

รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

-
1. **ชุดโครงการวิจัย** วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปัจจัยการผลิตทางการเกษตรตามมาตรฐานสากล
(Research and Development on Analytical System for Agriculture Production Inputs)

 2. **โครงการวิจัย** วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร
Research and Development on Analytical System of Agricultural Hazardous Substance Products

 - กิจกรรม** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร
 - กิจกรรมย่อย (ถ้ามี)** -

 3. **ชื่อการทดลอง** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง
ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนล่าง

 4. **คณะผู้ดำเนินงาน**
หัวหน้าการทดลอง นางสาวสาวิตรี เขมวงศ์
ตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ
สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.8
 - ผู้ร่วมงาน** นางสร้อยญา ช่วงพิมพ์
ตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ
สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.8

5. บทคัดย่อ

ได้ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร 4 ชนิดสาร ได้แก่ chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan โดย chlorpyrifos และ cypermethrin ใช้เทคนิคการวิเคราะห์ชนิดสารด้วยเครื่อง gas chromatography (GC) ที่มีตัวตรวจจับชนิด Flame ionization Detector (FID) ส่วน carbaryl และ carbosulfan ใช้เทคนิคการวิเคราะห์ชนิดสารด้วยเครื่อง Ultra-High Performance Liquid Chromatography (UHPLC) ผลการตรวจสอบช่วงของการวัด (range) ของสาร chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan เท่ากับ 0.25-2.5, 0.25-2.5, 0.10-1.8 และ 0.03-0.25 mg/ml ตามลำดับ และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient; r) \geq

0.995 ส่วนค่าความเป็นเส้นตรง (linearity) ในแต่ละสารอยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.25-1.5, 0.25-1.5, 0.20-1.4 และ 0.03-0.18 mg/ml ตามลำดับ โดยมีค่า $r \geq 0.995$ ในทุกชนิดสาร การตรวจสอบความแม่นยำหรือความถูกต้อง (accuracy) ของสารทั้ง 4 ชนิด พบว่าในทุกความเข้มข้นที่ทำการทดสอบ ให้ผล % recovery อยู่ในช่วง 99.43-101.42 เปอร์เซ็นต์ ผ่านเกณฑ์การยอมรับของ AOAC ที่กำหนดค่า % recovery อยู่ในช่วง 98-102 เปอร์เซ็นต์ และการตรวจสอบค่าความเที่ยง (precision) ทั้งแบบการทวนซ้ำ (repeatability precision) และการทำซ้ำ (reproducibility precision) ในทุกชนิดสารให้ผลการทดสอบค่า HORRAT ≤ 2 โดยการทดสอบ repeatability precision และ reproducibility precision ทุกความเข้มข้นที่ทดสอบ ได้ค่า HORRAT อยู่ในช่วง 0.230-0.966 และ 0.200-0.369 ตามลำดับ เช่นเดียวกับผลการทดสอบค่าความคงทนของวิธี (robustness/ruggedness) ที่ได้ค่า HORRAT ≤ 2 โดยสาร chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan มีผลการทดสอบที่ให้ค่า HORRAT อยู่ในช่วง 0.238-1.346, 0.419-0.757, 0.118-0.328 และ 0.158-0.555 ตามลำดับ จากการประเมินผลการทดสอบในทุกพารามิเตอร์ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้สามารถนำวิธีนี้ไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานในการตรวจวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการ ที่ให้ผลวิเคราะห์ถูกต้องและแม่นยำ ยอมรับได้ในระดับสากล

Abstract

Chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl and carbosulfan were tested to validate the analysis method. Gas chromatography (GC) with flame ionization detector (FID) was used for chlorpyrifos and cypermethrin whereas carbaryl and carbosulfan were measured by Ultra-High Performance Liquid Chromatography (UHPLC). The results showed that the range for analyzed of chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl and carbosulfan were 0.25-2.5, 0.25-2.5, 0.10-1.8 and 0.03-0.25 mg/ml, respectively. The linearity or relationship between the responses to the concentration of the analyzed were 0.25-1.5, 0.25-1.5, 0.20-1.4 and 0.03-0.18 mg/ml for chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl and carbosulfan, respectively. The correlation coefficient (r) of range and linearity were more than 0.995 in all substances. Accuracy was verified as the term of % recovery. The result showed between 99.43-101.42% which AOAC accepted (98-102%). In addition, both repeatability precision and reproducibility precision gave the appropriate value of HORRAT (≤ 2) as same as robustness/ruggedness method in range of 0.230-0.966 and 0.200-0.369, respectively. The particular values of HORRAT for chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl and carbosulfan were 0.238-1.346, 0.419-0.757, 0.118-0.328 and 0.158-0.555. All parameters showed the result that gave a good fit for use as standard method in laboratory.

