(Va2) Homogenize อีกครั้งนาน 1 นาที เทเฉพาะส่วนใสลงใน Erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร เติม Sodium sulfate anhydrous 20 กรัม ปิดด้วยกระดาษ Foil ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที เขย่าทุก 5 นาที ปิดเปิดปริมาตร โดยใช้ Volume pipette ขนาด 50 มิลลิลิตร ถ่ายสารละลายลงใน Round bottom flask ขนาด 250 มิลลิลิตร นำไปลดปริมาตร

โดยเครื่องลดปริมาตร จนเกือบแห้งปรับปริมาตรสุดท้ายให้ได้ Ethyl acetate 5 มิลลิลิตร (Vf) แบ่งมา 1 มิลลิลิตร โดยใช้ Pasture pipette ถ่ายตัวอย่างลงใน auto sampler vial เพื่อนำไปฉีดเข้าเครื่อง Gas liquid chromatography (GLC) Detector- FPD เพื่อวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต

7.7.3 การกำจัดสิ่งปนเปื้อน (Clean Up) นำสารละลายที่ได้จากการสกัดมา 2 มล. ลดปริมาตรโดยใช้ ก๊าซไนโตรเจนจนแห้งเปลี่ยนสารละลาย โดยใช้ Hexane 2 มิลลิลิตร คอลัมน์ใช้ Silica gel activate ด้วยน้ำ 10 % 1 กรัม เป็น Stationary phase ส่วน Mobile phase ใช้ Dichloromethane เกรด PR และ Hexane เกรด PR อัตราส่วน 1 ต่อ 4 ปริมาตร 8 มิลลิลิตร เป็น Elute 1 จากนั้นใช้ Dichloromethane เกรด PR และ Hexane เกรด PR อัตราส่วน 1 ต่อ 1 ปริมาตร 5 มิลลิลิตร เป็น Elute 2 ลดปริมาตรให้แห้งและเปลี่ยนตัวทำละลายเป็น Hexane (PR) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์โดยเครื่อง Gas liquid chromatography (GLC) Detector μ ECD

7.7.4 วิเคราะห์โดยเครื่องมือ

7.7.4.1 Set condition สำหรับ เครื่อง GLC ดังนี้

- Carrier gas : Helium 2.2 มิลลิลิตร/นาที

- Make up gas :

Nitrogen 50 มิลลิลิตร/นาที

Hydrogen 75 มิลลิลิตร/นาที

Air -Zero 90 มิลลิลิตร/นาที

- Temperature condition:

Detector 250 องศาเซลเซียส

Injector 250 องศาเซลเซียส Mode spiltless

Oven program temperature

60 องศาเซลเซียส 1 นาที เพิ่มอุณหภูมิ อัตรา 30 องศาเซลเซียส/นาที

180 องศาเซลเซียส 1 นาที เพิ่มอุณหภูมิ อัตรา 4 องศาเซลเซียส/นาที

220 องศาเซลเซียส 12 นาที เพิ่มอุณหภูมิ อัตรา 30 องศาเซลเซียส/นาที

- Inject volume 1 ไมโครลิตร

- Column DB-1701 หรือเทียบเท่า ขนาด 30 เมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร ฟิล์มหนา 0.25 ไมโครเมตร สำหรับวิเคราะห์สารในกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต

- Column DB - 5 หรือเทียบเท่า ขนาด 30 เมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร ฟิล์มหนา 0.25 ไมโครเมตร สำหรับวิเคราะห์สารในกลุ่มออร์กาโนคลอรีน และไพรีทรอยด์

7.7.4.1 Set condition สำหรับ เครื่อง HPLC ดังนี้

-ตัวทำละลายที่ใช้ Methanal : น้ำ อัตรา 80 : 20 ตั้งอัตราการไหล gradient ดังนี้

ตารางที่ 1 แสดงการตั้งอัตราการใช้ของ Mobile phase

Step	Time(min)	Interval	%Water	%MeOH	Comment
Equil.			80	20	1.0 mL/min
0	0	0	80	20	inject up to 10µL methanol
1	0-1	1	80	20	isocratic
2	1-44	43	25	75	linear gradient
4	44.01	0.01	0	100	step change
5	44.01	5	0	100	cleanout
6	49-	5-8	80	20	re-equilibration

-Column ที่ ใช้ C-18 column(4.6 mm ID x 250 mm) with methanolic samples

- ส่วนของ Post –column

รีเอเจนต์ที่ 1 : 0.05 m NaOH (CB 130) ปริมาณที่ 1 : 0.30 mL / min

Reactor 1 : 500 µL at 100 ° C

รีเอเจนต์ที่ 2 : O-Phthalaldehyde and Thioflour in pH 9.1 borate buffer ปริมาณที่ 2 : 0.30 mL / min

Reactor 2 : 100 µL at ambient temperature

7.7.5 การวัด (Measurement)

วัดสารมาตรฐาน ทำ Calibration curve โดยใช้สารมาตรฐานอย่างน้อย 5 ความเข้มข้น โดยมีข้อกำหนดคือ Correlation coefficient มีค่ามากกว่าหรือเท่ากับ 0.995

7.7.6 การคำนวณปริมาณสารตกค้าง

$$\text{ปริมาณสารพิษตกค้าง(มก./กก.)} = C_o * \frac{V_f * V_a}{W * V_b}$$

เมื่อ C_o = ค่าที่อ่านได้จากการทำ calibration curve 5 จุด

W = weight

V_a = Total volume of organic phase ($V_{a1}+V_{a2}$)

V_b = aliquant volume of organic phase

V_f = Final volume

7.8. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง

7.8.1 Specificity/selectivity

วิเคราะห์ลําไยผลสดและแช่แข็ง ซึ่งไม่มีสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้าง (Matrix blank) เปรียบเทียบผลโครมาโตแกรม กับ Spike matrix blank ที่ระดับใกล้เคียง LOQ สัญญาณของ Matrix blank ไม่รบกวนหรือไม่ตรงกับสัญญาณของ Spike matrix blank

7.8.2 ตรวจสอบ Range

- ทดสอบ Reagent blank และ fortified sample blank อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ความเข้มข้นละ 1 ซ้ำ
- Plot graph ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank (แกน x) กับ response (แกน Y)
- พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง

7.8.3. การหา Linearity

- ทดสอบ Reagent 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)
- คำนวณหา Correlation coefficient (r), เกณฑ์การยอมรับ ≥ 0.995

7.8.4. การหาค่า Limit of Detection (LOD)

- วิเคราะห์ Fortified sample blank หรือ Fortified Sample ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ อย่างน้อย 10 ซ้ำ
- ยืนยันค่า LOD จาก Signal/noise ของแต่ละสาร ≥ 2
- ค่า LOD = ความเข้มข้นที่วิเคราะห์

7.8.5. การหาค่า Limit of Quantitation (LOQ)

- เตรียม Fortified sample blank หรือ Fortified Sample ที่มีความเข้มข้นต่ำตามที่ต้องการ
 - วิเคราะห์ Fortified sample blank หรือ Fortified Sample อย่างน้อย 10 ซ้ำ
 - คำนวณค่า accuracy และ precision
- เกณฑ์การยอมรับ ต้องผ่านการประเมิน accuracy และ precision ตามข้อ 3 และ 4

7.8.6. ตรวจสอบ Accuracy

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

7.8.6.1 Sample (ไม่ fortified)	10	ซ้ำ
7.8.6.2 Sample + low concentration	10	ซ้ำ
7.8.6.3 Sample + medium concentration	10	ซ้ำ
7.8.6.4 Sample + high concentration	10	ซ้ำ

หาค่าเฉลี่ยของผลการทดสอบที่หักค่า Sample blank(x_1) และ Fortified sample (x_2) ประเมิน Accuracy จากค่า Recovery

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

โดยที่ C = ปริมาณสารมาตรฐานที่เติมลงในตัวอย่าง

บันทึกค่า % Recovery เกณฑ์การยอมรับดังตาราง 1 และ 2

ตารางที่ 1 เกณฑ์การยอมรับ Recovery ใช้เกณฑ์กำหนดโดยทั่วไปของ AOAC Peer-Verified Methods. Nov. 1993

ความเข้มข้นของ Analyte ในตัวอย่าง	Recovery , %
100%	98-102
10%	98-102
1%	97-103
0.1%	95-105
100 ppm	90-107
10 ppm	80-110
1 ppm	80-110
100 ppb	80-110
10 ppb	60-115
1 ppb	40-120

ตารางที่ 2 เกณฑ์การยอมรับ Recovery สำหรับสารตกค้างจากยาฆ่าแมลงและยาสัตว์ตกค้าง ของ CODEX

ความเข้มข้นของ analyte ในตัวอย่าง	Recovery , %
< 1 µg/kg	50-120
> 1 µg/kg ≤ 0.01 mg/kg	60-120
> 0.01 mg/kg ≤ 0.1 mg/kg	70-120
> 0.1 mg/kg < 1mg/kg	70-110
>1 mg/kg	70-110

7.8.7. ตรวจสอบ precision

ทดสอบ Reagent blank , Sample blank และ Fortified sample ที่ระดับความเข้มข้นภายในช่วงการทดสอบ 3 ระดับความเข้มข้น (low, Medium, High) อย่างน้อยความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ

7.8.7.1 Sample+ low concentration 10 ซ้ำ

7.8.7.2 Sample+ medium concentration 10 ซ้ำ

7.8.7.3 Sample + high concentration 10 ซ้ำ

- บันทึกผลการทดสอบ คำนวณค่าเฉลี่ย \bar{X} และ SD ของผลการทดสอบ

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

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

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

- Predicted Horwitz RSD คำนวณได้จาก Horwitz equation

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

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz' s ratio) ≤ 2 หรือ ตามเกณฑ์กำหนดโดยทั่วไปของ precision, % RSD ของ AOAC Peer-Verified Methods. Nov. 1993

