

รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

-
- 1. แผนงานวิจัย** : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปัจจัยการผลิตทางการเกษตรตามมาตรฐานสากล
 - 2. โครงการวิจัย** : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช
กิจกรรม : การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์เพื่อรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ
กิจกรรมย่อย (ถ้ามี) : -
 - 3. ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย)** : การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต(Organophosphate) และคาร์บาเมต(Carbamate) ในมะเขือ ของห้องปฏิบัติการ สวพ.5
ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) : Method Validation of Organophosphates and Carbamates in Egg Plant by Residue Analysis Laboratory of OARD5
 - 4. คณะผู้ดำเนินงาน**
หัวหน้าการทดลอง : นางกัญญารัตน์ เต็มปิยพล
ผู้ร่วมงาน : นางมณฑาทิพย์ อรุณวารากรณ์
นางสาวจิราภา เมืองคล้าย
สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 5

5. บทคัดย่อ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี in-house method base on QuEChERs EN Method 15662. ซึ่งเป็นวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง สวพ.5 เพื่อวิเคราะห์สารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิด ได้แก่ carbophenothion, chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, cyanofenphos, cyanophos, diazinon, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, methidathion, parathion, parathion-methyl, phosphamidon, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiofos และ triazophos และวิเคราะห์สารคาร์บาเมต 12 ชนิด ได้แก่ methomyl, carbosulfan, promecarb,

methiocarb, 3-OH-carbofuran, 3-keto-arbofuran, carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur และ fenobucarb ในมะเขือ ตรวจวิเคราะห์ด้วย GCMS/MS และ LC-MS/MS ตามลำดับ เมื่อทำการทดสอบ range, linearity, accuracy, precision, Limit of Quantitation(LOQ), Limit of Detection(LOD) และ specification พบว่าวิธีการทดสอบนี้มีความเหมาะสมและมีความเฉพาะเจาะจงในการทดสอบหาสารตกค้างของกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตและกลุ่มคาร์บาเมต โดยสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตทั้ง 20 ชนิดมีค่า range ของการทดสอบอยู่ในช่วง 0.01- 1.0 mg/kg มีความเป็นเส้นตรง ค่า correlation coefficient (r^2) อยู่ระหว่าง 0.995-0.999 (เกณฑ์กำหนด $r^2 \geq 0.995$) ผลการทดสอบ accuracy จากการพิจารณา % recovery พบว่าผ่านเกณฑ์กำหนดของ Codex ทั้ง 5 ระดับความเข้มข้น ที่ความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.10, 0.50 และ 1.0 mg/kg มีค่าเฉลี่ยของ % recovery อยู่ระหว่าง 74.0-110.0%, 88.2-115.6%, 95.0-113.1%, 84.7-107.4% และ 98.4-104.3% ตามลำดับ ผลการทดสอบค่า precision จากการพิจารณา HORRAT ratio (เกณฑ์กำหนด HORRAT ratio ≤ 2) พบว่าผ่านเกณฑ์กำหนดทั้ง 5 ระดับความเข้มข้น สารทุกชนิดมีค่า LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg มีค่า LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg ส่วนสารตกค้างของกลุ่มคาร์บาเมตทั้ง 12 ชนิด ค่า range ของการทดสอบอยู่ในช่วง 0.01- 0.2 mg/kg มีความเป็นเส้นตรง ค่า r^2 อยู่ระหว่าง 0.995-0.999 ผลการทดสอบ accuracy จากการพิจารณา % recovery พบว่าผ่านเกณฑ์กำหนดของ Codex ทั้ง 5 ระดับความเข้มข้น ที่ความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.10, 0.15 และ 0.2 mg/kg มีค่าเฉลี่ยของ % recovery อยู่ระหว่าง 65.3-111.2 %, 73.1-110.1%, 74.7-103.6%, 73.4-92.9% และ 73.6-96.2% ตามลำดับ ผลการทดสอบค่า precision จากการพิจารณา HORRAT ratio พบว่าผ่านเกณฑ์กำหนดทั้ง 5 ระดับความเข้มข้น ค่า LOD ของ methomyl, carbosulfan, promecarb, methiocarb, 3-OH-carbofuran, carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur และ fenobucarb เท่ากับ 0.003 mg/kg และ 3-keto-carbofuran เท่ากับ 0.005 mg/kg สารทุกชนิดมีค่า LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg ซึ่งจากการประเมินผลการทดสอบโดยวิเคราะห์ค่าต่าง ๆ เหล่านี้ พบว่าวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์ยอมรับจึงสามารถนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการได้

Abstract

A validation study was conducted on multi-residue method for determination of 20 organophosphates (carbophenothion, chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, cyanofenphos, cyanophos, diazinon, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, methidathion, parathion, parathion-methyl, phosphamidon, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiofos and triazophos) and 12 carbamates(methomyl, carbosulfan, promecarb, methiocarb, 3-OH-carbofuran, 3-keto-

arbofuran, carbofuran, carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur and fenobucarb) in egg plant. This method was modified from QuEChERS EN 15662. GCMS/MS was used on the organophosphates and LCMS/MS was used on the carbamates. It was validated according to the method validation guideline of the Department of the Medical Science; Linearity, r^2 of calibration curves, instrument limit of detection/quantitation (LOD/LOQ), accuracy and precision were evaluated. Good linearity (at least $r^2 > \text{or} = 0.995$) of the calibration curves was obtained over the range from 0.01-1.0 ppm for organophosphates and 0.01-0.2 ppm for carbamates. For 20 organophosphates; Instrument LOD were 0.005 ppm. The accuracy, precision and method LOQ were determined via recovery experiments, spiking sample blank at 0.01, 0.05, 0.1 0.5, 1.0 ppm, ten replicates per level. Method LOQ values were 0.01 ppm. The accuracy met the acceptability criteria of CODEX recovery and the precision were pass HORRAT ratio. For 12 carbamates; Instrument LOD values of 3ket-Carbofuran LOD was 0.005 ppm and the others were 0.003 ppm. The accuracy, precision and method LOQ were determined via recovery experiments, spiking sample blank at 0.01, 0.05, 0.1 0.15, 0.2 ppm, ten replicates per level. Method LOQ of all residues values were 0.01 ppm. The accuracy met the acceptability criteria of CODEX recovery and the precision were pass HORRAT ratio.

6. คำนำ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบเป็นข้อกำหนดตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 สำหรับห้องปฏิบัติการทดสอบที่ต้องการขอการรับรองความสามารถสำหรับวิธีทดสอบนั้น ๆ โดยจะต้องมีการ ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบตามข้อกำหนดต่าง ๆ ก่อนนำไปใช้เป็นวิธีทดสอบมาตรฐานของห้องปฏิบัติการต่อไป สำหรับห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.5 ได้รับการรับรองความสามารถตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2005 เมื่อปี 2554 และมีนโยบายในการขยายขอบข่ายของวิธีทดสอบสำหรับขอการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการ เพิ่มทุก ๆ ปี ทั้งนี้เพื่อให้ครอบคลุมรายการทดสอบให้มากที่สุด

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบสารพิษกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตและกลุ่มคาร์บาเมตในมะเขือในครั้ง นี้จึงเป็นการพิสูจน์วิธีการทดสอบที่เชื่อว่ามีความถูกต้อง แม่นยำ น่าเชื่อถือ สามารถสอบกลับได้และเหมาะสมสำหรับนำมาใช้ในการทดสอบ โดยจัดทำเป็นรายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบตามข้อกำหนดมาตรฐาน ISO/IEC 17025 สำหรับขยายขอบข่ายยื่นขอการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการต่อไป

7. วิธีดำเนินการ

7.1 อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมี

1. อุปกรณ์ที่ใช้ในการสกัดได้แก่ autopipette, , glass vial for Auto sampler, volumetric flask class A และ centrifuge tube ขนาด 50 มิลลิลิตร และ 15 มิลลิลิตร

2. เครื่องมือที่ใช้ประกอบด้วย LCMS/MS (Agilent), GCMS/MS (Bruker), เครื่องชั่งความละเอียดทศนิยม 5 ตำแหน่ง, เครื่องชั่ง ความละเอียดทศนิยม 3 ตำแหน่ง, oven, vertex mixer, เครื่องปั่นย่อยตัวอย่าง (food processor) เครื่องปั่นเหวี่ยงตะกอน(centrifuge) เป็นต้น

3. สารเคมี ประกอบด้วย

3.1 สารมาตรฐานสารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตจำนวน 20 ชนิด ได้แก่ carbophenothion, chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, malathion, cyanofenphos, cyanophos, diazinon, dichlorvos, ethion, fenitrothion, methidathion, parathion, EPN, parathion-methyl, phosphamidon, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiofos และ triazophos สารมาตรฐานสารพิษตกค้างกลุ่มคาร์บาเมตจำนวน 12 ชนิด ได้แก่ methomyl, carbosulfan, promecarb, methiocarb, 3oh-carbofuran, 3ket-carbofuran, carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur และ fenobucarb ที่มีใบ certificate เตรียมละลายมาตรฐาน working standard ในสารละลายตัวอย่างมะเขือ ตามวิธีสกัด QChERs Method EN 15662. (2008)

3.2 สารเคมีต่าง ๆ เช่น magnesium sulfate anhydrous, sodium chloride anhydrous, trisodium citrate dihydrate, disodium hydrogen citrate sesquihydrate, PSA, graphite carbon black, acetonitrile, formic acid เป็นต้น

7.2 วิธีการ

7.2.1 สกัดตัวอย่างด้วยวิธีการวิธีวิเคราะห์ in-house method based on QChERs Method EN 15662. (2008) ดังนี้