6. คำนำ

กรมวิชาการเกษตรเป็นหน่วยงานหลักในด้านการกำกับดูแลการนำเข้าวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตร ทั้งผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช และสารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช ตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 ที่ต้องมีการควบคุมทั้งการผลิต นำเข้า ส่งออกหรือมีไว้ในครอบครองเพื่อการจำหน่าย ขึ้นทะเบียน และตรวจสอบ ควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์วัตถุดิบอันตรายทางการเกษตรหลังการขึ้นทะเบียนตามกฎหมาย ให้มีคุณภาพตรงตามที่กำหนดไว้บนฉลาก

สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ได้แก่ สารกำจัดวัชพืช สารกำจัดแมลง สารป้องกันกำจัดโรคพืช เป็นต้น รวมถึงสารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช เป็นวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตรที่ต้องควบคุมตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 พบว่าสถิติปริมาณการนำเข้าวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตร มีปริมาณการนำเข้าเพิ่มขึ้นทุกปี เพื่อให้เพียงพอกับความต้องการใช้สารของเกษตรกร

เพื่อให้การบังคับใช้กฎหมายเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพและให้การใช้วัตถุดิบอันตรายของเกษตรกร เป็นไปอย่างถูกต้องปลอดภัยต่อตัวเกษตรกรผู้ใช้และผู้บริโภค การวิจัยเพื่อตรวจวิเคราะห์วัตถุดิบอันตรายทางการเกษตรจึงเป็นสิ่งสำคัญและจำเป็นที่ต้องดำเนินงานเพื่อเป็นข้อมูลสนับสนุนการขึ้นทะเบียนวัตถุดิบอันตราย และการติดตามการใช้วัตถุดิบตามที่กฎหมายกำหนด ทั้งนี้ เทคนิคการวิเคราะห์ที่ต้องปฏิบัติไม่ว่าจะเป็นวิธีการหรือเครื่องมือในห้องปฏิบัติการ ต้องได้รับการยอมรับในระดับสากล ถึงแม้ว่ากรมวิชาการเกษตรจะใช้วิธีวิเคราะห์ตามมาตรฐานเกณฑ์กำหนดคุณลักษณะขององค์การอาหารและการเกษตรแห่งสหประชาชาติ (Food and Agriculture Organization of the United Nations: FAO) ในผลิตภัณฑ์วัตถุดิบอันตรายทางการเกษตร อย่างไรก็ตามก็ต้องดำเนินการปรับปรุงเทคนิคการวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการ ปรับปรุงวิธีการให้เหมาะสมกับเครื่องมือในห้องปฏิบัติการ ให้ได้รับการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC17025: 2005 ซึ่งข้อมูลจากงานวิจัยการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method Validation) นอกจากจะทำให้ผลการตรวจวิเคราะห์มีความถูกต้อง แม่นยำ และเชื่อถือได้แล้ว ยังสามารถนำข้อมูลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี ไปใช้ประกอบการยื่นขอรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC17025: 2005 ได้

7. วิธีดำเนินการ

7.1 อุปกรณ์

- 7.1.1 เครื่องมือ Gas chromatography (GC) มีตัวตรวจจับชนิด Flame ionization Detector (FID)
- 7.1.2 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง ความละเอียดในการอ่าน 0.0001 ที่ผ่านการสอบเทียบ
- 7.1.3 Micropipette ขนาด 0.5-10 ul, 20-200 ul, 200-1,000 ul และ 500-5,000 ul ที่ผ่านการสอบเทียบ
- 7.1.4 เครื่องแก้ววัดปริมาตร ได้แก่ volumetric flask ขนาด 5, 10, 25, 1000 ml (class A) ที่ผ่านการสอบเทียบ
- 7.1.5 Dispenser ช่วงการใช้งาน 20-100 ml
- 7.1.6 ขวดแก้วแบบมีฝาปิด (Duran)

- 7.1.7 beaker ขนาด 100 ml
- 7.1.8 ขวด vial ขนาด 2 ml
- 7.1.9 สารเคมี ได้แก่ Acetonitrile (HPLC grade), Methanol (HPLC grade) และ water (HPLC grade), Acetone (Analytical grade) และสารเคมีมาตรฐานความบริสุทธิ์สูง