ตารางที่ 3 เกณฑ์กำหนดโดยทั่วไปของ Precision,% RSD ของ AOAC Peer-Verified Methods. Nov. 1993

ความเข้มข้นของ Analyte ในตัวอย่าง	RSD, %
100%	1.3
10%	2.8
1%	2.7
0.10%	3.7
100 ppm	5.3
10 ppm	7.3
1 ppm	11
100 ppb	15
10 ppb	21
1 ppb	30

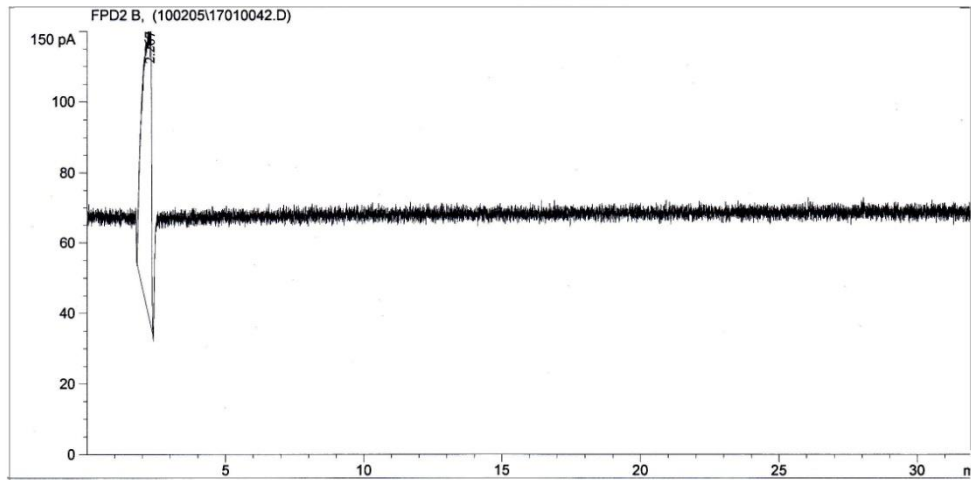
- ระยะเวลา 1 กันยายน 2554 - 30 กันยายน 2556
- สถานที่ดำเนินการ ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 จันทบุรี

8. ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

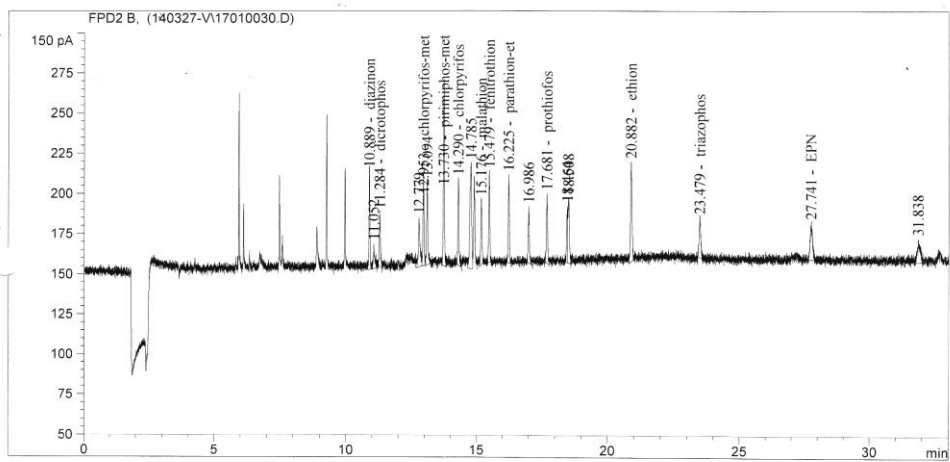
จากผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ ได้ผลดังนี้

8.1 ความเฉพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity)

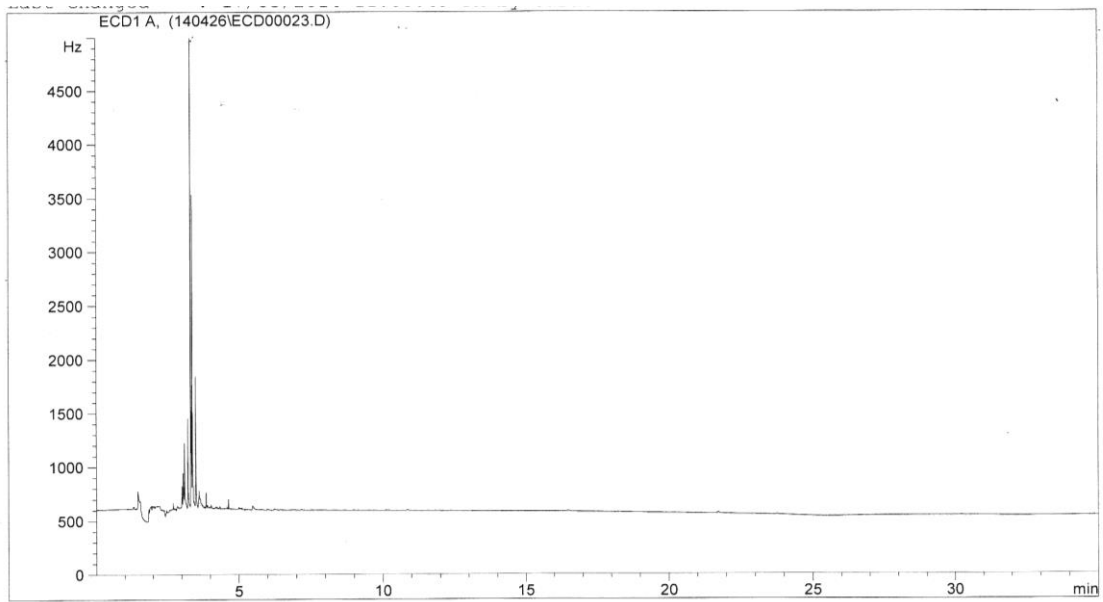
จากการวิเคราะห์ลำไยผลสดและแช่แข็ง ซึ่งไม่มีสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้าง (Matrix blank) ผลโครมาโตแกรมดังภาพที่ 1 และ 2 เปรียบเทียบกับ Spike matrix blank ที่ระดับใกล้เคียง LOQ โครมาโตแกรม ดังภาพที่ 3 พบว่าสัญญาณของ Matrix blank ไม่รบกวนหรือไม่ตรงกับสัญญาณของ Spike matrix blank ที่ค่า Retention Time(RT) ตามตารางที่ 1



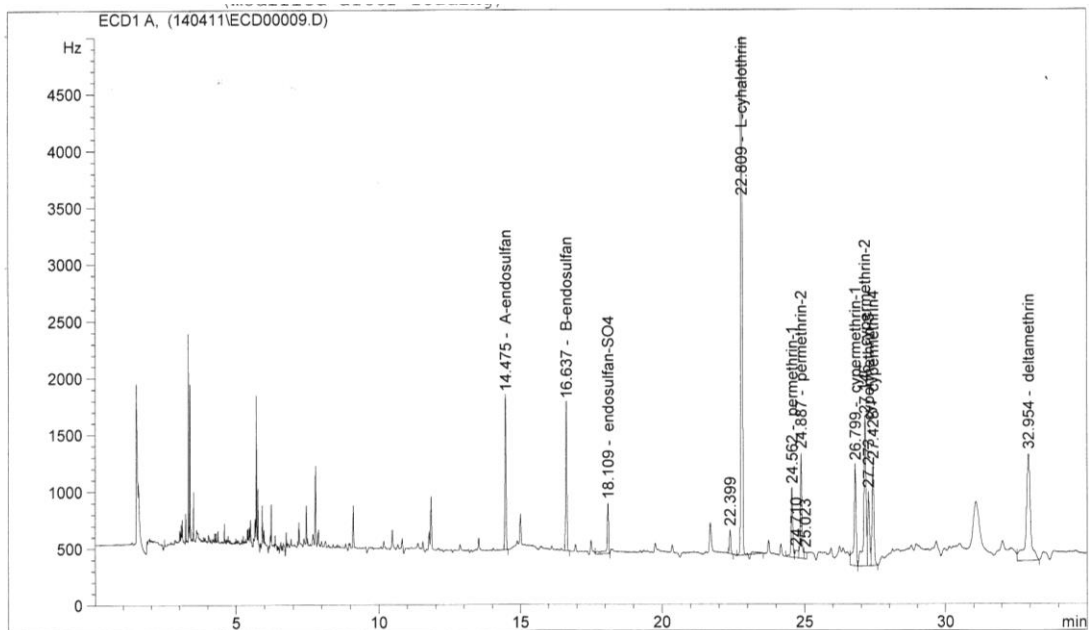
ภาพที่ 1 สัญญาณโครมาโตแกรม Detector FPD จากการสกัดลำไยซึ่งไม่มีสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้าง (Matrix blank)