1. ชั่งตัวอย่าง 10 ± 0.1 กรัม ใส่หลอด centrifuge tube ขนาด 50 มิลลิลิตร เติม acetonitrile 10 มิลลิลิตร เขย่าด้วย vertex mixer 2 นาที
2. เติม 4 กรัม magnesium sulfate anhydrous, 1 กรัม sodium chloride, 1 กรัม trisodium citrate dihydrate, 0.5 กรัม เขย่าด้วย vertex mixer 1 นาที
3. นำไปปั่นเหวี่ยงตะกอนที่ความเร็ว 3000 rpm เป็นเวลา 5 นาที
4. ตูดสารละลายใสด้านบน 6 มิลลิลิตร ใส่หลอด centrifuge tube ขนาด 15 มิลลิลิตร

5. เติม 0.9 กรัม magnesium sulfate anhydrous, 0.15 กรัม PSA, 0.045 กรัม graphite carbon black เขย่าด้วย vortex mixer 1 นาที
6. นำไปปั่นเหวี่ยงตกตะกอนที่ความเร็ว 3000 rpm เป็นเวลา 5 นาที
7. ดูดสารละลายใสด้านบน 1 มิลลิลิตร ใส่ glass vial for Auto sampler เติม 5% formic acid in acetonitrile 10 ไมโครลิตร นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง LCMS/MS, GCMS/MS

7.2.2 ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ตามหัวข้อต่างๆ ดังนี้

1. Specification

ทดสอบ sample blank และ matrix standard ที่ระดับความเข้มข้น 0.10 mg/kg 3 ซ้ำ ว่าพบสัญญาณการตรวจวัดของสิ่งเจือปนอื่นๆ หรือสัญญาณการตรวจวัดที่เกิดจาก matrix รบกวนสัญญาณวัดของสารที่ต้องการทดสอบหรือไม่ ถ้าไม่พบแสดงว่าวิธีทดสอบนี้มีความเหมาะสมและจำเพาะเจาะจงกับสารที่ต้องการตรวจวัด

2. Range / Linearity

ทดสอบ matrix standard สารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.1, 0.5 และ 1.0 mg/kg ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ และสารกลุ่มคาร์บาเมต 12 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.1, 0.15 และ 0.2 mg/kg ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ หาค่าเฉลี่ยและประเมินค่า correlation coefficient; r^2 ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง response และความเข้มข้นของสารพิษ เพื่อตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (เกณฑ์กำหนด $r^2 \geq 0.995$)

3. Accuracy

การตรวจสอบ accuracy โดยทำ fortified sample สารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.1, 0.5 และ 1.0 mg/kg ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ สารกลุ่มคาร์บาเมต 12 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.1, 0.15 และ 0.2 mg/kg ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ ประเมินผลการทดสอบจาก %Recovery ตามข้อกำหนดกำหนดของ Codex และ precision มี HORRAT ratio ≤ 2

เกณฑ์กำหนดของ Codex alimorm 01/24A. annexVII (Analyte Recovery ของสารตกค้างจากยาฆ่าแมลงและยาสัตว์ตกค้างในอาหาร) ดังนี้

ความเข้มข้นของ Analyte	Range of Mean Recovery
< 1.0 µg/kg	50 – 120
> 1.0 µg/kg ≤ 0.01 mg/kg	60 – 120
> 0.01 µg/kg ≤ 0.1 mg/kg	70 – 120

> 0.10 µg/kg ≤ 1.0 mg/kg	70 – 110
> 1.0 mg/kg	70 – 110

4. Limit of quantitation (LOQ)

ทดสอบ fortified sample ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตทั้ง 20 ชนิดและสารคาร์บาเมตทั้ง 12 ชนิดที่ความเข้มข้น 0.01 mg/kg ซึ่งเป็นค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่อนุญาตให้พบสารพิษตกค้างในอาหารจำนวน 10 ซ้ำ ตามวิธีทดสอบ ผลการทดสอบ accuracy และ precision ของสารที่ทดสอบต้องผ่านเกณฑ์กำหนด

5. Limit of detection (LOD)

ทดสอบ fortified sample ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตทั้ง 20 ชนิดและสารคาร์บาเมตทั้ง 12 ชนิด ที่ความเข้มข้นต่ำๆ จำนวน 10 ซ้ำ ตามวิธีทดสอบ ค่า LOD ของการทดสอบเท่ากับค่าความเข้มข้นสารที่ทำให้ความสูงของสัญญาณการตรวจวัดสารที่ทดสอบ มีความแตกต่างจากความสูงของ noise อย่างชัดเจน ซึ่งแสดงโดยค่า signal/noise ≥ 3 (ดูขงฎ มั่นความดีและอุมาพร สุขม่วง. 2550)

เวลาและสถานที่ดำเนินการ

1 ต.ค. 2560 - 30 ก.ย. 2562

สถานที่ทำการทดลองห้องปฏิบัติการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง สวพ.5

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

8.1 สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตในมะเขือ

8.1.1 สภาวะเครื่อง GC-MS/MS ในการตรวจวิเคราะห์ มีดังนี้

1. Injector: splitless, 250 °C
2. Column: Rxi-5Sil MS, 30 m, id. 0.25 mm, 0.25 µm, constant flow 1.0 ml/min
3. Oven temp :

Temp (°C)	Rate (°C/min)	Hold (min)	Total (min)
80	0	2	2

150	10	1	10
220	5	0	24
230	10	2	27
280	15	4	34
300	20	1.67	37
320	40	3	40.50

8.1.2 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตจำนวน 20 ชนิด ได้แก่ carbophenothion, chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, cyanofenphos, cyanophos, diazinon, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, methidathion, parathion, parathion-methyl, phosphamidon, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiofos และ triazophos ด้วยวิธี in-house method based on QuEChERs Method EN 15662 (2008) ในมะเขือ ทดสอบวิธีวิเคราะห์ตาม parameter ต่างๆ ได้แก่ specification, linearity, range, accuracy, precision, LOQ และ LOD มีรายละเอียดดังนี้

1. specification เมื่อทดสอบ sample blank และ matrix standard ที่ระดับความเข้มข้น 0.10 mg/kg 3 ซ้ำ พบว่าไม่มีสัญญาณการตรวจวัดของสิ่งเจือปนอื่นๆ หรือสัญญาณการตรวจวัดที่เกิดจาก matrix รบกวนสัญญาณวัดของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตทั้ง 20 ชนิด แสดงว่าวิธีทดสอบนี้มีความเหมาะสมและจำเพาะเจาะจงกับสารที่ต้องการตรวจวัด

2. linearity/range จากการทดสอบ matrix standard สารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ 5 ความเข้มข้น ได้แก่ 0.01, 0.05, 0.10, 0.50 และ 1.0 µg/ml ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ เมื่อนำค่าความเข้มข้นและค่าพื้นที่ของสัญญาณการตรวจวัดคำนวณค่า Correlation coefficient (r^2) พบว่ากราฟความสัมพันธ์ของสารทั้ง 20 ชนิด มีแนวโน้มเป็นเส้นตรงมีค่า r^2 อยู่ระหว่าง 0.995-0.999 (ตารางที่ 1) ผ่านเกณฑ์กำหนดทุกสาร(เกณฑ์กำหนด $r^2 \geq 0.995$) แสดงว่าเครื่อง GC-MS/MS มี linearity/range ในช่วง 0.01ถึง1.0 µg/ml

วิธีการทดสอบสามารถตรวจสอบสารพิษตกค้างของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตทั้ง 20 ชนิด มีช่วงของการทดสอบตั้งแต่ 0.01 ถึง 1.0 µg/ml โดยมี accuracy อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ (ตารางที่ 2-6)

3. accuracy ตรวจวิเคราะห์ fortified sample สารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ 5 ความเข้มข้น ได้แก่ 0.01, 0.05, 0.10, 0.50 และ 1.0 $\mu\text{g/ml}$ ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ มีผลการทดสอบดังนี้

3.1 % recovery พบว่าที่ 0.01 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 74.0–110.0% (เกณฑ์กำหนด 60–120%) ที่ 0.05 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 88.2–115.6% (เกณฑ์กำหนด 70–120%) ที่ 0.10 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าเฉลี่ย อยู่ระหว่าง 95.0–113.1% (เกณฑ์กำหนด 70–120%) ที่ 0.50 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าเฉลี่ย อยู่ระหว่าง 84.7–107.4% (เกณฑ์กำหนด 70–110%) และที่ 1.0 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าเฉลี่ย อยู่ระหว่าง 98.4–104.3% (เกณฑ์กำหนด 70–110%) ตามลำดับ (ตารางที่ 2- 6) ซึ่งผ่านเกณฑ์กำหนดของ Codex ทั้งหมด

3.2 precision พบว่าค่า HORRAT ratio ของ fortified sample ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าอยู่ระหว่าง 0.575–1.315 ที่ระดับความเข้มข้น 0.05 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าอยู่ระหว่าง 0.220–0.727 ที่ระดับความเข้มข้น 0.10 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าอยู่ระหว่าง 0.236–0.672 ที่ระดับความเข้มข้น 0.50 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าอยู่ระหว่าง 0.368–0.965 และที่ระดับความเข้มข้น 1.0 $\mu\text{g/ml}$ มีค่าอยู่ระหว่าง 0.121–0.981 ซึ่งผ่านเกณฑ์กำหนด HORRAT ratio ≤ 2 ทั้ง 5 ระดับความเข้มข้น(ตารางที่ 2-6) สรุปได้ว่าวิธีการทดสอบนี้ค่าที่วิเคราะห์ได้มีความถูกต้องและแม่นยำในช่วงตั้งแต่ 0.01-1.0 $\mu\text{g/ml}$

4. LOQ จากผลการทดสอบที่ความเข้มข้นในตัวอย่างเท่ากับ 0.01 $\mu\text{g/ml}$ จำนวน 10 ซ้ำ ตามตารางที่ 2 ประเมินผลการทดสอบ จาก % Recovery ผ่านเกณฑ์กำหนดของ CODEX และ HORRAT ratio ดังนั้น ค่า LOQ ของวิธีทดสอบเท่ากับ 0.01 $\mu\text{g/ml}$