7.2 วิธีการ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 4 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan มีขั้นตอนดังนี้

- 7.2.1 ทำการสอบเทียบเครื่องมือ อุปกรณ์วิทยาศาสตร์ เครื่องแก้ว ที่มีผลต่อการวิเคราะห์
- 7.2.2 การเตรียมสารมาตรฐาน หรือเตรียมตัวอย่างสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ให้ซึ่งสารตามน้ำหนักที่คำนวณ เพื่อให้ได้ความเข้มข้นที่ต้องการ จากนั้นจึงนำมาละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสม โดย chlorpyrifos และ cypermethrin จะละลายด้วย acetone ส่วน carbaryl ละลายด้วย acetonitrile และ carbosulfan ละลายด้วย methanol เมื่อละลายสารในตัวทำละลายแล้วให้นำไปเขย่าให้เข้ากันอีกครั้งด้วยเครื่อง ultrasonic bath แล้วจึงนำไปปรับปริมาตร
- 7.2.3 ปรับตั้งภาวะเครื่องมือที่ต้องการใช้ทดสอบ ตามวิธีทดสอบที่ต้องการตรวจพิสูจน์ทราบ โดยฉีดสารละลายมาตรฐานเข้าเครื่องหลายๆซ้ำ ให้ได้ค่า %RSD แตกต่างไม่เกิน 1%
- 7.2.4 ทดสอบความจำเพาะเจาะจง (Specification/Selectivity) โดยการทดสอบการรบกวนของตัวทำละลายด้วยการฉีดตัวทำละลายในภาวะที่ใช้ทดสอบ
- 7.2.5 การตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (range/linearity)
 - 7.2.1 การหา range (ช่วงการวัด) ทำโดยการเตรียมสารมาตรฐานให้ครอบคลุมช่วงการใช้งานอย่างน้อย 6 ความเข้มข้นๆ ละ 1 ซ้ำ (หน่วยเป็น mg/ml) จากนั้นจึงนำไปฉีดเข้าเครื่องมือทดสอบ โดย chlorpyrifos และ cypermethrin วิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-FID ส่วน carbaryl และ carbosulfan วิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC และผลการวิเคราะห์จะพิจารณาจากค่า สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient; r) ซึ่งได้จากการสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นกับค่า response หรือพื้นที่ใต้พีค (area) โดยเกณฑ์ยอมรับตาม AOAC ต้องมีค่า $r \geq 0.995$
 - 7.2.2 การหา linearity (การตรวจสอบความเป็นเส้นตรง) ทำโดยการเลือกช่วงความเข้มข้นจากข้อ 7.2.1 และเตรียมความเข้มข้นให้อยู่ในช่วงที่เลือกอย่างน้อย 6 ความเข้มข้นๆ ละ 3 ซ้ำ (หน่วยเป็น mg/ml) จากนั้นจึงนำไปฉีดเข้าเครื่องมือทดสอบ โดย chlorpyrifos และ cypermethrin วิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-FID ส่วน carbaryl และ carbosulfan วิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC และผลการวิเคราะห์จะพิจารณาจากค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient;

r) ซึ่งได้จากการสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นกับค่า response หรือพื้นที่ใต้พีค (area) โดยเกณฑ์ยอมรับตาม AOAC ต้องมีค่า $r \geq 0.995$

- 7.2.3 การตรวจสอบค่า accuracy (ความแม่นยำ/ความถูกต้อง) มีขั้นตอนดังนี้
- 7.2.3.1 สร้างกราฟสารละลายมาตรฐานที่อย่างน้อย 3 ระดับความเข้มข้น จาก stock ของสารละลายมาตรฐาน
- 7.2.3.2 เตรียมสารละลาย original sample ของผลิตภัณฑ์ อย่างน้อย 10 ซ้ำ
- 7.2.3.3 เตรียม fortified sample ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง ความเข้มข้นละ อย่างน้อย 10 ซ้ำ
- 7.2.3.4 ประเมินค่า accuracy จาก % recovery เกณฑ์ยอมรับตาม AOAC โดยการคำนวณร้อยละการกลับคืนของสารที่วิเคราะห์ (%recovery) ทำได้จากสมการ

$$\% \text{recovery} = \left[\frac{X_2 - X_1}{C} \times 100 \right]$$

เมื่อ X_2 = ปริมาณสารในสารละลาย fortified sample (mg/ml)