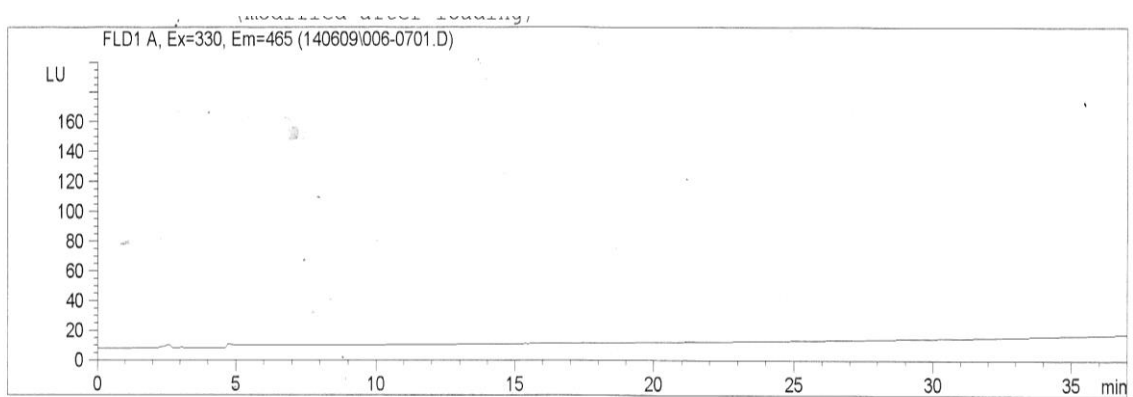
ภาพที่ 2 สัญญาณโครมาโตแกรม Detector FPD จากการ Fortified สารในกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสในลำไย ระดับใกล้เคียง LOQ



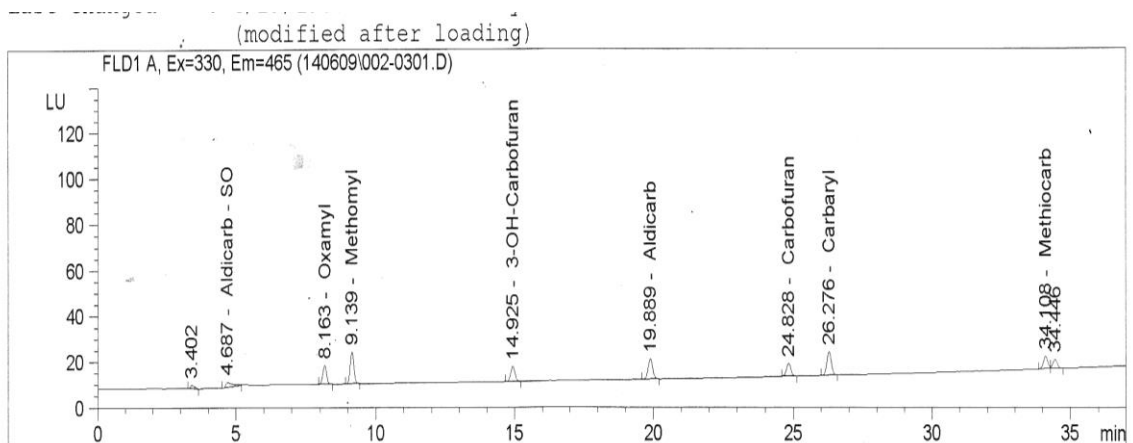
ภาพที่ 3 สัญญาณโครมาโตแกรม Detector μ ECD จากการ Fortified สารในกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ ในลำไยที่ระดับใกล้เคียง LOQ



ภาพที่ 4 สัญญาณโครมาโตแกรม Detector μ ECD จากการ Fortified สารในกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ ในลำไยที่ระดับใกล้เคียง LOQ



ภาพที่ 5 สัญญาณโครมาโตแกรมจากเครื่อง HPLC Detector FLD จากการสกัดลำไยซึ่งไม่มีสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้าง (Matrix blank)



ภาพที่ 6 สัญญาณโครมาโตแกรม จากเครื่อง HPLC Detector FLD จากการ Fortified สารในกลุ่มคาร์บาเมต ในลำไยที่ระดับใกล้เคียง LOQ

ตารางที่ 4 แสดง Retention time ของ Matrix blank และ Spiked matrix blank

กลุ่ม	ชื่อสาร	Retention Time(RT)	SD(N=5)
ออร์กาโนฟอสฟอรัส	diazinon	10.889	0.006
	pirimiphos-methyl	13.730	0.005
	chlorpyrifos	14.290	0.007
	fenitrothion	15.479	0.007
	ethion	20.882	0.007
ออร์กาโนคลอรีน	Alpha-endosulfan	14.488	0.003
	Beta-endosulfan	16.651	0.003
	endosulfan-sulfate	18.129	0.003
ไพรีทรอยด์	Lambda-cyhalothrin	22.820	0.005
	permethrin I	24.580	0.004
	permethrin II	24.898	0.003
	cypermethrin I	26.818	0.003
	cypermethrin II	27.166	0.004
	cypermethrin III	27.296	0.004
	cypermethrin IV	27.449	0.005
	deltamethrin	32.985	0.010
คาร์บาเมต	oxamyl	8.163	0.015
	methomyl	9.139	0.010
	3-hydroxy carbofuran	14.925	0.013
	aldicarb	19.889	0.012
	carbofuran	24.828	0.008
	carbaryl	26.276	0.014
	methiocarb	34.128	0.020

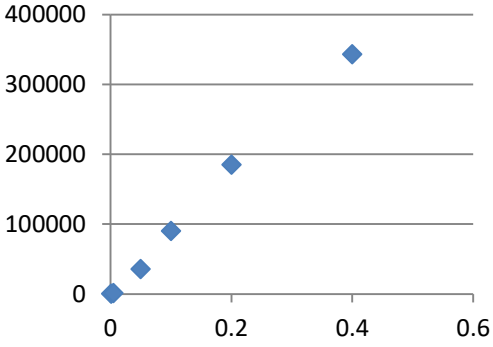
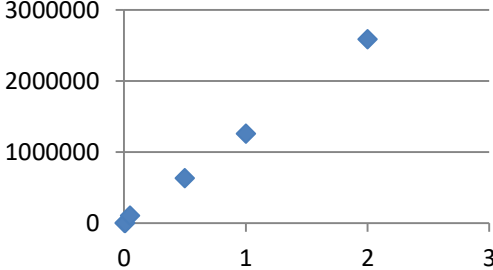
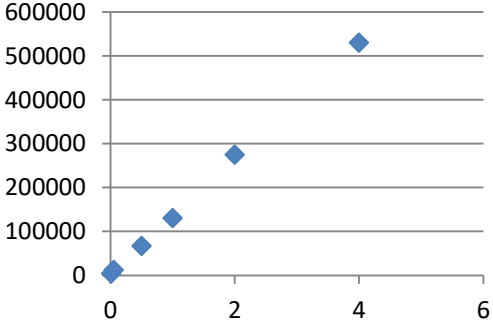
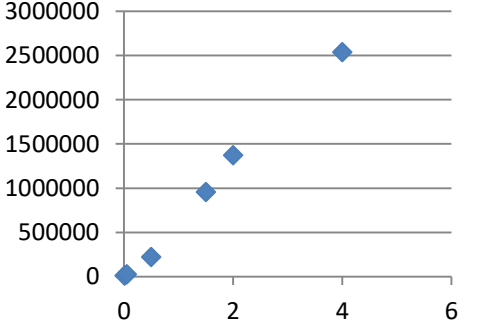
8.2 ช่วงของการวัด(Working rang)

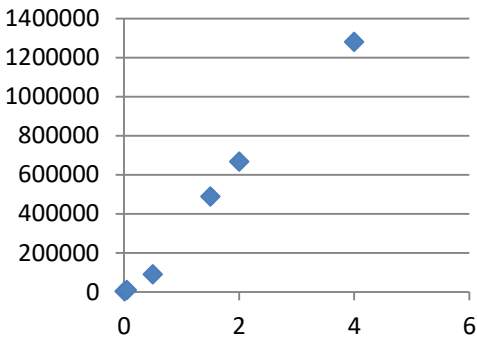
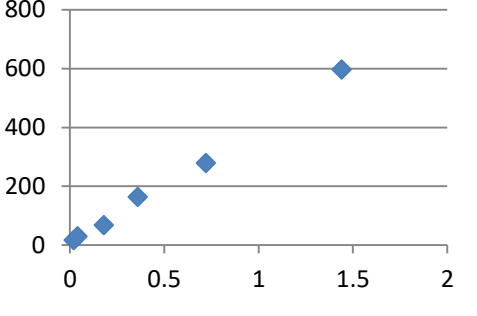
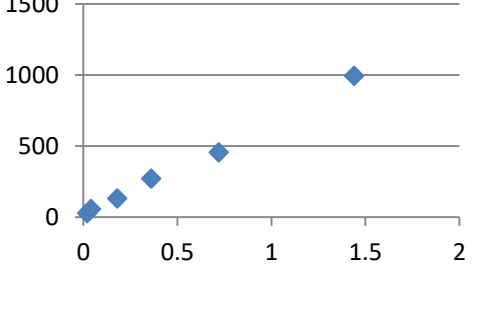
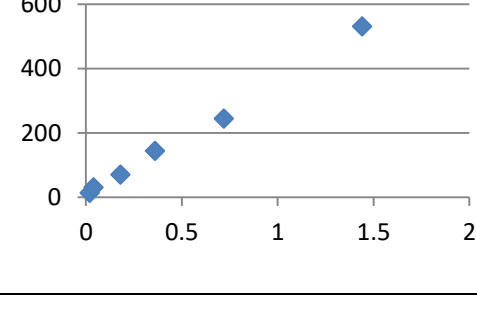
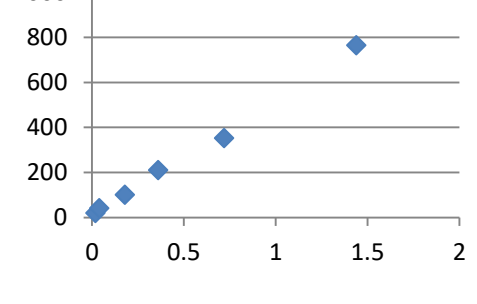
ทดสอบ Sample blank และ Spike/fortified sample blank อย่างน้อย 6 ความเข้มข้นๆละ 1 ซ้ำ Plot graph ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank (แกน x) กับ Area Response (แกน Y) พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง ประเมินด้วยสายตา