5. LOD จากการทดสอบสารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตจำนวน 20 ชนิด ที่ความเข้มข้น 0.005 $\mu\text{g/ml}$ อย่างน้อย 10 ซ้ำ ผลการทดสอบพบว่าค่า Signal to Noise Ratio ของสารที่ทดสอบทุกชนิด มีค่า ≥ 3 แสดงว่าสารที่ทดสอบทั้ง 20 ชนิดมีค่า LOD เท่ากับ 0.005 $\mu\text{g/ml}$ (ตารางที่ 7)

8.2 สารพิษตกค้างกลุ่มคาร์บาเมต ในมะเขือ

8.2.1 สภาวะเครื่อง LC-MS/MS ในการตรวจวิเคราะห์ มีดังนี้

1. Column :Zorbax Eclipse Plus C18, 2.1x100 mm, 1.8 μm
2. Flow rate : 0.4 ml/min
3. Injection Volume : 3 μl
4. Column temperature : 40°C
5. Mobile phase : Solvent A= Water 1000ml + 0.1% formic acid 1ml

Solvent B = Acetonitrile

6. Gradient Elution Condition

Time (min)	Solvent A (%)	Solvent B (%)
0.00	97.0	3.0
0.50	97.0	3.0
10.50	50.0	50.0
15.00	50.0	50.0
20.00	5.0	95.0
25.00	5.0	95.0

7. Run time : 25.00 min

8. Detector Type : Mass spectrometer Detector

8.2.2 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างสารพิษตกค้างกลุ่มคาร์บาเมตจำนวน 12 ชนิด ได้แก่ methomyl, carbosulfan, promecarb, methiocarb, 3oh-carbofuran, 3ket-carbofuran, carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur และ fenobucarb ด้วยวิธี in-house method based on QuEChERS Method EN 15662 (2008) ในมะเขือ ทดสอบวิธี วิเคราะห์ ตาม parameter ต่างๆ ได้แก่ specification, linearity, range, accuracy, precision, LOQ และ LOD มีรายละเอียดดังนี้

1. specification เมื่อทดสอบ sample blank และ matrix standard ที่ระดับความเข้มข้น 0.10 µg/ml 3 ซ้ำ พบว่าไม่มีสัญญาณตรวจวัดของสิ่งเจือปนอื่นๆ หรือสัญญาณตรวจวัดที่เกิดจาก matrix รบกวน สัญญาณวัดของสารกลุ่มคาร์บาเมตทั้ง 12 ชนิด แสดงว่าวิธีทดสอบนี้มีความเหมาะสมและจำเพาะเจาะจงกับสารที่ต้องการตรวจวัด

2. linearity/range จากการทดสอบ matrix standard สารกลุ่มคาร์บาเมต 12 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.1, 0.15 และ 0.2 µg/ml ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ เมื่อนำค่าความเข้มข้นและค่าพื้นที่ของสัญญาณตรวจวัด คำนวณค่า Correlation coefficient (r^2) พบว่ากราฟความสัมพันธ์ของสารทั้ง 12 ชนิด มีแนวโน้มเป็นเส้นตรงมีค่า r^2 อยู่ระหว่าง 0.995 - 0.999 (ตารางที่ 8) ผ่านเกณฑ์กำหนดทุกสารแสดงว่า เครื่อง LC-MS/MS มี linearity/range ของการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของสารกลุ่มคาร์บาเมตทั้ง 12 ชนิดในช่วงตั้งแต่ 0.01- 0.2 µg/ml

วิธีการทดสอบสามารถตรวจสอบสารพิษตกค้างของสารกลุ่มคาร์บาเมตทั้ง 12 ชนิดในช่วงตั้งแต่ 0.01- 0.2 µg/ml โดยมี accuracy อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ (ตารางที่ 9-13)

3. accuracy ผลการตรวจสอบ accuracy โดยทำ fortified sample blank ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.10, 0.15 และ 0.2 µg/ml ความเข้มข้นละอย่างน้อย 10 ซ้ำ

3.1 % recovery พบว่า ที่ 0.01 µg/ml มีค่าเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 65.3-111.2%(เกณฑ์กำหนด 60-120%) ที่ 0.05 µg/ml มีค่าเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 73.1-110.1(เกณฑ์กำหนด 70-120%) ที่ 0.10 µg/ml มีค่าเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 74.7-103.6%(เกณฑ์กำหนด 70-120%) ที่ 0.15 µg/ml มีค่าเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 73.4-92.9%(เกณฑ์กำหนด 70-110%) และที่ 0.2 µg/ml มีค่าเฉลี่ย อยู่ระหว่าง 73.6-96.2%(เกณฑ์กำหนด 70-110%) ซึ่งผ่านเกณฑ์กำหนดของ Codex ทั้งหมด(ตารางที่ 9-13)

3.2 precision พบว่าค่า HORRAT ratio ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 µg/ml มีค่าอยู่ระหว่าง 0.1-0.4 ที่ระดับความเข้มข้น 0.05 µg/ml มีค่าอยู่ระหว่าง 0.1-0.4 ที่ระดับความเข้มข้น 0.10 µg/ml มีค่าอยู่ระหว่าง 0.2-2.0 ที่ระดับความเข้มข้น 0.15 µg/ml มีค่าอยู่ระหว่าง 0.1-0.4 และที่ระดับความเข้มข้น 0.2 µg/ml มีค่าอยู่ระหว่าง 0.2-0.8 ซึ่งผ่านเกณฑ์กำหนด HORRAT ratio ≤ 2 ทั้ง 5 ระดับความเข้มข้น(ตารางที่ 9-13) สรุปได้ว่าวิธีการทดสอบนี้ค่าที่วิเคราะห์ได้มีความถูกต้องและแม่นยำในช่วงตั้งแต่ 0.01-0.2 µg/ml

4. LOQ จากผลการทดสอบ fortified sample blank ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 µg/ml จำนวน 10 ซ้ำ ตามตารางที่ 9 ประเมินผลการทดสอบจาก % Recovery ผ่านเกณฑ์กำหนดของ CODEX และ HORRAT ratio ดังนั้น ค่า LOQ ของวิธีทดสอบเท่ากับ 0.01 µg/ml

5. LOD ของการทดสอบสารคาร์บาเมตจำนวนที่ความเข้มข้นต่ำอย่างน้อย 10 ซ้ำ ผลการทดสอบ พบว่าค่า Signal to Noise Ratio ของสาร methomyl, carbosulfan, promecarb, methiocarb, 3oh-carbofuran, carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur และ fenobucarb ที่ระดับความ

เข้มข้น 0.003 µg/ml และ 3-keto-carbofuran ที่ระดับความเข้มข้น 0.005 µg/ml มีค่า ≥ 3 แสดงว่าค่า LOD ของการทดสอบ methomyl, carbosulfan, promecarb, methiocarb, 3-OH-carbofuran, carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur และ fenobucarb เท่ากับ 0.003 µg/ml และ ค่า LOD ของ 3ket-carbofuran ชนิดเท่ากับ 0.005 µg/ml ผลการทดสอบแสดงในตารางที่ 14

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี in-house method base on QuEChERs EN Method 15662 (2008) ซึ่งเป็นวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง สวพ.5 เพื่อวิเคราะห์สารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิด ได้แก่ carbophenothion, chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, cyanofenphos, cyanophos, diazinon, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, methidathion, parathion, parathion-methyl, phosphamidon, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiofos และ triazophos และตรวจวิเคราะห์สารคาร์บาเมต 12 ชนิด ได้แก่ methomyl, carbosulfan, promecarb, methiocarb, 3-OH-carbofuran, 3-keto-carbofuran carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur และ fenobucarb ในพีชมะเขือ โดยวิเคราะห์ด้วย GCMS/MS และ LC-MS/MS ตามลำดับ เมื่อทำการทดสอบ range/linearity, accuracy, LOQ, LOD และ specification พบว่าวิธีการทดสอบนี้มีความเหมาะสมและมีความเฉพาะเจาะจงในการทดสอบหาสารตกค้างของกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตและกลุ่มคาร์บาเมต วิธีทดสอบนี้สามารถตรวจวิเคราะห์สารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำในช่วงความเข้มข้น 0.01–1.0 µg/ml โดยมีค่าต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้เท่ากับ 0.005 µg/ml และวิธีทดสอบนี้สามารถตรวจวิเคราะห์สารกลุ่มคาร์บาเมต ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำในช่วงความเข้มข้น 0.01–0.2 µg/ml มีค่าต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ของสาร methomyl, carbosulfan, promecarb, methiocarb, 3-OH-carbofuran, carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur และ fenobucarb เท่ากับ 0.003 µg/ml และ 3ket-carbofuran เท่ากับ 0.005 µg/ml ซึ่งจากการประเมินผลการทดสอบโดยวิเคราะห์ค่าต่าง ๆ เหล่านี้ พบว่าวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์ยอมรับจึงสามารถนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการได้

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

ใช้ในการยื่นขอการรับรองการวิเคราะห์กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตและคาร์บาเมตในมะเขือของห้องปฏิบัติการ สวพ.5

11. คำขอบคุณ (ถ้ามี)

ขอขอบคุณบุคลากรของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 5 ทุกท่าน ที่ช่วยให้งานสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

12. เอกสารอ้างอิง

ดุขุณี มั่นความดีและอุมาพร สุขม่วง. 2550. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการทดสอบสารพิษตกค้างในผลไม้. เอกสารประกอบการฝึกอบรม. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์.

ทิพวรรณ นิ่งน้อย. 2549. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดี่ยว. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์.

Codex alimorm 01/24A. AnnexVII. Propose Draf Revised Guideliness on Good Laboratory Practice in Residue Analysis.

EN 15662. 2008. Food of Plant Origin-Determination of Pesticide Residues Using GC-MS and/or LC-MS/MS Following Acetonitrile Extraction/Partitioning and Clean-up by Dispersive SPE-QuEChERs method.

ตารางที่ 1 แสดงค่าพื้นที่ของสัญญาณตรวจวัดเฉลี่ยที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.10, 0.50 และ 1.0 $\mu\text{g/ml}$ และค่า r^2 ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิด

pesticide	average of area					r^2
	0.01	0.05	0.1	0.5	1	
dichlorvos	17580	91143	192383	924072	1933250	0.9995
diazinon	12045	57075	120603	845500	1693750	0.9994
phosphamidon	15727	75080	159747	857233	1990165	0.9955

chlorpyrifos-methyl	6204	31476	72359	431203	1001206	0.9957
parathion-methyl	11803	58800	127445	808028	1844000	0.9965
pirimiphos-methyl	95948	128326	268565	1817000	3823000	0.9981
fenitrothion	5116	24270	54420	361615	846478	0.9952
malathion	21105	98818	220742	1485000	3401500	0.9964
chlorpyrifos	24966	96454	220945	1452500	3118000	0.9988
parathion	7444	36689	75923	533331	1226500	0.9961
pirimiphos-ethyl	15111	108343	139770	1023760	2119250	0.9988
methidathion	36881	166717	393970	2469500	5795250	0.9951
prothiophos	26802	109931	233092	1791500	4095500	0.9962
profenophos	19822	78861	167287	1104957	2382250	0.9986
ethion	40959	190941	406644	2984500	6834500	0.9963
triazophos	3100	69031	158191	1441680	3368000	0.9954
EPN	10975	56450	123722	707309	1620500	0.9964
carbofenothion	303	2802	7384	76459	171438	0.9969
cyanofenphos	4955	22345	51977	323697	629551	0.9994
cyanophos	75578	389212	903088	5316500	11587500	0.9985

ตารางที่ 2 แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ %Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.01 µg/ml

	dichlorvos		diazinon		phosphamidon		chlorpyrifos-methyl		parathion-methyl		pirimiphos-methyl		fenitrothion		malathion		chlorpyrifos		parathion	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.008	80.0	0.011	110.0	0.006	60.0	0.012	120.0	0.006	60.0	0.007	70.0	0.009	90.0	0.011	110.0	0.008	80.0	0.009	90.0
2	0.012	120.0	0.006	60.0	0.007	70.0	0.007	70.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.011	110.0	0.012	120.0	0.011	110.0	0.012	120.0
3	0.011	110.0	0.007	70.0	0.009	90.0	0.008	80.0	0.009	90.0	0.009	90.0	0.011	110.0	0.006	60.0	0.011	110.0	0.011	110.0
4	0.012	120.0	0.010	100.0	0.006	60.0	0.006	60.0	0.006	60.0	0.008	80.0	0.009	90.0	0.011	110.0	0.012	120.0	0.009	90.0
5	0.010	100.0	0.006	60.0	0.008	80.0	0.007	70.0	0.006	60.0	0.008	80.0	0.011	110.0	0.008	80.0	0.012	120.0	0.009	90.0
6	0.009	90.0	0.011	110.0	0.007	70.0	0.006	60.0	0.011	110.0	0.008	80.0	0.009	90.0	0.011	110.0	0.009	90.0	0.009	90.0
7	0.009	90.0	0.006	60.0	0.006	60.0	0.006	60.0	0.006	60.0	0.008	80.0	0.008	80.0	0.012	120.0	0.012	120.0	0.012	120.0
8	0.010	100.0	0.008	80.0	0.011	110.0	0.008	80.0	0.009	90.0	0.012	120.0	0.011	110.0	0.007	70.0	0.011	110.0	0.012	120.0
9	0.011	110.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.009	90.0	0.007	70.0	0.009	90.0	0.012	120.0	0.011	110.0	0.012	120.0	0.011	110.0
10	0.010	100.0	0.006	60.0	0.008	80.0	0.007	70.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.011	110.0	0.012	120.0	0.012	120.0	0.009	90.0
mean	0.010	102.0	0.008	78.0	0.008	76.0	0.008	76.0	0.007	74.0	0.009	85.0	0.010	102.0	0.010	101.0	0.011	110.0	0.010	103.0
HORRAT	0.613		1.227		0.943		1.099		1.047		0.736		0.613		1.049		0.618		0.655	

ตารางที่ 2 (ต่อ) แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ %Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.01 µg/ml

	pirimiphos-ethyl		methidathion		prothiophos		profenophos		ethion		triazophos		EPN		carbofenthion		cyanofenphos		cyanophos	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.009	90.0	0.008	80.0	0.012	120.0	0.011	110.0	0.011	110.0	0.007	70.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.006	60.0	0.006	60.0
2	0.011	110.0	0.012	120.0	0.007	70.0	0.012	120.0	0.009	90.0	0.006	60.0	0.011	110.0	0.009	90.0	0.007	70.0	0.008	80.0
3	0.012	120.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.006	60.0	0.007	70.0	0.007	70.0	0.012	120.0	0.008	80.0	0.006	60.0	0.010	100.0
4	0.011	110.0	0.009	90.0	0.012	120.0	0.011	110.0	0.012	120.0	0.006	60.0	0.017	170.0	0.007	70.0	0.008	80.0	0.006	60.0
5	0.011	110.0	0.011	110.0	0.006	60.0	0.012	120.0	0.012	120.0	0.006	60.0	0.009	90.0	0.008	80.0	0.007	70.0	0.008	80.0
6	0.008	80.0	0.008	80.0	0.011	110.0	0.012	120.0	0.007	70.0	0.010	100.0	0.009	90.0	0.009	90.0	0.010	100.0	0.007	70.0
7	0.009	90.0	0.012	120.0	0.012	120.0	0.011	110.0	0.006	60.0	0.011	110.0	0.008	80.0	0.006	60.0	0.011	110.0	0.007	70.0
8	0.012	120.0	0.012	120.0	0.009	90.0	0.008	80.0	0.006	60.0	0.009	90.0	0.011	110.0	0.008	80.0	0.008	80.0	0.011	110.0
9	0.011	110.0	0.011	110.0	0.007	70.0	0.009	90.0	0.007	70.0	0.007	70.0	0.009	90.0	0.007	70.0	0.006	60.0	0.008	80.0
10	0.011	110.0	0.009	90.0	0.006	60.0	0.012	120.0	0.010	100.0	0.006	60.0	0.011	110.0	0.009	90.0	0.006	60.0	0.008	80.0
mean	0.011	105.0	0.010	99.0	0.009	90.0	0.010	104.0	0.009	87.0	0.008	75.0	0.010	104.0	0.008	79.0	0.008	75.0	0.008	79.0

HORRAT	0.615	0.913	1.315	0.946	1.282	1.113	1.281	0.575	1.076	0.923
--------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

ตารางที่ 3 แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ %Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.05 µg/ml

	dichlorvos		diazinon		phosphamidon		chlorpyrifos-methyl		parathion-methyl		pirimiphos-methyl		fenitrothion		malathion		chlorpyrifos		parathion	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.053	106.0	0.053	106.0	0.058	116.0	0.051	102.0	0.058	116.0	0.059	118.0	0.058	116.0	0.052	104.0	0.059	118.0	0.057	114.0
2	0.047	94.0	0.054	108.0	0.056	112.0	0.058	116.0	0.055	110.0	0.054	108.0	0.055	110.0	0.052	104.0	0.057	114.0	0.054	108.0
3	0.056	112.0	0.058	116.0	0.053	106.0	0.044	88.0	0.052	104.0	0.058	116.0	0.059	118.0	0.056	112.0	0.052	104.0	0.059	118.0
4	0.057	114.0	0.056	112.0	0.046	92.0	0.054	108.0	0.043	86.0	0.059	118.0	0.051	102.0	0.058	116.0	0.054	108.0	0.060	120.0
5	0.049	98.0	0.051	102.0	0.052	104.0	0.056	112.0	0.053	106.0	0.053	106.0	0.053	106.0	0.050	100.0	0.055	110.0	0.052	104.0
6	0.053	106.0	0.057	114.0	0.055	110.0	0.051	102.0	0.043	86.0	0.058	116.0	0.059	118.0	0.058	116.0	0.058	116.0	0.059	118.0
7	0.051	102.0	0.057	114.0	0.053	106.0	0.056	112.0	0.049	98.0	0.057	114.0	0.055	110.0	0.056	112.0	0.060	120.0	0.058	116.0
8	0.053	106.0	0.057	114.0	0.053	106.0	0.051	102.0	0.051	102.0	0.058	116.0	0.059	118.0	0.057	114.0	0.054	108.0	0.060	120.0
9	0.056	112.0	0.058	116.0	0.057	114.0	0.051	102.0	0.043	86.0	0.058	116.0	0.059	118.0	0.058	116.0	0.054	108.0	0.060	120.0

10	0.054	108.0	0.055	110.0	0.047	94.0	0.060	120.0	0.054	108.0	0.058	116.0	0.058	116.0	0.054	108.0	0.051	102.0	0.059	118.0
mean	0.053	105.8	0.056	111.2	0.053	106.0	0.053	106.4	0.050	100.2	0.057	114.4	0.057	113.2	0.055	110.2	0.055	110.8	0.058	115.6
HORRAT	0.366		0.256		0.453		0.525		0.656		0.220		0.316		0.325		0.331		0.292	

ตารางที่ 3 (ต่อ) แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ %Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.05 µg/ml

	pirimiphos-ethyl		methidathion		prothiophos		profenophos		ethion		triazophos		EPN		carbofenothion		cyanofenphos		cyanophos	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.047	94.0	0.056	112.0	0.053	106.0	0.053	106.0	0.057	114.0	0.055	110.0	0.050	100.0	0.049	98.0	0.045	90.0	0.045	90.0
2	0.057	114.0	0.060	120.0	0.052	104.0	0.060	120.0	0.054	108.0	0.055	110.0	0.052	104.0	0.052	104.0	0.041	82.0	0.056	112.0
3	0.051	102.0	0.053	106.0	0.057	114.0	0.058	116.0	0.060	120.0	0.053	106.0	0.055	110.0	0.057	114.0	0.044	88.0	0.041	82.0
4	0.053	106.0	0.056	112.0	0.057	114.0	0.056	112.0	0.051	102.0	0.045	90.0	0.056	112.0	0.046	92.0	0.045	90.0	0.041	82.0
5	0.052	104.0	0.052	104.0	0.048	96.0	0.043	86.0	0.056	112.0	0.051	102.0	0.049	98.0	0.055	110.0	0.046	92.0	0.054	108.0
6	0.051	102.0	0.053	106.0	0.056	112.0	0.058	116.0	0.048	96.0	0.051	102.0	0.046	92.0	0.049	98.0	0.042	84.0	0.043	86.0
7	0.059	118.0	0.051	102.0	0.053	106.0	0.056	112.0	0.046	92.0	0.049	98.0	0.053	106.0	0.055	110.0	0.045	90.0	0.042	84.0