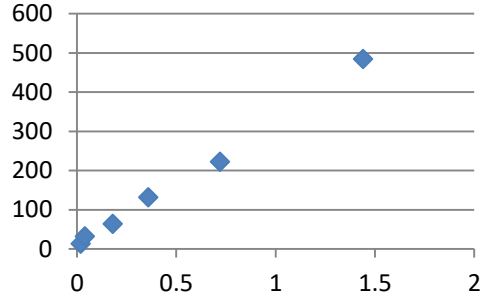
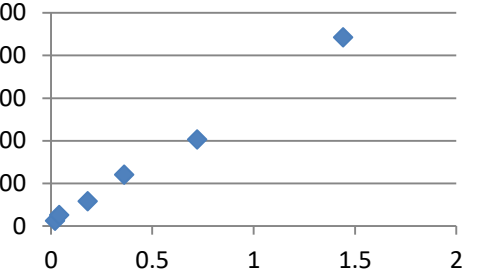
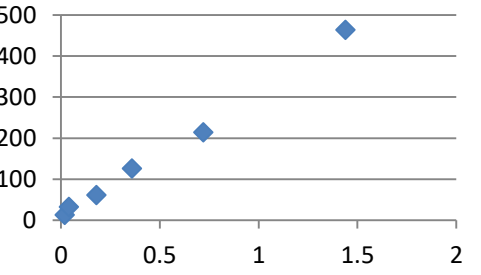
ตารางที่ 5 ค่าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Fortified sample blank ในมะม่วง (แกน x) กับ Area Response (แกน Y)

ชื่อสาร	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	
diazinon	0.01	71.56	<p>diazinon</p>
	0.05	397.66	
	0.1	685.77	
	0.5	4087.97	
	1	7196.93	
	2	15905.00	
	4	29638.10	
pirimiphos-methyl	0.01	79.95	<p>pirimiphos-methyl</p>
	0.05	592.42	
	0.1	1238.61	
	0.5	8903.30	
	1	14761.60	
	2	32945.80	
	4	60081.10	
chlorpyrifos	0.01	90.03	<p>chlorpyrifos</p>
	0.05	499.15	
	0.1	802.42	
	0.5	4418.48	
	1	7928.01	
	2	14863.20	
	4	28467.50	

ชื่อสาร	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	
fenitrothion	0.01	98.51	<p>fenitrothion</p>
	0.05	545.16	
	0.10	878.77	
	0.50	4923.11	
	1.00	8953.24	
	2.00	17961.30	
	4.00	33899.00	
ethion	0.01	119.24	<p>ethion</p>
	0.05	754.22	
	0.10	1236.80	
	0.50	7026.73	
	1.00	12891.40	
	2.00	25206.10	
	4.00	46839.90	
alpha-endosulfan	0.001	1493.34	<p>α-endosulfan</p>
	0.005	20118.90	
	0.05	113464.00	
	0.10	278738.00	
	0.20	615344.00	
	0.40	1187740.00	
beta-endosulfan	0.001	823.15	<p>β-endosulfan</p>
	0.005	8859.25	
	0.05	72680.50	
	0.10	194533.00	
	0.20	461328.00	
	0.40	993690.00	

ชื่อสาร	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	
endosulfan-sulfate	0.001	248.73	<p>endosulfan-sulfate</p> 
	0.005	1003.30	
	0.05	35403.50	
	0.10	90088.00	
	0.20	185114.00	
	0.40	343416.00	
lambda-cyhalothrin	0.005	2964.00	<p>L-cyhalothrin</p> 
	0.01	4886.21	
	0.05	108781.30	
	0.5	634779.00	
	1	1262830.00	
	2	2592430.00	
permethrin	0.01	4324.33	<p>permethrin</p> 
	0.05	11943.70	
	0.50	66795.50	
	1.00	129914.00	
	2.00	274641.00	
	4.00	530218.00	
cypermethrin	0.01	10854.10	<p>cypermethrin</p> 
	0.05	25383.10	
	0.50	220570.00	
	1.50	954431.00	
	2.00	1371400.00	
	4.00	2536940.00	

ชื่อสาร	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	
deltamethrin	0.01	2512.17	
	0.05	9816.94	
	0.5	90426.30	
	1.5	488675.00	
	2	666463.00	
	4	1280310.00	
Oxamyl	0.02	16.14	
	0.04	28.92	
	0.18	67.73	
	0.36	162.86	
	0.72	278.59	
	1.44	596.33	
methomyl	0.02	27.80	
	0.04	55.80	
	0.18	130.22	
	0.36	270.93	
	0.72	455.20	
	1.44	993.35	
3-OH carbofuran	0.02	13.88	
	0.04	30.71	
	0.18	71.06	
	0.36	144.45	
	0.72	244.78	
	1.44	531.39	
aldicarb	0.02	19.62	
	0.04	41.51	
	0.18	100.87	
	0.36	209.32	
	0.72	352.34	
	1.44	763.95	

ชื่อสาร	ความเข้มข้น (mg/kg)	Area	
carbofuran	0.02	12.76	
	0.04	31.63	
	0.18	64.01	
	0.36	131.91	
	0.72	221.90	
	1.44	483.93	
carbaryl	0.02	24.19	
	0.04	51.00	
	0.18	116.35	
	0.36	240.72	
	0.72	405.53	
	1.44	884.47	
methiocarb	0.02	13.07	
	0.04	32.49	
	0.18	61.25	
	0.36	126.2	
	0.72	214.27	
	1.44	464.36	

8.3 ค่าความเป็นเส้นตรง (linearity)

ค่าความเป็นเส้นตรงตามช่วงความเข้มข้นเดียวกันกับที่ทดสอบ range พบค่าความเป็นเส้นตรง ดังนี้

ตารางที่ 6 แสดงค่าความเป็นเส้นตรง (linearity) และ ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2)

กลุ่ม	ชื่อสาร	สมการค่าความเป็นเส้นตรง	ค่า R^2 *
ออร์กาโนฟอสฟอรัส	diazinon	$Y=7502x+212.3$	$R^2=0.9951$
	pirimiphos-methyl	$Y = 15071x-301.6$	$R^2=0.9993$
	chlorpyrifos	$Y = 7104x+437.2$	$R^2=0.998$
	fenitrothion	$Y=8496x+483.2$	$R^2=0.9967$
	ethion	$Y=11682x+680$	$R^2=0.998$

กลุ่ม	ชื่อสาร	สมการค่าความเป็น เส้นตรง	ค่า R ² *
ออร์กาโนคลอรีน	Alpha-endosulfan	Y = 1E+06x + 14658	R ² = 0.9954
	Beta-endosulfan	Y = 1E+06x + 13818	R ² = 0.9951
	endosulfan-sulfate	Y = 521063x + 3664.1	R ² = 0.9961
ไพรีทรอยด์	Lambda-cyhalothrin	Y = 898164x - 23181	R ² = 0.9984
	permethrin	Y = 112194x + 9697.1	R ² = 0.9952
	cypermethrin	Y = 546587x + 38251	R ² = 0.9959
	deltamethrin	Y = 355650x + 14724	R ² = 0.9968
คาร์บาเมต	oxamyl	Y = 405.2x + 5.354	R ² = 0.997
	methomyl	Y = 667.8x + 15.03	R ² = 0.9960
	3-hydroxy carbofuran	Y = 357.2x + 8.363	R ² = 0.9960
	aldicarb	Y = 514.6x + 11.17	R ² = 0.996
	carbofuran	Y = 324.2x + 8.545	R ² = 0.995
	carbaryl	Y = 594.3x + 13.62	R ² = 0.996
	methiocarb	Y = 310.5x + 9.082	R ² = 0.996

*R² ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ(Coefficient of determination : R²) ได้จากการสร้าง Regression line โดยใช้ Method of least square

8.4 ค่า Limit of Detection (LOD)/ Limit of Quantitation (LOQ)

ตารางที่ 7 แสดงค่าความเป็นเส้นตรง (linearity) และ ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R²)

กลุ่ม	ชื่อสาร	LOD	LOQ
ออร์กาโนฟอสฟอรัส	diazinon	0.005	0.01
	pirimiphos-methyl	0.005	0.01
	chlorpyrifos	0.005	0.01
	fenitrothion	0.005	0.01
	ethion	0.005	0.01

กลุ่ม	ชื่อสาร	LOD	LOQ
ออร์กาโนคลอรีน	Alpha-endosulfan	0.0005	0.001
	Beta-endosulfan	0.0005	0.001
	endosulfan-sulfate	0.0005	0.001
ไพรีทรอยด์	Lambda-cyhalothrin	0.005	0.01
	permethrin	0.005	0.01
	cypermethrin	0.005	0.01
	deltamethrin	0.005	0.01
คาร์บาเมต	oxamyl	0.01	0.02
	methomyl	0.01	0.02
	3-hydroxy carbofuran	0.01	0.02
	aldicarb	0.01	0.02
	carbofuran	0.01	0.02
	carbaryl	0.01	0.02
	methiocarb	0.01	0.02

8.5 ตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy)

ผลการตรวจสอบความแม่นยำ ตามวิธีการข้อ 7.8.6 เกณฑ์การตัดตาม ตารางที่ 1 และ ตารางที่ 2 ตามตารางที่ 8