8	0.053	106.0	0.055	110.0	0.057	114.0	0.057	114.0	0.049	98.0	0.047	94.6	0.057	114.0	0.047	94.0	0.045	90.0	0.043	86.0
9	0.053	106.0	0.057	114.0	0.057	114.0	0.059	118.0	0.049	98.0	0.055	110.0	0.049	98.0	0.056	112.0	0.041	82.0	0.043	86.0
10	0.060	120.0	0.051	102.0	0.055	110.0	0.055	110.0	0.057	114.0	0.053	106.0	0.046	92.0	0.057	114.0	0.047	94.0	0.051	102.0
mean	0.054	107.2	0.054	108.8	0.055	109.0	0.056	111.0	0.053	105.4	0.051	102.9	0.051	102.6	0.052	104.6	0.044	88.2	0.046	91.8
HORRAT	0.452		0.327		0.335		0.534		0.544		0.408		0.466		0.493		0.279		0.727	

ตารางที่ 4 แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ %Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.10 µg/ml

	dichlorvos		diazinon		phosphamidon		chlorpyrifos-methyl		parathion-methyl		pirimiphos-methyl		fenitrothion		malathion		chlorpyrifos		parathion	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.109	109.0	0.097	97.0	0.107	107.0	0.118	118.0	0.113	113.0	0.098	98.0	0.108	108.0	0.092	92.0	0.115	115.0	0.104	104.0
2	0.133	133.0	0.118	118.0	0.114	114.0	0.105	105.0	0.104	104.0	0.115	115.0	0.127	127.0	0.115	115.0	0.109	109.0	0.103	103.0
3	0.119	119.0	0.105	105.0	0.105	105.0	0.111	111.0	0.113	113.0	0.105	105.0	0.107	107.0	0.097	97.0	0.114	114.0	0.104	104.0
4	0.113	113.0	0.106	106.0	0.100	100.0	0.110	110.0	0.105	105.0	0.104	104.0	0.110	110.0	0.101	101.0	0.111	111.0	0.104	104.0
5	0.106	106.0	0.101	101.0	0.116	116.0	0.114	114.0	0.106	106.0	0.097	97.0	0.093	93.0	0.083	83.0	0.106	106.0	0.096	96.0

6	0.116	116.0	0.117	117.0	0.100	100.0	0.107	107.0	0.088	88.0	0.112	112.0	0.120	120.0	0.103	103.0	0.116	116.0	0.114	114.0
7	0.108	108.0	0.102	102.0	0.094	94.0	0.107	107.0	0.105	105.0	0.099	99.0	0.101	101.0	0.089	89.0	0.106	106.0	0.098	98.0
8	0.104	104.0	0.100	100.0	0.115	115.0	0.111	111.0	0.107	107.0	0.098	98.0	0.104	104.0	0.085	85.0	0.109	109.0	0.096	96.0
9	0.112	112.0	0.106	106.0	0.100	100.0	0.116	116.0	0.118	118.0	0.105	105.0	0.106	106.0	0.096	96.0	0.116	116.0	0.104	104.0
10	0.111	111.0	0.105	105.0	0.106	106.0	0.112	112.0	0.111	111.0	0.102	102.0	0.099	99.0	0.089	89.0	0.110	110.0	0.098	98.0
mean	0.113	113.1	0.106	105.7	0.106	105.7	0.111	111.1	0.107	107.0	0.104	103.5	0.108	107.5	0.095	95.0	0.111	111.2	0.102	102.1
HORRAT	0.501		0.439		0.475		0.252		0.511		0.396		0.624		0.672		0.236		0.357	

ตารางที่ 4 (ต่อ) แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ , % Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.10 µg/ml

	pirimiphos-ethyl		methidathion		prothiophos		profenophos		ethion		triazophos		EPN		carbofenothion		cyanofenphos		cyanophos	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.111	111.0	0.104	104.0	0.105	105.0	0.109	109.0	0.104	104.0	0.116	116.0	0.118	118.0	0.110	110.0	0.112	112.0	0.117	117.0
2	0.101	101.0	0.115	115.0	0.094	94.0	0.102	102.0	0.099	99.0	0.093	93.0	0.104	104.0	0.107	107.0	0.089	89.0	0.095	95.0
3	0.107	107.0	0.117	117.0	0.085	85.0	0.113	113.0	0.113	113.0	0.105	105.0	0.101	101.0	0.097	97.0	0.112	112.0	0.106	106.0

4	0.117	117.0	0.106	106.0	0.109	109.0	0.084	84.0	0.085	85.0	0.117	117.0	0.113	113.0	0.114	114.0	0.108	108.0	0.119	119.0
5	0.104	104.0	0.100	100.0	0.117	117.0	0.101	101.0	0.110	110.0	0.104	104.0	0.102	102.0	0.112	112.0	0.108	108.0	0.104	104.0
6	0.112	112.0	0.108	108.0	0.096	96.0	0.111	111.0	0.101	101.0	0.108	108.0	0.112	112.0	0.113	113.0	0.091	91.0	0.094	94.0
7	0.106	106.0	0.106	106.0	0.114	114.0	0.092	92.0	0.113	113.0	0.109	109.0	0.093	93.0	0.102	102.0	0.105	105.0	0.111	111.0
8	0.107	107.0	0.106	106.0	0.111	111.0	0.110	110.0	0.115	115.0	0.112	112.0	0.104	104.0	0.108	108.0	0.102	102.0	0.108	108.0
9	0.114	114.0	0.118	118.0	0.105	105.0	0.116	116.0	0.118	118.0	0.093	93.0	0.110	110.0	0.118	118.0	0.115	115.0	0.118	118.0
10	0.109	109.0	0.105	105.0	0.101	101.0	0.114	114.0	0.118	118.0	0.110	110.0	0.107	107.0	0.109	109.0	0.112	112.0	0.112	112.0
mean	0.109	108.8	0.109	108.5	0.104	103.7	0.105	105.2	0.108	107.6	0.107	106.7	0.106	106.4	0.109	109.0	0.105	105.4	0.108	108.4
HORRAT	0.299		0.377		0.641		0.668		0.655		0.528		0.455		0.377		0.574		0.556	

ตารางที่ 5 แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ %Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.50 µg/ml

	dichlorvos		diazinon		phosphamidon		chlorpyrifos-methyl		parathion-methyl		pirimiphos-methyl		fenitrothion		malathion		chlorpyrifos		parathion	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.524	104.8	0.472	94.4	0.481	96.2	0.516	103.2	0.512	102.4	0.461	92.2	0.478	95.6	0.399	79.8	0.507	101.4	0.465	93.0

2	0.540	108.0	0.445	89.0	0.396	79.2	0.527	105.4	0.523	104.6	0.448	89.6	0.473	94.6	0.395	79.0	0.496	99.2	0.462	92.4
3	0.553	110.6	0.435	87.0	0.544	108.8	0.554	110.8	0.542	108.4	0.452	90.4	0.504	100.8	0.417	83.4	0.521	104.2	0.507	101.4
4	0.599	119.8	0.496	99.2	0.533	106.6	0.510	102.0	0.417	83.4	0.510	102.0	0.470	94.0	0.481	96.2	0.472	94.4	0.564	112.8
5	0.503	100.6	0.462	92.4	0.479	95.8	0.544	108.8	0.550	110.0	0.480	96.0	0.502	100.4	0.408	81.6	0.535	107.0	0.516	103.2
6	0.548	109.6	0.441	88.2	0.452	90.4	0.537	107.4	0.529	105.8	0.452	90.4	0.490	98.0	0.395	79.0	0.494	98.8	0.484	96.8
7	0.512	102.4	0.431	86.2	0.470	94.0	0.538	107.6	0.525	105.0	0.445	89.0	0.490	98.0	0.400	80.0	0.499	99.8	0.478	95.6
8	0.509	101.8	0.484	96.8	0.534	106.8	0.501	100.2	0.547	109.4	0.484	96.8	0.505	101.0	0.420	84.0	0.509	101.8	0.491	98.2
9	0.524	104.8	0.531	106.2	0.513	102.6	0.460	92.0	0.467	93.4	0.458	91.6	0.406	81.2	0.518	103.6	0.425	85.0	0.429	85.8
10	0.557	111.4	0.457	91.4	0.391	78.2	0.538	107.6	0.536	107.2	0.468	93.6	0.497	99.4	0.400	80.0	0.510	102.0	0.490	98.0
mean	0.537	107.4	0.465	93.1	0.479	95.9	0.523	104.5	0.515	103.0	0.466	93.2	0.482	96.3	0.423	84.7	0.497	99.4	0.489	97.7
HORRAT	0.465		0.568		0.965		0.450		0.695		0.368		0.518		0.825		0.520		0.628	

ตารางที่ 5 (ต่อ) แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ % Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.50 µg/ml

pirimiphos-ethyl	methidathion	prothiophos	profenophos	ethion	triazophos	EPN	carbofenthion	cyanofenphos	cyanophos
------------------	--------------	-------------	-------------	--------	------------	-----	---------------	--------------	-----------