8.6 ตรวจสอบเที่ยง precision

ผลการตรวจสอบความเที่ยง ตามตารางที่ 9

9. สรุปและวิจารณ์ผลการทดสอบ

จากการดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบตามคุณลักษณะทั้ง 7คุณลักษณะ ซึ่งประกอบด้วย Specificity/Selectivity, Range , Linearity , Limit of Detection (LOD) , Limit of Quantitation (LOQ) , Accuracy , Precision พบว่าวิธี In house method base on Steinwandter H. 1985. Universal 5 min on-line Method for Extracting and Isolating Pesticide Residues and Industrial Chemicals. Fresenius Z Anal. Chem.322:752-754 ซึ่งห้องปฏิบัติการนำมาใช้ทดสอบสารพิษตกค้างในลำไยมีความเหมาะสมสามารถนำมาใช้ได้ตามพระราชบัญญัติมาตรฐานสินค้าเกษตรพ.ศ.2551สอดคล้องกับค่า MRLของไทย ญี่ปุ่น กลุ่มประเทศในสหภาพยุโรปดังนี้

1. สาร diazinon, , pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, fenitrothion, , prothiophos, ethion, Alpha-ndosulfan, beta-endosulfan, endosulfan-sulfate, lambda-cyhalothrin, permethrin,

cypermethrin, deltamethrin และสาร oxamyl, methomyl, 3-OH carbofuran, aldicarb, carbofuran, carbaryl, methiocarb ที่ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีมีความเฉพาะเจาะจง ไม่พบสัญญาณรบกวนจาก Matrix

2. จากการพิสูจน์ค่า LOD พบว่า สาร diazinon, pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, fenitrothion, ethion, lambda-cyhalothrin, permethrin, cypermethrin และ deltamethrin มีค่า LOD = 0.005 mg/kg alpha-endosulfan, beta-endosulfan, endosulfan-sulfate มีค่า LOD = 0.0005 oxamyl methomyl, 3-OH carbofuran, aldicarb, carbofuran ,carbaryl, methiocarb มีค่า LOD = 0.01

3. จากการพิสูจน์ค่า LOQ พบว่า สาร diazinon , pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, fenitrothion, prothiophos, ethion lambda-cyhalothrin, permethrin, cypermethrin และ deltamethrin มีค่า LOQ = 0.01 mg/kg สาร alpha-endosulfan, beta-endosulfan, endosulfan-sulfate มีค่า LOQ = 0.001 oxamyl methomyl, 3-OH carbofuran, aldicarb, carbofuran ,carbaryl, methiocarb มีค่า LOD = 0.02 ≤ MRL ของประเทศไทย CODEX และ ประเทศผู้นำเข้าสินค้าเกษตรไทย

4. ช่วงการทดสอบ (Range) ผ่านการตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (Linearity) ความถูกต้อง(Accuracy) และความเที่ยง (Precision) ตามหลักสถิติที่กำหนด ทั้งนี้ช่วงการใช้งานดังกล่าวครอบคลุม ค่า MRL

5. สรุปได้ว่า วิธีทดสอบที่ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 นำมาใช้ในการทดสอบ สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสในมะม่วงและลำไย กลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ และคาร์บาเมต ในลำไย ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี มีความถูกต้องและเหมาะสมต่อการใช้งานตามพระราชบัญญัติ มาตรฐานสินค้าเกษตร พ.ศ. 2551 และสามารถใช้อาคารรับรองตามระบบ ISO/IEC 17025 : 2005 ได้

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1 สร้างความเชื่อมั่นให้กับห้องปฏิบัติการและผู้ใช้บริการ ในการยืนยันความสามารถของห้องปฏิบัติการ ทดสอบ โดยมีข้อมูลทางสถิติของแต่ละคุณลักษณะ(Parameter)เป็นตัวบ่งชี้

2. เพื่อประกอบการรับรอง ISO/IEC 17025:2005

11. เอกสารอ้างอิง

กองวัตถุพิษการเกษตร 2544 , เอกสารประกอบการฝึกอบรม เรื่องการพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีทดสอบ ทางเคมี อาคารเฉลิมพระเกียรติ ฯ บริษัท เอจีแลนท์, คู่มือการใช้งาน GC รุ่น GC 6890. 73 หน้า.

ทิพวรรณ นิ่งน้อย ,2549 แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว
101 หน้า

Steinwandter H. 1985.Universal 5 min on-line Method for Extracting and Isolating Pesticide Residues and Industrial Chemicals. Fresenius Z. Anal.Chem. No.1155

ตารางที่ 8 แสดงค่า Accuracy ของวิธีทดสอบสารพิษตกค้างในลำไย ที่ความเข้มข้นต่างๆ

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg) ; Recovery(%)																			
		1	%	2	%	3	%	4	%	5	%	6	%	7	%	8	%	9	%	10	%
diazinon	0.010	0.009	90.0	0.012	120.0	0.010	100.0	0.012	120.0	0.009	90.0	0.009	90.0	0.009	90.0	0.009	90.0	0.009	90.0	0.008	80.0
	0.020	0.020	100.0	0.022	110.0	0.021	105.0	0.022	110.0	0.023	115.0	0.023	115.0	0.022	110.0	0.022	110.0	0.024	120.0	0.020	100.0
	0.500	0.463	92.6	0.483	96.6	0.490	98.0	0.046	92.0	0.455	91.0	0.494	98.8	0.550	110.0	0.509	101.8	0.542	108.4	0.519	103.8
	1.005	0.859	85.5	0.926	92.1	0.910	90.5	1.002	99.7	1.054	104.9	0.834	83.0	0.916	91.1	0.936	93.1	0.837	83.3	0.861	85.7
	2.010	1.812	90.1	2.056	102.3	1.810	90.0	1.871	93.1	1.968	97.9	1.936	96.3	1.981	98.6	1.845	91.8	1.982	98.6	1.933	97.2
	4.020	4.151	103.3	4.188	104.2	4.119	102.5	3.999	99.5	3.938	98.0	4.048	100.7	4.134	102.8	4.130	102.7	4.101	102.0	4.184	104.1
pirimiphos methyl	0.010	0.008	80.0	0.012	120.0	0.011	110.0	0.012	120.0	0.009	90.0	0.009	90.0	0.009	90.0	0.008	80.0	0.010	100.0	0.009	90.0
	0.020	0.021	105.0	0.022	110.0	0.022	110.0	0.024	120.0	0.024	120.0	0.024	120.0	0.023	115.0	0.024	120.0	0.024	120.0	0.022	110.0
	0.500	0.462	92.4	0.480	96.0	0.485	97.0	0.457	91.4	0.454	90.8	0.490	98.0	0.539	107.8	0.512	102.4	0.544	108.8	0.516	103.2
	1.005	0.862	85.8	0.952	94.7	0.973	96.9	0.994	98.9	1.053	104.8	0.830	82.6	0.936	93.1	0.954	94.9	0.842	83.8	0.865	86.1
	2.010	1.865	92.8	2.173	108.1	1.893	94.2	1.959	97.5	2.072	103.1	2.024	100.7	2.073	103.1	1.923	95.7	2.070	103.0	2.035	101.2
	4.020	4.322	107.5	4.305	107.1	4.227	105.1	4.196	104.4	4.154	103.3	4.195	104.4	4.235	105.3	4.249	105.7	4.310	107.2	4.304	107.1
chlorpyrifos	0.010	0.008	80.0	0.010	100.0	0.009	90.0	0.011	110.0	0.006	60.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.007	70.0	0.009	90.0	0.007	70.0
	0.020	0.020	100.0	0.021	105.0	0.019	95.0	0.021	105.0	0.021	105.0	0.021	105.0	0.023	115.0	0.024	120.0	0.022	110.0	0.022	110.0
	0.500	0.464	92.8	0.476	95.2	0.484	96.8	0.457	91.4	0.456	91.2	0.488	97.6	0.540	108.0	0.509	101.8	0.538	107.6	0.512	102.4
	1.002	0.908	90.6	0.987	98.5	0.976	97.4	1.025	102.3	1.072	107.0	0.875	87.3	0.967	96.5	0.989	98.7	0.891	88.9	0.909	90.7
	2.004	1.839	91.8	2.133	106.4	1.866	93.1	1.933	96.5	2.033	101.4	1.997	99.7	2.036	101.6	1.900	94.8	2.039	101.7	2.013	100.4
	4.008	4.151	103.6	3.818	95.3	3.829	95.5	3.877	96.7	3.802	94.9	3.773	94.1	3.737	93.2	3.764	93.9	3.810	95.1	3.838	95.8
fenitrothion	0.010	0.008	80.0	0.010	100.0	0.008	80.0	0.010	100.0	0.007	70.0	0.007	70.0	0.007	70.0	0.006	60.0	0.008	80.0	0.008	80.0
	0.020	0.018	90.0	0.021	105.0	0.018	90.0	0.021	105.0	0.021	105.0	0.020	100.0	0.022	110.0	0.022	110.0	0.020	100.0	0.020	100.0
	0.500	0.446	89.2	0.454	90.8	0.466	93.2	0.436	87.2	0.438	87.6	0.472	94.4	0.512	102.4	0.489	97.8	0.521	104.2	0.495	99.0
	1.004	0.866	86.3	0.945	94.1	0.937	93.3	0.994	99.0	1.051	104.7	0.854	85.1	0.948	94.4	0.970	96.6	0.861	85.5	0.885	88.1
	2.008	1.877	93.5	2.159	107.5	1.914	95.3	1.980	98.6	2.051	102.1	2.041	101.6	2.069	103.0	1.934	96.3	2.057	102.4	2.028	101.0
	4.016	3.899	97.1	3.759	93.6	3.602	89.7	3.868	96.3	3.776	94.0	3.621	90.2	3.648	90.8	3.668	91.3	3.727	92.8	3.710	92.4

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg) ; Recovery(%)																			
		1	%	2	%	3	%	4	%	5	%	6	%	7	%	8	%	9	%	10	%
ehtion	0.010	0.010	100.0	0.011	110.0	0.011	110.0	0.011	110.0	0.008	80.0	0.008	80.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.012	120.0	0.008	80.0
	0.020	0.019	95.0	0.020	100.0	0.020	100.0	0.020	100.0	0.021	105.0	0.020	100.0	0.023	115.0	0.024	120.0	0.021	105.0	0.021	105.0
	0.500	0.427	85.4	0.442	88.4	0.445	89.0	0.421	84.2	0.422	84.4	0.448	89.6	0.493	98.6	0.521	104.2	0.535	107.0	0.505	101.0
	1.002	0.927	92.5	1.008	100.6	0.999	99.7	1.047	104.5	1.091	108.9	0.890	88.8	1.000	99.8	1.012	101.0	0.917	91.5	0.930	92.8
	2.004	1.863	90.0	2.183	108.9	1.896	94.6	1.962	97.9	2.058	102.7	2.022	100.9	2.074	103.5	1.992	95.9	2.062	102.9	2.042	101.9
	4.008	4.268	106.5	3.897	97.2	3.863	96.4	4.031	100.6	3.902	97.4	3.825	95.4	3.784	94.4	3.845	95.9	3.957	98.7	3.916	97.7
alpha-endosulfan	0.001	0.0006	59.0	0.0006	60.7	0.0006	60.0	0.0011	110.0	0.0007	74.0	0.0008	82.0	0.0006	60.0	0.0006	60.0	0.0007	70.0	0.0005	50.0
	0.050	0.040	80.0	0.048	96.0	0.039	78.0	0.044	88.0	0.041	82.0	0.047	94.0	0.046	92.0	0.044	88.0	0.045	90.0	0.039	78.0
	0.100	0.096	96.0	0.080	80.0	0.073	73.0	0.080	80.0	0.099	99.0	0.089	89.0	0.080	80.0	0.081	81.0	0.089	89.0	0.074	74.0
	0.200	0.168	84.0	0.175	87.5	0.164	82.0	0.167	83.5	0.199	99.5	0.166	83.0	0.195	97.5	0.170	85.0	0.177	88.5	0.160	80.0
	0.400	0.283	70.8	0.037	92.5	0.357	89.3	0.347	86.8	0.291	72.8	0.350	87.5	0.360	90.0	0.414	103.5	0.323	80.8	0.318	79.5
beta-endosulfan	0.001	0.0009	89.0	0.0008	80.0	0.0011	110.0	0.0011	110.0	0.0012	120.0	0.0005	53.0	0.0011	110.0	0.0006	60.0	0.0006	60.0	0.0005	50.0
	0.050	0.040	80.0	0.052	104.0	0.039	78.0	0.045	90.0	0.042	84.0	0.046	92.0	0.054	108.0	0.045	90.0	0.048	96.0	0.036	72.0
	0.100	0.096	96.0	0.075	75.0	0.093	93.0	0.074	74.0	0.095	95.0	0.083	83.0	0.074	74.0	0.085	85.0	0.104	104.0	0.071	71.0
	0.200	0.164	82.0	0.175	87.5	0.162	81.0	0.162	81.0	0.196	98.0	0.159	79.5	0.191	95.5	0.162	81.0	0.177	88.5	0.183	91.5
	0.400	0.291	72.8	0.351	87.8	0.331	82.8	0.324	81.0	0.282	70.5	0.331	82.8	0.342	85.5	0.403	100.8	0.302	75.5	0.330	82.5
endosulfan sulfate	0.001	0.0006	60.0	0.0010	100.7	0.0012	120.0	0.0011	110.0	0.0006	60.0	0.0009	91.0	0.0009	90.0	0.0008	80.0	0.0006	60.0	0.0005	50.0
	0.050	0.040	80.0	0.052	104.0	0.055	110.0	0.047	94.0	0.043	86.0	0.052	104.0	0.036	72.0	0.046	92.0	0.050	100.0	0.041	82.0
	0.100	0.010	101.0	0.016	106.0	0.082	82.0	0.109	109.0	0.120	120.0	0.107	107.0	0.101	101.0	0.114	114.0	0.106	106.0	0.103	103.3
	0.200	0.163	81.5	0.170	85.0	0.205	102.5	0.155	77.5	0.183	91.5	0.148	74.0	0.184	92.0	0.209	104.5	0.173	86.5	0.202	101.0
	0.400	0.301	75.3	0.437	109.3	0.398	99.5	0.404	101.0	0.312	78.0	0.424	106.0	0.435	108.8	0.441	110.3	0.386	96.5	0.360	90.0

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg) ; Recovery(%)																			
		1	%	2	%	3	%	4	%	5	%	6	%	7	%	8	%	9	%	10	%
lambda-cyhalothrin	0.01	0.006	60.0	0.006	60.0	0.006	60.0	0.008	80.0	0.008	80.0	0.006	60.0	0.006	60.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.011	110.0
	0.50	0.406	81.2	0.542	108.4	0.475	95.0	0.507	101.4	0.481	96.2	0.534	106.8	0.537	107.4	0.544	108.8	0.536	107.2	0.379	75.8
	1.00	0.872	87.2	0.834	83.4	0.788	78.8	0.839	83.9	0.874	87.4	0.770	77.0	0.873	87.3	0.797	79.7	0.986	98.6	0.809	80.9
	2.00	2.001	100.1	1.820	91.0	1.501	75.1	1.690	84.5	1.958	97.9	2.042	102.1	1.937	96.9	1.488	74.4	1.765	88.3	1.766	88.3
	4.00	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
permethrin	0.01	0.012	120.0	0.012	120.0	0.011	110.0	0.011	110.0	0.007	70.0	0.006	60.0	0.010	100.0	0.012	120.0	0.009	90.0	0.009	90.0
	0.50	0.478	95.6	0.534	106.8	0.432	86.4	0.477	95.4	0.456	91.2	0.531	106.2	0.405	81.0	0.528	105.6	0.515	103.0	0.476	95.2
	1.00	0.812	81.2	0.911	91.1	0.904	90.4	0.912	91.2	1.100	110.0	1.013	101.3	1.015	101.5	0.811	81.1	0.893	89.3	0.859	85.9
	2.00	1.820	91.0	1.974	98.7	2.103	105.2	1.868	93.4	2.192	109.6	1.737	86.9	2.184	109.2	2.155	107.8	2.000	100.0	1.566	78.3
	4.00	3.001	75.0	3.826	95.7	3.762	94.1	3.866	96.7	3.023	75.6	3.949	98.7	4.063	101.6	4.147	103.7	3.527	88.2	3.825	95.6
cypermethrin	0.01	0.006	60.0	0.006	60.0	0.006	60.0	0.008	80.0	0.008	80.0	0.006	60.0	0.006	60.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.011	110.0
	0.50	0.392	78.4	0.458	91.6	0.362	72.4	0.390	78.0	0.377	75.4	0.458	91.6	0.362	72.4	0.462	92.4	0.427	85.4	0.449	89.8
	1.00	0.860	86.0	0.954	95.4	0.798	79.8	0.996	99.6	1.020	102.0	0.926	92.6	0.962	96.2	0.762	76.2	0.866	86.6	0.955	95.5
	2.00	2.169	108.5	1.864	93.2	1.938	96.9	1.774	88.7	2.183	109.2	2.095	104.8	2.098	104.9	1.961	98.1	1.906	95.3	1.538	76.9
	4.00	2.877	71.9	4.136	103.4	3.830	95.8	4.072	101.8	3.183	79.6	4.165	104.1	4.247	106.2	4.265	106.6	3.728	93.2	3.414	85.4
deltamethrin	0.001	0.012	120.0	0.008	80.0	0.008	80.0	0.008	80.0	0.011	110.0	0.007	70.0	0.006	60.0	0.012	120.0	0.006	60.0	0.008	80.0
	0.050	0.327	65.4	0.396	79.2	0.359	71.8	0.376	75.2	0.361	72.2	0.488	97.6	0.436	87.2	0.492	98.4	0.510	102.0	0.371	74.2
	0.100	0.847	84.7	0.831	83.1	0.860	86.0	0.816	81.6	0.897	89.7	0.792	79.2	0.863	86.3	0.761	76.1	1.020	102.0	0.780	78.0
	0.200	1.876	93.8	1.792	89.6	1.637	81.9	1.704	85.2	2.074	103.7	1.915	95.8	1.996	99.8	1.585	79.3	1.776	88.8	1.787	89.4
	0.400	2.926	73.2	4.218	105.5	4.287	107.2	4.293	107.3	3.286	82.2	4.232	105.8	4.372	109.3	4.284	107.1	3.784	94.6	4.121	103.0
oxamyl	0.02	0.018	90.0	0.016	80.0	0.021	105.0	0.018	90.0	0.021	105.0	0.021	105.0	0.018	90.0	0.017	85.0	0.018	90.0	0.021	105.0
	0.04	0.038	95.0	0.039	97.5	0.041	102.5	0.039	97.5	0.037	92.5	0.034	85.0	0.036	90.0	0.031	77.5	0.037	92.5	0.032	80.0
	0.18	0.171	95.0	0.193	107.2	0.166	92.2	0.173	96.1	0.162	90.0	0.158	87.8	0.174	96.7	0.182	101.1	0.16	88.9	0.170	94.4
	0.36	0.331	91.9	0.353	98.1	0.392	108.9	0.39	108.3	0.371	103.1	0.355	98.6	0.346	96.1	0.359	99.7	0.371	103.1	0.361	100.3
	0.72	0.7	97.2	0.70	97.2	0.712	98.9	0.681	94.6	0.71	98.6	0.692	96.1	0.685	95.1	0.658	91.4	0.676	93.9	0.683	94.9
	1.44	1.26	87.5	1.40	97.2	1.203	83.5	1.305	90.6	1.400	97.2	1.397	97.0	1.320	91.7	1.386	96.3	1.451	100.8	1.397	97.0