	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.507	101.4	0.467	93.4	0.459	91.8	0.479	95.8	0.539	107.8	0.497	99.4	0.500	100.0	0.478	95.6	0.499	99.8	0.479	95.8
2	0.467	93.4	0.463	92.6	0.456	91.2	0.452	90.4	0.543	108.6	0.462	92.4	0.500	100.0	0.421	84.2	0.495	99.0	0.412	82.4
3	0.503	100.6	0.457	91.4	0.487	97.4	0.478	95.6	0.491	98.2	0.523	104.6	0.537	107.4	0.502	100.4	0.502	100.4	0.529	105.8
4	0.544	108.8	0.403	80.6	0.426	85.2	0.426	85.2	0.421	84.2	0.463	92.6	0.501	100.2	0.544	108.8	0.464	92.8	0.478	95.6
5	0.502	100.4	0.502	100.4	0.492	98.4	0.541	108.2	0.487	97.4	0.497	99.4	0.545	109.0	0.443	88.6	0.518	103.6	0.547	109.4
6	0.471	94.2	0.470	94.0	0.428	85.6	0.509	101.8	0.458	91.6	0.476	95.2	0.518	103.6	0.493	98.6	0.505	101.0	0.459	91.8
7	0.469	93.8	0.484	96.8	0.441	88.2	0.512	102.4	0.540	108.0	0.458	91.6	0.509	101.8	0.484	96.8	0.524	104.8	0.520	104.0
8	0.462	92.4	0.505	101.0	0.423	84.6	0.472	94.4	0.546	109.2	0.483	96.6	0.532	106.4	0.408	81.6	0.490	98.0	0.403	80.6
9	0.415	83.0	0.480	96.0	0.464	92.8	0.492	98.4	0.492	98.4	0.448	89.6	0.460	92.0	0.515	103.0	0.468	93.6	0.457	91.4
10	0.481	96.2	0.517	103.4	0.471	94.2	0.523	104.6	0.467	93.4	0.511	102.2	0.540	108.0	0.482	96.4	0.517	103.4	0.455	91.0
mean	0.482	96.4	0.475	95.0	0.455	90.9	0.488	97.7	0.498	99.7	0.482	96.4	0.514	102.8	0.477	95.4	0.498	99.6	0.474	94.8
HORRAT	0.607		0.571		0.459		0.599		0.732		0.435		0.430		0.747		0.344		0.848	

ตารางที่ 6 แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ % Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 1.0 µg/ml

	dichlorvos		diazinon		phosphamidon		chlorpyrifos-methyl		parathion-methyl		pirimiphos-methyl		fenitrothion		malathion		chlorpyrifos		parathion	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	1.045	104.5	0.973	97.3	1.028	102.8	1.065	106.5	1.060	106.0	1.014	101.4	1.011	101.1	1.021	102.1	1.068	106.8	1.039	103.9
2	1.050	105.0	0.872	87.2	1.013	101.3	1.062	106.2	1.018	101.8	0.901	90.1	1.005	100.5	0.815	81.5	0.998	99.8	1.064	106.4
3	1.079	107.9	0.985	98.5	0.888	88.8	1.062	106.2	1.071	107.1	1.008	100.8	1.006	100.6	1.011	101.1	1.065	106.5	1.027	102.7
4	1.025	102.5	0.956	95.6	1.099	109.9	1.073	107.3	1.088	108.8	1.004	100.4	1.059	105.9	1.027	102.7	1.052	105.2	1.049	104.9
5	1.041	104.1	0.856	85.6	1.036	103.6	1.062	106.2	1.034	103.4	0.897	89.7	1.016	101.6	0.806	80.6	0.989	98.9	1.073	107.3
6	1.026	102.6	0.946	94.6	0.994	99.4	1.015	101.5	1.049	104.9	0.972	97.2	1.005	100.5	0.971	97.1	1.004	100.4	1.017	101.7
7	1.018	101.8	1.024	102.4	1.026	102.6	1.025	102.5	1.025	102.5	1.027	102.7	1.029	102.9	1.033	103.3	1.028	102.8	1.029	102.9
8	1.020	102.0	1.026	102.6	1.027	102.7	1.027	102.7	1.027	102.7	1.028	102.8	1.030	103.0	1.034	103.4	1.030	103.0	1.030	103.0
9	1.009	100.9	1.097	109.7	1.027	102.7	1.018	101.8	1.013	101.3	1.098	109.8	1.008	100.8	1.092	109.2	1.015	101.5	1.004	100.4
10	1.011	101.1	1.105	110.5	1.026	102.6	1.012	101.2	1.011	101.1	1.002	100.2	1.099	109.9	1.089	108.9	1.010	101.0	1.098	109.8
mean	1.032	103.2	0.984	98.4	1.016	101.6	1.042	104.2	1.040	104.0	0.995	99.5	1.027	102.7	0.990	99.0	1.026	102.6	1.043	104.3
HORRAT	0.199		0.797		0.490		0.224		0.241		0.570		0.282		0.964		0.258		0.259	

ตารางที่ 6 (ต่อ) แสดงค่าความเข้มข้นที่วัดได้ %Recovery และ HORRAT ratio ของสารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 1.0 µg/ml

	pirimiphos-ethyl		methidathion		prothiophos		profenophos		ethion		triazophos		EPN		carbofenthion		cyanofenphos		cyanophos	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	1.036	103.6	1.082	108.2	1.029	102.9	1.077	107.7	1.094	109.4	1.090	109.0	1.078	107.8	1.049	104.9	1.002	100.2	1.063	106.3
2	0.928	92.8	0.971	97.1	1.029	102.9	0.982	98.2	1.044	104.4	0.943	94.3	1.010	101.0	0.863	86.3	0.983	98.3	0.927	92.7
3	1.030	103.0	1.097	109.7	1.032	103.2	1.085	108.5	1.086	108.6	1.071	107.1	1.017	101.7	0.980	98.0	1.016	101.6	0.854	85.4
4	1.042	104.2	1.009	100.9	1.010	101.0	1.002	100.2	1.084	108.4	1.021	102.1	1.066	106.6	1.038	103.8	1.028	102.8	1.072	107.2
5	0.914	91.4	0.955	95.5	1.022	102.2	0.967	96.7	1.034	103.4	0.956	95.6	1.065	106.5	0.936	93.6	0.988	98.8	1.092	109.2
6	0.922	92.2	1.005	100.5	1.061	106.1	0.995	99.5	1.070	107.0	1.028	102.8	1.031	103.1	0.795	79.5	1.027	102.7	0.987	98.7
7	1.029	102.9	1.028	102.8	1.025	102.5	1.021	102.1	1.031	103.1	1.034	103.4	1.027	102.7	1.038	103.8	1.025	102.5	1.026	102.6
8	1.031	103.1	1.032	103.2	1.027	102.7	1.024	102.4	1.033	103.3	1.035	103.5	1.031	103.1	1.039	103.9	1.027	102.7	1.028	102.8
9	1.011	101.1	1.024	102.4	1.025	102.5	1.029	102.9	1.024	102.4	1.026	102.6	1.018	101.8	1.110	111.0	1.022	102.2	1.017	101.7
10	1.009	100.9	1.005	100.5	1.021	102.1	1.034	103.4	1.018	101.8	1.010	101.0	1.007	100.7	1.109	110.9	1.012	101.2	1.012	101.2
mean	0.995	99.5	1.021	102.1	1.028	102.8	1.022	102.2	1.052	105.2	1.021	102.1	1.035	103.5	0.996	99.6	1.013	101.3	1.008	100.8

HORRAT	0.495	0.407	0.121	0.353	0.260	0.417	0.234	0.981	0.156	0.670
--------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

ตารางที่ 7 แสดง ค่า Signal to Noise Ratio สารออร์กาโนฟอสเฟต 20 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.005 µg/ml

	signal/noise ratio										average
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
dichlorvos	35	29	25	32	24	20	18	24	27	22	26
diazinon	43	59	44	52	56	47	42	51	42	51	49
phosphamidon	38	35	42	48	36	51	37	40	33	44	40
chlorpyrifos-methyl	41	46	34	31	40	35	42	44	37	36	39
parathion-methyl	14	12	17	18	18	17	11	16	13	10	15
pirimiphos-methyl	23	31	35	28	22	34	27	32	26	31	29
fenitrothion	33	37	41	28	30	43	34	44	38	35	36
malathion	18	14	11	26	17	18	15	20	24	22	19
chlorpyrifos	52	58	62	50	65	68	51	60	66	64	60
parathion	25	22	26	16	20	18	15	23	16	21	20
pirimiphos-ethyl	12	20	17	25	23	18	16	19	20	21	19
methidathion	38	35	40	46	41	42	44	32	30	34	38
prothiophos	83	108	72	68	74	76	88	91	75	69	80
profenophos	32	36	43	40	54	45	39	37	33	48	41
Ethion	23	19	15	21	18	16	19	20	16	19	19
triazophos	12	14	17	13	16	9	16	23	18	22	16
EPN	21	32	22	31	24	23	25	20	30	32	26
carbofenothion	32	37	28	25	31	26	24	24	27	25	28
cyanofenphos	20	15	16	22	16	18	21	22	14	18	18
cyanophos	72	61	91	81	67	54	65	67	58	66	68

ตารางที่ 8 แสดงค่าพื้นที่ใต้พีคเฉลี่ยที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.1, 0.15 และ 0.2 µg/ml และค่า r² ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิด

pesticide	average of area					r ²
	0.01	0.05	0.1	0.15	0.2	
methomyl	10513	54952	107100	144572	200817	0.996
carbosulfan	818	3197	5763	7809	10055	0.995
promecarb	10217	71256	135969	186187	258443	0.996
methiocarb	2937	20639	37997	53731	70394	0.996
3-OH-carbofuran	3412	24601	47125	65405	85037	0.995
3-keto-carbofuran	243	1532	3034	4648	6141	0.999
carbaryl	5135	41168	80478	128111	158599	0.996
ethiofencarb	21470	112616	215494	323039	417622	0.999
pirimicarb	170480	991410	1890755	2567450	3467882	0.996
isoprocarb	2432	17417	33547	49152	63081	0.997
propoxur	10600	71902	139635	190279	271397	0.995
fenobucarb	5060	35191	66977	96765	122172	0.995

ตารางที่ 9 แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.01 µg/ml

	methomyl		3-OH-carbofuran		3-keto-carbofuran		propoxur		pirimicarb		carbaryl	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.0114	113.70	0.0077	76.62	0.0107	107.40	0.00701	70.14	0.0084	84.10	0.0081	81.20
2	0.0112	111.90	0.0080	80.30	0.0101	100.80	0.00812	81.20	0.0089	89.10	0.0089	88.80
3	0.0106	106.40	0.0075	75.40	0.0111	110.60	0.00674	67.40	0.0082	82.30	0.0083	82.70
4	0.0110	109.70	0.0075	74.90	0.0103	102.50	0.00695	69.50	0.0087	86.50	0.0080	80.40
5	0.0109	109.40	0.0077	76.70	0.0111	111.20	0.00738	73.80	0.0088	88.20	0.0085	85.00
6	0.0105	105.00	0.0074	73.80	0.0119	119.20	0.00784	78.40	0.0086	86.10	0.0086	85.60
7	0.0104	103.60	0.0077	76.70	0.0110	110.40	0.00665	66.50	0.0085	85.40	0.0078	77.70
8	0.0111	110.60	0.0071	71.00	0.0117	116.70	0.00714	71.40	0.0087	86.70	0.0077	76.80
9	0.0110	110.10	0.0073	72.90	0.0116	115.70	0.00736	73.60	0.0083	83.30	0.0081	80.80
10	0.0111	110.50	0.0078	78.10	0.0118	117.60	0.00713	71.30	0.0083	83.30	0.0083	82.90
average	0.0109	109.09	0.0076	75.64	0.0111	111.21	0.00723	72.32	0.0086	85.50	0.0082	82.19

HORRAT	0.1383	0.1601	0.2716	0.2882	0.1209	0.2036
--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

ตารางที่ 9 (ต่อ) แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.01 µg/ml

	ethiofencarb		isoprocarb		fenobucarb		methiocarb		promecarb		carbosulfan	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.0069	69.10	0.0079	79.10	0.0063	62.90	0.0062	62.40	0.0075	74.80	0.0063	63.20
2	0.0078	78.30	0.0076	76.30	0.0084	84.40	0.0074	73.60	0.0084	84.20	0.0068	67.50
3	0.0067	67.40	0.0072	72.10	0.0071	70.50	0.0065	64.70	0.0075	74.90	0.0068	67.90
4	0.0065	65.40	0.0078	78.40	0.0065	65.10	0.0072	71.50	0.0077	76.50	0.0074	74.20
5	0.0082	82.00	0.0080	79.70	0.0067	67.44	0.0071	71.20	0.0087	86.50	0.0074	73.60
6	0.0075	75.30	0.0074	74.40	0.0073	72.80	0.0063	63.40	0.0083	83.00	0.0063	63.40
7	0.0077	77.30	0.0069	69.15	0.0067	67.00	0.0058	58.20	0.0077	77.20	0.0063	63.40
8	0.0066	65.80	0.0078	78.20	0.0061	60.90	0.0064	64.10	0.0085	85.10	0.0072	72.00
9	0.0073	73.40	0.0071	70.80	0.0066	65.60	0.0056	56.20	0.0079	78.80	0.0065	65.10

10	0.0071	71.40	0.0075	75.00	0.0071	71.30	0.0067	67.30	0.0076	75.70	0.0064	63.60
average	0.0073	72.54	0.0075	75.32	0.0069	68.79	0.0065	65.26	0.0080	79.67	0.0067	67.39
HORRAT	0.3528		0.2218		0.4309		0.3883		0.2617		0.2923	

ตารางที่ 10 แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.05 µg/ml

	methomyl		3-OH-carbofuran		3-keto-carbofuran		propoxur		pirimicarb		carbaryl	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.0548	109.56	0.0429	85.76	0.0389	77.84	0.0413	82.52	0.0507	101.44	0.0388	77.52
2	0.0535	107.02	0.0432	86.36	0.0381	76.14	0.0404	80.78	0.0489	97.82	0.0397	79.40
3	0.0560	111.96	0.0426	85.22	0.0355	71.06	0.0407	81.34	0.0500	100.02	0.0397	79.32
4	0.0573	114.58	0.0425	85.02	0.0356	71.10	0.0410	82.00	0.0506	101.10	0.0412	82.42
5	0.0541	108.18	0.0405	81.08	0.0355	70.98	0.0397	79.48	0.0483	96.56	0.0380	76.02
6	0.0577	115.38	0.0436	87.20	0.0357	71.32	0.0402	80.40	0.0501	100.18	0.0406	81.26
7	0.0543	108.60	0.0432	86.42	0.0355	71.04	0.0381	76.26	0.0490	97.92	0.0377	75.30

8	0.0559	111.72	0.0418	83.68	0.0350	70.08	0.0408	81.60	0.0497	99.44	0.0390	78.06
9	0.0557	111.40	0.0449	89.78	0.0371	74.20	0.0407	81.32	0.0503	100.58	0.0409	81.74
10	0.0536	107.12	0.0431	86.18	0.0386	77.16	0.0398	79.54	0.0482	96.36	0.0377	75.32
average	0.0553	110.55	0.0428	85.67	0.0365	73.09	0.0403	80.52	0.0496	99.14	0.0393	78.64
HORRAT	0.1634		0.1559		0.2327		0.1300		0.1124		0.1949	

ตารางที่ 10 (ต่อ) แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.05 µg/ml

	ethiofencarb		isoprocarb		fenobucarb		methiocarb		promecarb		carbosulfan	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.0489	97.84	0.0432	86.38	0.0422	84.30	0.0405	80.92	0.0410	81.96	0.0357	71.42
2	0.0463	92.56	0.0416	83.20	0.0388	77.50	0.0415	82.98	0.0389	77.76	0.0376	75.16
3	0.0472	94.40	0.0427	85.34	0.0412	82.32	0.0406	81.10	0.0396	79.10	0.0375	75.06
4	0.0480	96.08	0.0426	85.18	0.0411	82.20	0.0421	84.14	0.0404	80.88	0.0432	86.34
5	0.0467	93.40	0.0403	80.52	0.0390	77.96	0.0380	76.06	0.0391	78.20	0.0356	71.26

6	0.0460	92.00	0.0411	82.28	0.0396	79.26	0.0393	78.60	0.0398	79.60	0.0357	71.48
7	0.0476	95.14	0.0421	84.20	0.0383	76.64	0.0402	80.34	0.0386	77.22	0.0370	73.90
8	0.0497	99.42	0.0412	82.30	0.0401	80.20	0.0389	77.86	0.0386	77.28	0.0433	86.68
9	0.0478	95.60	0.0425	84.90	0.0415	83.08	0.0401	80.22	0.0388	77.58	0.0372	74.32
10	0.0471	94.12	0.0413	82.56	0.0411	82.20	0.0407	81.34	0.0386	77.20	0.0362	72.38
average	0.0475	95.06	0.0418	83.69	0.0403	80.57	0.0402	80.36	0.0393	78.68	0.0379	75.80
HORRAT	0.1451		0.1268		0.1904		0.1726		0.1237		0.4454	

ตารางที่ 11 แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.1 µg/ml

	methomyl		3-OH-carbofuran		3-keto-carbofuran		propoxur		pirimicarb		carbaryl	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.1129	112.92	0.0918	91.76	0.0722	72.18	0.0831	83.07	0.0999	99.92	0.0794	79.40
2	0.1072	107.15	0.0902	90.16	0.0755	75.49	0.0744	74.39	0.0960	96.02	0.0729	72.93
3	0.1098	109.80	0.0927	92.66	0.0756	75.58	0.0833	83.32	0.0100	10.01	0.0791	79.07

4	0.1084	108.36	0.0909	90.86	0.0764	76.38	0.0902	90.24	0.1011	101.07	0.0805	80.48
5	0.1054	105.39	0.0917	91.71	0.0759	75.87	0.0832	83.23	0.0997	99.71	0.0780	77.96
6	0.1012	101.16	0.0909	90.89	0.0777	77.68	0.0836	83.64	0.0992	99.19	0.0811	81.09
7	0.1021	102.09	0.0966	96.60	0.0738	73.83	0.0888	88.82	0.1037	103.73	0.0834	83.43
8	0.0992	99.19	0.0947	94.68	0.0743	74.32	0.0780	77.99	0.0948	94.75	0.0731	73.08
9	0.0934	93.38	0.0959	95.91	0.0751	75.12	0.0869	86.92	0.1010	101.03	0.0792	79.16
10	0.0966	96.64	0.0930	92.99	0.0710	70.98	0.0871	87.08	0.1003	100.33	0.0804	80.42
average	0.1036	103.61	0.0928	92.82	0.0747	74.74	0.0839	83.87	0.0906	90.58	0.0787	78.70
HORRAT	0.4019		0.1584		0.1708		0.3761		2.0701		0.2742	

ตารางที่ 11 (ต่อ) แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.1 µg/ml

	ethiofencarb		isoprocarb		fenobucarb		methiocarb		promecarb		carbosulfan	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.0983	98.26	0.0887	88.74	0.0877	87.71	0.0843	84.30	0.0818	81.77	0.0737	73.68

2	0.0890	89.00	0.0845	84.45	0.0819	81.85	0.0798	79.82	0.0766	76.57	0.0767	76.72
3	0.0898	89.75	0.0901	90.07	0.0849	84.94	0.0817	81.71	0.0805	80.45	0.0781	78.06
4	0.0834	83.36	0.0898	89.78	0.0865	86.52	0.0726	72.61	0.0824	82.36	0.0736	73.59
5	0.0796	79.64	0.0851	85.07	0.0819	81.93	0.0822	82.23	0.0804	80.39	0.0794	79.36
6	0.0801	80.08	0.0889	88.85	0.0851	85.07	0.0840	83.98	0.0812	81.19	0.0787	78.69
7	0.0756	75.55	0.0898	89.80	0.0857	85.74	0.0844	84.42	0.0868	86.83	0.0741	74.12
8	0.0747	74.65	0.0846	84.60	0.0815	81.50	0.0806	80.64	0.0792	79.21	0.0769	76.89
9	0.0786	78.59	0.0872	87.18	0.0824	82.40	0.0845	84.47	0.0802	80.22	0.0754	75.39
10	0.0831	83.07	0.0845	84.52	0.0848	84.81	0.0831	83.05	0.0815	81.52	0.0789	78.94
average	0.0832	83.20	0.0873	87.31	0.0842	84.25	0.0817	81.72	0.0811	81.05	0.0765	76.54
HORRAT	0.5709		0.1818		0.1692		0.2859		0.2081		0.1876	