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg) ; Recovery(%)																			
		1	%	2	%	3	%	4	%	5	%	6	%	7	%	8	%	9	%	10	%
carbaryl	0.02	0.017	85.0	0.015	75.0	0.016	80.0	0.017	85.0	0.016	80.0	0.016	80.0	0.017	85.0	0.016	80.0	0.015	75.0	0.017	85.0
	0.04	0.036	90.0	0.038	95.0	0.039	97.5	0.038	95.0	0.04	100.0	0.041	102.5	0.039	97.5	0.038	95.0	0.039	97.5	0.041	102.5
	0.18	0.174	96.7	0.171	95.0	0.172	95.6	0.177	98.3	0.175	97.2	0.174	96.7	0.176	97.8	0.172	95.6	0.175	97.2	0.168	93.3
	0.36	0.352	97.8	0.336	93.3	0.348	96.7	0.357	99.2	0.347	96.4	0.361	100.3	0.384	106.7	0.371	103.1	0.363	100.8	0.341	94.7
	0.72	0.673	93.5	0.681	94.6	0.662	91.9	0.695	96.5	0.73	101.4	0.628	87.2	0.643	89.3	0.689	95.7	0.693	96.3	0.674	93.6
	1.44	1.407	97.7	1.368	95.0	1.327	92.2	1.318	91.5	1.354	94.0	1.383	96.0	1.338	92.9	1.353	94.0	1.328	92.2	1.372	95.3
methiocarb	0.02	0.014	70.0	0.016	80.0	0.015	75.0	0.014	70.0	0.016	80.0	0.015	75.0	0.014	70.0	0.015	75.0	0.016	80.0	0.014	70.0
	0.04	0.035	87.5	0.037	92.5	0.038	95.0	0.036	90.0	0.036	90.0	0.035	87.5	0.037	92.5	0.036	90.0	0.038	95.0	0.034	85.0
	0.18	0.163	90.6	0.159	88.3	0.164	91.1	0.158	87.8	0.16	88.9	0.162	90.0	0.167	92.8	0.148	82.2	0.152	84.4	0.161	89.4
	0.36	0.318	88.3	0.301	83.6	0.296	82.2	0.309	85.8	0.311	86.4	0.315	87.5	0.314	87.2	0.309	85.8	0.324	90.0	0.305	84.7
	0.72	0.685	95.1	0.647	89.9	0.681	94.6	0.673	93.5	0.659	91.5	0.643	89.3	0.648	90.0	0.675	93.8	0.661	91.8	0.634	88.1
	1.44	1.047	72.7	1.173	81.5	1.185	82.3	1.205	83.7	1.118	77.6	1.09	75.7	1.069	74.2	1.112	77.2	1.184	82.2	1.062	73.8

ตารางที่ 8 แสดงค่า Precision ของวิธีทดสอบสารพิษตกค้างในลำไย ที่ความเข้มข้นต่างๆ

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg)										Precision				
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Average(mg/kg)	SD	% RSDlab	% RSDr	HORRAT
diazinon	0.010	0.009	0.012	0.0100	0.012	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.0080	0.0096	0.0013	14.06	21.11	0.666
	0.020	0.020	0.022	0.021	0.022	0.023	0.023	0.022	0.022	0.024	0.020	0.0219	0.00129	5.88	19.02	0.309
	0.500	0.463	0.483	0.4900	0.460	0.455	0.494	0.550	0.509	0.542	0.519	0.4965	0.0333	6.71	11.72	0.573
	1.005	0.859	0.926	0.910	1.002	1.054	0.834	0.916	0.936	0.837	0.861	0.9135	0.0716	7.84	10.55	0.742
	2.010	1.812	2.056	1.810	1.871	1.968	1.936	1.981	1.845	1.982	1.953	1.9214	0.0827	4.30	9.50	0.453
	4.020	4.151	4.188	4.119	3.999	3.938	4.048	4.134	4.130	4.101	4.184	4.0992	0.0768	1.87	8.57	0.219
pirimiphos-methyl	0.010	0.008	0.012	0.0110	0.012	0.009	0.009	0.009	0.008	0.010	0.0090	0.0097	0.0015	15.41	21.11	0.730
	0.020	0.021	0.022	0.022	0.024	0.024	0.024	0.023	0.024	0.024	0.022	0.0230	0.00115	5.02	19.02	0.264
	0.500	0.462	0.480	0.4850	0.457	0.454	0.490	0.539	0.512	0.544	0.516	0.4939	0.0327	6.62	11.72	0.565
	1.005	0.862	0.952	0.973	0.994	1.053	0.830	0.936	0.954	0.842	0.865	0.9261	0.0735	7.94	10.55	0.752
	2.010	1.865	2.173	1.893	1.959	2.072	2.024	2.073	1.923	2.070	2.035	2.0087	0.0964	4.80	9.50	0.505
	4.020	4.322	4.304	4.227	4.196	4.154	4.195	4.235	4.249	4.310	4.304	4.2496	0.0553	1.30	8.56	0.152
chlorpyrifos	0.010	0.008	0.010	0.0090	0.011	0.006	0.007	0.008	0.007	0.009	0.0070	0.0082	0.0015	18.89	21.11	0.895
	0.020	0.020	0.021	0.019	0.021	0.021	0.021	0.023	0.024	0.022	0.022	0.0214	0.00143	6.68	19.02	0.351
	0.500	0.464	0.476	0.4840	0.457	0.456	0.488	0.540	0.509	0.538	0.512	0.4924	0.0312	6.33	11.72	0.540
	1.002	0.908	0.987	0.976	1.025	1.072	0.875	0.967	0.989	0.891	0.909	0.9599	0.0632	6.58	10.55	0.624
	2.004	1.839	2.133	1.866	1.933	2.033	1.997	2.036	1.900	2.039	2.013	1.9789	0.0917	4.63	9.51	0.487
	4.008	4.151	3.818	3.829	3.877	3.802	3.773	3.737	3.764	3.810	3.838	3.8399	0.1104	2.88	8.57	0.336

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg)										Precision				
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Average(mg/kg)	SD	% RSDlab	% RSDr	HORRAT
fenitrothion	0.010	0.008	0.010	0.0080	0.010	0.007	0.007	0.007	0.006	0.008	0.0080	0.0079	0.0013	16.29	21.11	0.771
	0.020	0.018	0.021	0.018	0.021	0.021	0.020	0.022	0.022	0.020	0.020	0.0203	0.00142	6.99	19.02	0.367
	0.500	0.446	0.454	0.4660	0.436	0.438	0.472	0.512	0.489	0.521	0.495	0.4729	0.0304	6.42	11.72	0.548
	1.004	0.866	0.945	0.937	0.994	1.051	0.854	0.948	0.970	0.861	0.885	0.9311	0.0646	6.94	10.55	0.658
	2.008	1.877	2.159	1.914	1.980	2.051	2.041	2.069	1.934	2.057	2.028	2.0110	0.0846	4.21	9.51	0.443
	4.016	3.899	3.759	3.602	3.868	3.776	3.621	3.648	3.668	3.727	3.710	3.7278	0.0947	2.54	8.56	0.297
ethion	0.010	0.010	0.011	0.0110	0.011	0.008	0.008	0.007	0.008	0.012	0.0080	0.0094	0.0018	18.90	21.11	0.895
	0.020	0.019	0.020	0.020	0.020	0.021	0.020	0.023	0.024	0.021	0.021	0.0209	0.00152	7.29	19.02	0.383
	0.500	0.427	0.442	0.4450	0.421	0.422	0.448	0.493	0.521	0.535	0.505	0.4659	0.0433	9.29	11.72	0.793
	1.002	0.927	1.008	0.999	1.047	1.091	0.890	1.000	1.012	0.917	0.930	0.9821	0.0639	6.50	10.55	0.616
	2.004	1.863	2.183	1.896	1.962	2.058	2.022	2.074	1.922	2.062	2.042	2.0084	0.0971	4.83	9.51	0.508
	4.008	4.268	3.897	3.863	4.031	3.902	3.825	3.784	3.845	3.957	3.916	3.9288	0.1309	3.33	8.57	0.389
Alpha-endosulfan	0.001	0.0006	0.0006	0.0006	0.0011	0.0007	0.0008	0.0006	0.0006	0.0007	0.0005	0.00069	0.0002	25.01	29.86	0.838
	0.05	0.040	0.048	0.0390	0.044	0.041	0.047	0.046	0.044	0.045	0.039	0.0433	0.0033	7.70	16.57	0.465
	0.100	0.096	0.080	0.073	0.080	0.099	0.089	0.080	0.081	0.089	0.074	0.0841	0.0088	10.46	14.93	0.701
	0.200	0.168	0.175	0.164	0.167	0.199	0.166	0.195	0.170	0.177	0.160	0.1741	0.0131	7.51	13.45	0.558
	0.400	0.283	0.370	0.357	0.347	0.291	0.350	0.360	0.414	0.323	0.318	0.3413	0.0369	10.81	12.12	0.892