ตารางที่ 12 แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.15 µg/ml

methomyl	3-OH-carbofuran	3-keto-carbofuran	propoxur	pirimicarb	carbaryl
----------	-----------------	-------------------	----------	------------	----------

	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.1291	86.07	0.1304	86.95	0.1052	70.16	0.1111	74.05	0.1372	91.48	0.1129	75.27
2	0.1309	87.23	0.1263	84.21	0.1083	72.17	0.1100	73.35	0.1366	91.04	0.1140	75.99
3	0.1364	90.94	0.1329	88.61	0.1063	70.87	0.1104	73.59	0.1399	93.23	0.1112	74.13
4	0.1312	87.44	0.1322	88.10	0.1089	72.60	0.1138	75.84	0.1384	92.27	0.1188	79.22
5	0.1307	87.16	0.1369	91.29	0.1116	74.39	0.1195	79.65	0.1400	93.31	0.1109	73.90
6	0.1325	88.35	0.1389	92.63	0.1143	76.23	0.1146	76.42	0.1423	94.89	0.1057	70.44
7	0.1387	92.44	0.1376	91.71	0.1116	74.40	0.1296	86.39	0.1451	96.71	0.1171	78.08
8	0.1300	86.64	0.1307	87.16	0.1123	74.86	0.1171	78.03	0.1401	93.39	0.1111	74.03
9	0.1330	88.67	0.1340	89.36	0.1162	77.49	0.1170	77.98	0.1398	93.21	0.1072	71.47
10	0.1245	83.03	0.1333	88.87	0.1265	84.34	0.1135	75.68	0.1348	89.86	0.1129	75.28
average	0.1317	87.80	0.1333	88.89	0.1121	74.75	0.1156	77.10	0.1394	92.94	0.1122	74.78
HORRAT	0.2060		0.1983		0.3712		0.3428		0.1477		0.2432	

ตารางที่ 12 (ต่อ) แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.15 µg/ml

	ethiofencarb		isoprocarb		fenobucarb		methiocarb		promecarb		carbosulfan	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.1056	70.39	0.1191	79.43	0.1154	76.96	0.1137	75.77	0.1068	71.19	0.1112	74.13
2	0.1164	77.61	0.1175	78.33	0.1127	75.16	0.1140	75.99	0.1103	73.54	0.1062	70.80
3	0.1177	78.49	0.1192	79.43	0.1171	78.07	0.1129	75.27	0.1061	70.73	0.1220	81.33
4	0.1192	79.46	0.1184	78.93	0.1187	79.11	0.1130	75.30	0.1162	77.43	0.1058	70.55
5	0.1191	79.40	0.1248	83.18	0.1241	82.71	0.1157	77.13	0.1097	73.10	0.1073	71.53
6	0.1161	77.37	0.1254	83.62	0.1259	83.94	0.1245	82.97	0.1156	77.05	0.1161	77.42
7	0.1256	83.70	0.1266	84.41	0.1279	85.27	0.1233	82.21	0.1259	83.91	0.1062	70.80
8	0.1245	83.01	0.1226	81.70	0.1171	78.07	0.1181	78.74	0.1128	75.17	0.1072	71.46
9	0.1287	85.79	0.1236	82.39	0.1204	80.23	0.1206	80.37	0.1170	78.02	0.1098	73.23
10	0.1221	81.41	0.1175	78.34	0.1186	79.05	0.1125	75.03	0.1070	71.35	0.1084	72.25
average	0.1195	79.66	0.1215	80.98	0.1198	79.86	0.1168	77.88	0.1127	75.15	0.1100	73.35
HORRAT	0.3697		0.1988		0.2758		0.2654		0.3707		0.3236	

ตารางที่ 13 แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.20 µg/ml

	methomyl		3-OH-carbofuran		3-keto-carbofuran		propoxur		pirimicarb		carbaryl	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.1973	98.64	0.1646	82.28	0.1912	95.62	0.1536	76.82	0.1757	87.87	0.1410	70.52
2	0.1714	85.69	0.1694	84.72	0.1583	79.13	0.1524	76.21	0.1783	89.17	0.1483	74.16
3	0.1684	84.20	0.1668	83.42	0.1806	90.32	0.1408	70.38	0.1741	87.07	0.1467	73.33
4	0.1885	94.24	0.1746	87.29	0.1489	74.45	0.1523	76.16	0.1789	89.47	0.1482	74.10
5	0.2047	102.36	0.1733	86.63	0.1516	75.80	0.1705	85.24	0.1894	94.70	0.1555	77.74
6	0.2029	101.44	0.1745	87.26	0.1643	82.17	0.1513	75.63	0.1815	90.76	0.1414	70.72
7	0.1878	93.92	0.1709	85.47	0.1516	75.80	0.1512	75.58	0.1776	88.79	0.1437	71.85
8	0.1962	98.08	0.1716	85.82	0.1423	71.15	0.1563	78.16	0.1782	89.12	0.1476	73.82
9	0.1956	97.79	0.1651	82.56	0.1862	93.12	0.1541	77.03	0.1789	89.45	0.1492	74.58
10	0.2104	105.22	0.1614	80.69	0.1565	78.26	0.1677	83.84	0.1863	93.14	0.1515	75.74
average	0.1923	96.16	0.1692	84.61	0.1632	81.58	0.1550	77.50	0.1799	89.95	0.1473	73.65

HORRAT	0.5263	0.1956	0.7512	0.3922	0.1900	0.2135
--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

ตารางที่ 13 (ต่อ) แสดงค่า %recovery และ HORRAT ratio ของสารคาร์บาเมต 12 ชนิดที่ระดับความเข้มข้น 0.20 µg/ml

	ethiofencarb		isoprocarb		fenobucarb		methiocarb		promecarb		carbosulfan	
	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery	conc.	%recovery
1	0.1695	84.74	0.1583	79.13	0.1511	75.57	0.1436	71.78	0.1501	75.05	0.1599	79.95
2	0.1721	86.04	0.1550	77.52	0.1469	73.45	0.1415	70.75	0.1409	70.45	0.1643	82.15
3	0.1731	86.57	0.1559	77.95	0.1509	75.45	0.1420	71.01	0.1417	70.86	0.1501	75.06
4	0.1716	85.80	0.1577	78.83	0.1584	79.22	0.1443	72.15	0.1483	74.15	0.1416	70.79
5	0.1914	95.70	0.1715	85.77	0.1588	79.41	0.1580	79.02	0.1658	82.88	0.1598	79.88
6	0.1730	86.49	0.1645	82.25	0.1557	77.83	0.1584	79.21	0.1500	74.98	0.1488	74.39
7	0.1682	84.09	0.1571	78.54	0.1509	75.45	0.1499	74.93	0.1492	74.61	0.1484	74.21
8	0.1756	87.82	0.1644	82.19	0.1519	75.93	0.1486	74.28	0.1471	73.56	0.1442	72.08
9	0.1727	86.35	0.1605	80.26	0.1519	75.97	0.1416	70.81	0.1473	73.67	0.1574	78.69

10	0.1800	90.02	0.1674	83.68	0.1537	76.86	0.1546	77.29	0.1549	77.45	0.1481	74.07
average	0.1747	87.36	0.1612	80.61	0.1530	76.51	0.1482	74.12	0.1495	74.76	0.1522	76.12
HORRAT	0.2793		0.2446		0.1723		0.3225		0.3327		0.3541	

ตารางที่ 14 แสดง ค่า Signal to Noise Ratio สาร methomyl, carbosulfan, promecarb, methiocarb, 3-OH-carbofuran, carbaryl, ethiofencarb, pirimicarb, isoprocarb, propoxur และ fenobucarb ที่ระดับความเข้มข้น 0.003 µg/ml และ 3-keto-carbofuran ระดับความเข้มข้น 0.005 µg/ml

	signal/noise ratio										average
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
methomyl	23.0	31.9	28.9	20.6	13.3	30.5	19.6	36.3	112.3	230.7	54.7
3-OH-carbofuran	63.2	20.9	98.3	52.4	21.3	32.6	27.5	14.1	24.0	46.7	40.1
3-keto-carbofuran	16.3	15.4	105.5	72.0	25.5	11.3	73.4	39.8	52.6	10.7	42.2
propoxur	459.7	51.3	513.6	523.6	342.5	275.1	908.9	588.7	76.9	101.3	384.2
pirimicarb	323.3	407.4	270.4	507.4	607.3	282.2	409.4	340.9	219.6	207.3	357.5
carbaryl	515.5	793.4	256.1	911.0	792.9	927.6	144.4	559.4	1010.6	232.5	614.3
ethiofencarb	55.5	79.6	2416.5	653.6	479.3	234.9	249.5	67.4	1250.4	559.5	604.6
isoprocarb	387.8	368.8	343.6	484.5	273.9	688.0	674.4	243.9	572.1	283.1	432.0
fenobucarb	913.7	566.6	1197.1	760.0	901.8	852.2	426.5	575.3	802.6	144.2	714.0
methiocarb	813.7	732.9	406.3	739.9	550.6	1051.0	621.3	879.0	521.1	795.5	711.1
promecarb	1989.1	1921.3	970.6	377.7	992.9	1254.6	580.2	1662.0	1087.5	1174.7	1201.1
carbosulfan	840.2	1374.9	2887.3	322.4	203.0	1675.4	425.1	1683.6	3800.4	1699.5	1491.2