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg)										Precision				
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Average (mg/kg)	SD	% RSDlab	% RSDr	HORRAT
permethrin	0.010	0.012	0.012	0.0110	0.011	0.007	0.006	0.010	0.012	0.009	0.0090	0.0099	0.0021	21.53	21.11	1.020
	0.500	0.478	0.534	0.4320	0.477	0.456	0.531	0.405	0.528	0.515	0.476	0.4832	0.0441	9.12	11.72	0.778
	1.000	0.812	0.911	0.904	0.912	1.100	1.013	1.015	0.811	0.893	0.859	0.9230	0.0933	10.11	10.56	0.958
	2.000	1.820	1.974	2.103	1.868	2.192	1.737	2.184	2.155	2.000	1.566	1.9599	0.2101	10.72	9.51	1.127
	4.010	3.001	3.826	3.762	3.866	3.023	3.949	4.063	4.147	3.527	3.825	3.6989	0.3786	10.24	8.57	1.194
cypermethrin	0.010	0.011	0.012	0.0120	0.012	0.012	0.006	0.009	0.012	0.012	0.0110	0.0109	0.0020	18.06	21.11	0.855
	0.500	0.392	0.458	0.3620	0.390	0.377	0.458	0.362	0.462	0.427	0.449	0.4137	0.0414	10.00	11.72	0.853
	1.000	0.860	0.954	0.798	0.996	1.020	0.926	0.962	0.762	0.866	0.955	0.9099	0.0852	9.36	10.56	0.887
	2.000	2.169	1.864	1.938	1.774	2.183	2.095	2.098	1.961	1.906	1.538	1.9526	0.1987	10.18	9.51	1.070
	4.000	2.877	4.136	3.830	4.072	3.183	4.165	4.247	4.265	3.728	3.414	3.7917	0.4608	12.15	8.57	1.418
deltamethrin	0.010	0.012	0.008	0.0080	0.008	0.011	0.007	0.006	0.012	0.006	0.0080	0.0086	0.0023	26.40	21.11	1.250
	0.500	0.327	0.396	0.3590	0.376	0.361	0.488	0.436	0.492	0.510	0.371	0.4116	0.0652	15.83	11.72	1.351
	1.000	0.847	0.831	0.860	0.816	0.897	0.792	0.863	0.761	1.020	0.780	0.8467	0.0738	8.71	10.56	0.825
	2.000	1.876	1.792	1.637	1.704	2.074	1.915	1.996	1.585	1.776	1.787	1.8142	0.1539	8.49	9.51	0.892
	4.010	2.926	4.218	4.287	4.293	3.286	4.232	4.372	4.284	3.784	4.121	3.9803	0.4700	11.81	8.57	1.378

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg) ; Recovery(%)										Precision				
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Average (mg/kg)	SD	% RSDlab	% RSDr	HORRAT
oxamyl	0.02	0.018	0.016	0.021	0.018	0.021	0.021	0.018	0.017	0.018	0.021	0.0189	0.0019	10.12	19.02	0.532
	0.04	0.038	0.039	0.041	0.039	0.037	0.034	0.036	0.031	0.037	0.032	0.0364	0.0032	8.80	17.14	0.514
	0.18	0.171	0.193	0.166	0.173	0.162	0.158	0.174	0.182	0.16	0.170	0.1709	0.0106	6.21	13.67	0.455
	0.36	0.331	0.353	0.392	0.39	0.371	0.355	0.346	0.359	0.371	0.361	0.3629	0.0188	5.19	12.31	0.422
	0.72	0.7	0.70	0.712	0.681	0.71	0.692	0.685	0.658	0.676	0.683	0.6897	0.0165	2.40	11.09	0.216
	1.44	1.26	1.40	1.203	1.305	1.400	1.397	1.320	1.386	1.451	1.397	1.3519	0.0771	5.70	9.99	0.571
methomyl	0.02	0.018	0.016	0.017	0.018	0.017	0.018	0.018	0.017	0.018	0.019	0.0176	0.0008	4.79	19.02	0.252
	0.04	0.038	0.037	0.041	0.039	0.037	0.039	0.037	0.038	0.037	0.039	0.0382	0.0013	3.45	17.14	0.201
	0.18	0.173	0.168	0.166	0.174	0.164	0.165	0.170	0.168	0.173	0.162	0.1683	0.0041	2.46	13.67	0.180
	0.36	0.35	0.355	0.349	0.358	0.381	0.352	0.354	0.348	0.351	0.346	0.3544	0.0100	2.82	12.31	0.229
	0.72	0.683	0.651	0.648	0.674	0.677	0.682	0.658	0.629	0.674	0.658	0.6634	0.0176	2.65	11.09	0.238
	1.44	1.431	1.296	1.382	1.361	1.401	1.379	1.328	1.387	1.375	1.39	1.373	0.0378	2.75	9.99	0.275
3-OH carbofuran	0.02	0.016	0.015	0.014	0.016	0.017	0.015	0.016	0.017	0.014	0.015	0.0155	0.0011	6.97	19.02	0.366
	0.04	0.038	0.039	0.036	0.041	0.037	0.036	0.040	0.039	0.038	0.037	0.0381	0.0017	4.37	17.14	0.255
	0.18	0.174	0.179	0.162	0.182	0.169	0.163	0.171	0.176	0.173	0.177	0.1726	0.0065	3.78	13.67	0.276
	0.36	0.324	0.351	0.355	0.373	0.362	0.371	0.359	0.37	0.375	0.361	0.3601	0.0150	4.16	12.31	0.338
	0.72	0.691	0.68	0.609	0.701	0.694	0.682	0.609	0.705	0.697	0.693	0.6763	0.0362	5.35	11.09	0.483
	1.44	1.318	1.29	1.306	1.297	1.298	1.307	1.294	1.305	1.312	1.33	1.3059	0.0118	0.90	9.99	0.090

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg) ; Recovery(%)										Precision				
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Average (mg/kg)	SD	% RSDlab	% RSDr	HORRAT
aldicarb	0.02	0.018	0.016	0.018	0.017	0.017	0.019	0.016	0.019	0.018	0.019	0.0177	0.0012	6.55	19.02	0.344
	0.04	0.036	0.038	0.037	0.038	0.036	0.037	0.038	0.037	0.036	0.040	0.0373	0.0013	3.36	17.14	0.196
	0.18	0.169	0.171	0.168	0.170	0.181	0.175	0.182	0.179	0.176	0.173	0.1744	0.0050	2.89	13.67	0.211
	0.36	0.337	0.351	0.356	0.349	0.359	0.341	0.353	0.327	0.336	0.327	0.3436	0.0117	3.39	12.31	0.275
	0.72	0.682	0.675	0.661	0.647	0.681	0.671	0.684	0.693	0.668	0.672	0.6734	0.0130	1.93	11.09	0.174
	1.44	1.371	1.419	1.272	1.294	1.253	1.256	1.254	1.361	1.384	1.262	1.3126	0.0640	4.88	9.99	0.488
carbofuran	0.02	0.016	0.017	0.017	0.016	0.018	0.018	0.019	0.018	0.016	0.017	0.0172	0.0010	6.00	19.02	0.316
	0.04	0.037	0.036	0.038	0.037	0.038	0.037	0.038	0.036	0.038	0.036	0.0371	0.0009	2.36	17.14	0.138
	0.18	0.181	0.175	0.178	0.169	0.176	0.178	0.179	0.176	0.178	0.173	0.1763	0.0034	1.93	13.67	0.141
	0.36	0.328	0.347	0.342	0.341	0.358	0.354	0.359	0.348	0.352	0.346	0.3475	0.0092	2.65	12.31	0.215
	0.72	0.696	0.699	0.69	0.701	0.693	0.647	0.656	0.701	0.684	0.683	0.685	0.0189	2.76	11.09	0.248
	1.44	1.364	1.313	1.365	1.354	1.374	1.306	1.325	1.41	1.388	1.361	1.356	0.0329	2.43	9.99	0.243
carbaryl	0.02	0.017	0.015	0.016	0.017	0.016	0.016	0.017	0.016	0.015	0.017	0.0162	0.0008	4.87	19.02	0.256
	0.04	0.036	0.038	0.039	0.038	0.04	0.041	0.039	0.038	0.039	0.041	0.0389	0.0015	3.92	17.14	0.229
	0.18	0.174	0.171	0.172	0.177	0.175	0.174	0.176	0.172	0.175	0.168	0.1734	0.0027	1.54	13.67	0.113
	0.36	0.352	0.336	0.348	0.357	0.347	0.361	0.384	0.371	0.363	0.341	0.356	0.0144	4.05	12.31	0.329
	0.72	0.673	0.681	0.662	0.695	0.73	0.628	0.643	0.689	0.693	0.674	0.6768	0.0286	4.22	11.09	0.381
	1.44	1.407	1.368	1.327	1.318	1.354	1.383	1.338	1.353	1.328	1.372	1.3548	0.0281	2.08	9.99	0.208

ชื่อสาร	Fortified sample (mg/kg)	ปริมาณสารที่วิเคราะห์ได้จากการทำซ้ำ(mg/kg) ; Recovery(%)										Precision				
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Average (mg/kg)	SD	% RSDlab	% RSDr	HORRAT
methiocarb	0.02	0.014	0.016	0.015	0.014	0.016	0.015	0.014	0.015	0.016	0.014	0.0149	0.0009	5.88	19.02	0.309
	0.04	0.035	0.037	0.038	0.036	0.036	0.035	0.037	0.036	0.038	0.034	0.0362	0.0013	3.64	17.14	0.212
	0.18	0.163	0.159	0.164	0.158	0.16	0.162	0.167	0.148	0.152	0.161	0.1594	0.0057	3.55	13.67	0.260
	0.36	0.318	0.301	0.296	0.309	0.311	0.315	0.314	0.309	0.324	0.305	0.3102	0.0082	2.64	12.31	0.215
	0.72	0.685	0.647	0.681	0.673	0.659	0.643	0.648	0.675	0.661	0.634	0.6606	0.0174	2.64	11.09	0.238
	1.44	1.047	1.173	1.185	1.205	1.118	1.09	1.069	1.112	1.184	1.062	1.1245	0.0581	5.17	9.99	0.517