X_1 = ปริมาณสารในสารละลาย origin sample (mg/ml)

C = ปริมาณ added sample (mg)

- 7.2.4 การตรวจสอบค่า precision (ความเที่ยง)
- การตรวจสอบค่า precision จะทำทั้งแบบ repeatability precision ซึ่งทดสอบภายในวันเดียวกัน และแบบ reproducibility precision ซึ่งเป็นการทดสอบต่างวันกัน โดยมีขั้นตอนดังนี้
- 7.2.4.1 สร้างกราฟสารละลายมาตรฐานที่อย่างน้อย 3 ระดับความเข้มข้น จาก stock ของสารละลายมาตรฐาน
- 7.2.4.2 เตรียมสารละลายตัวอย่างผลิตภัณฑ์ ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง ความเข้มข้นๆละ อย่างน้อย 10 ซ้ำ
- 7.2.4.3 ประเมินค่า precision โดยใช้ค่า HORRAT เกณฑ์ยอมรับ Codex, EU; $\text{HORRAT} \leq 2$ โดยการประเมินค่า precision คำนวณจากสมการ

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

โดยที่

$$\text{Predicted Horwitz RSD}_r = 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log c)} \quad (\text{repeatability precision})$$

$$\text{Predicted Horwitz RSD}_R = 2^{(1-0.5 \log c)} \quad (\text{reproducibility precision})$$

C = concentration ratio

- 7.2.5 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness (ความคงทนของวิธี) โดยเน้นการทดลองเช่นเดียวกับ precision แต่เปลี่ยนภาวะในการทดสอบบางประการ ประเมินผลโดยใช้ค่า HORRAT เกณฑ์ยอมรับ Codex, EU ; HORRAT \leq 2

7.3 เวลาและสถานที่

ปีที่เริ่มต้น 2559 ปีที่สิ้นสุด 2560 รวม 2 ปี

ณ กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 8

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร จำนวน 4 ชนิดสาร ได้แก่ chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan ให้ผลดังนี้

8.1 สภาวะที่เหมาะสมในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตราย

8.1.1 สาร chlorpyrifos (วิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC)

Capillary column	: HP-5 (30m x 0.32 mm (i.d.), 0.25 μ m)
Oven temperature	: 250°C
Injector temperature	: 260°C
Detector temperature	: 260°C
Split injector	: split ratio 50 : 1
Gas flow rate	: Helium (carrier gas) 2 mL/min
	: Hydrogen 40 mL/min
	: Air 400 mL/min
	: Nitrogen 35 mL/min
Injector volume	: 1 μ l
Run time	: 6 min (RT = 4.209 min)

8.2.2 สาร cypermethrin (วิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC)

Capillary column	: HP-5 (30m x 0.25 mm (i.d.), 0.25 μ m)
Oven temperature	: 220°C
Injector temperature	: 260°C
Detector temperature	: 260°C
Split injector	: split ratio 50 : 1
Gas flow rate	: Helium (carrier gas) 2 mL/min
	: Hydrogen 40 mL/min

- : Air 400 ml/min
: Nitrogen 35 ml/min
- Injector volume : 1 μ l
Run time : 18 min (RT = 15.639 min)
- 8.2.3 สาร carbaryl (วิเคราะห์ด้วยเครื่อง UHPLC)
Column : Poroshell 120 EC-C18, 4.6 x 75 mm, 2.7 μ m
Column temperature : 40 $^{\circ}$ C
Mobile phase : acetonitrile : water (45 : 55)
Diode Array Detector (DAD) : 280 nm
Flow rate : 0.3 ml/min
Injection volume : 5 μ l
Run time : 9 min (RT = 7.238 min)
- 8.2.4 สาร carbosulfan (วิเคราะห์ด้วยเครื่อง UHPLC)
Column : Poroshell 120 EC-C8, 4.6 x 30 mm, 2.7 μ m
Column temperature : 40 $^{\circ}$ C
Mobile phase : methanol : water (88 : 12)
Diode Array Detector (DAD) : 280 nm
Flow rate : 0.4 ml/min
Injection volume : 5 μ l
Run time : 4 min (RT = 2.127 min)

8.2 การตรวจสอบช่วงของความเป็นเส้นตรง (range/linearity)

8.2.1 การตรวจสอบช่วงของการวัด (range)

การตรวจสอบช่วงของการวัดในสารทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan พบว่า ช่วงการวัดของแต่ละชนิดสารมีค่าแตกต่างกัน และให้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient; r) ≥ 0.995 แสดงผลดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient; r) จากการตรวจสอบช่วงของการวัด (range) ในสาร chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan

Pesticides	Range (mg/ml)	r
chlorpyrifos	0.25-2.50	0.99999
cypermethrin	0.25-2.50	0.99999
carbaryl	0.10-1.80	0.99995
carbosulfan	0.03-0.25	0.99981

8.2.2 การตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (linearity)

การตรวจสอบความเป็นเส้นตรง สารทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan พบว่า ให้ช่วงของค่าที่แตกต่างกันขึ้นกับสมบัติของสารแต่ละชนิด โดยในสาร chlorpyrifos จะให้ช่วงของความเข้มข้นในการตรวจสอบ range กับ linearity เป็นช่วงเดียวกัน แต่ใน cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan จะมีช่วงความเป็นเส้นตรงที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ (linearity) ที่แคบกว่า range เนื่องจากความเข้มข้นที่สูงมากไป จะมีตัวรบกวนสัญญาณในการวัด ซึ่งอาจเกิดจาก impurity ของสาร อีกทั้งเพื่อเป็นการลดความเสียหายของคอลัมน์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ จึงเลือกค่าช่วงของ linearity ที่ต่ำกว่าค่า range นอกจากนี้พบว่า ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient; r) ของสารทุกชนิดมีค่า ≥ 0.995 ซึ่งผ่านเกณฑ์การประเมิน แสดงผลดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient; r) จากการตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (linearity) ในสาร chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan

Pesticides	Range (mg/ml)	r
chlorpyrifos	0.25-1.50	0.99999
cypermethrin	0.25-1.50	0.99999
carbaryl	0.20-1.40	0.99998
carbosulfan	0.03-0.18	0.99953

8.3 การตรวจสอบค่าความแม่นยำ/ความถูกต้อง (accuracy)

8.3.1 chlorpyrifos

ในการตรวจสอบจะทำที่ระดับความเข้มข้นที่ระดับต่ำ กลาง และสูงของช่วงการวัดที่เป็นเส้นตรง (linearity) เท่ากับ 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/kg ได้ค่าเฉลี่ยของ % recovery เท่ากับ 100.38,

100.24 และ 100.30 % ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์การประเมินของ AOAC ที่กำหนดให้ % recovery อยู่ในช่วง 98-102% ผลการตรวจสอบแสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 การตรวจสอบ % recovery ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorpyrifos

ซ้ำที่	Origin (mg/ml)	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml			ความเข้มข้น 1.0 mg/ml			ความเข้มข้น 1.5 mg/ml		
		Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery	Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery	Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery
1	5.909	10.898	5.000	100.432	15.829	10.000	99.523	20.889	15.000	100.080
2	5.826	10.953	5.000	101.528	16.009	10.000	101.320	20.882	15.000	100.033
3	5.876	10.867	5.000	99.799	15.797	10.000	99.202	20.908	15.000	100.208
4	5.903	10.851	5.000	99.491	15.940	10.000	100.636	20.811	15.000	99.561
5	5.907	10.865	5.000	99.772	15.872	10.000	99.953	21.086	15.000	101.391
6	5.866	10.881	5.000	100.087	15.963	10.000	100.863	20.827	15.000	99.670
7	5.870	10.853	5.000	99.532	15.959	10.000	100.821	20.832	15.000	99.700
8	5.887	10.954	5.000	101.534	15.854	10.000	99.768	21.028	15.000	101.005
9	5.882	10.881	5.000	100.073	15.875	10.000	99.983	21.016	15.000	100.926
10	5.844	10.957	5.000	101.598	15.907	10.000	100.306	20.937	15.000	100.399
Mean	5.88	10.90	5.00	100.38	15.90	10.00	100.24	20.92	15.00	100.30

8.3.2 cypermethrin

ทำการตรวจสอบที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูงของช่วงการวัดที่เป็นเส้นตรง (linearity) ได้แก่ 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/kg ได้ค่าเฉลี่ยของ % recovery เท่ากับ 99.43, 100.22 และ 100.15 % ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์การประเมินของ AOAC ที่กำหนดให้ % recovery อยู่ในช่วง 98-102% ผลการตรวจสอบแสดงดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 การตรวจสอบ % recovery ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร cypermethrin

ซ้ำที่	Origin (mg/ml)	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml			ความเข้มข้น 1.0 mg/ml			ความเข้มข้น 1.5 mg/ml		
		Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery	Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery	Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery
1	5.589	10.331	5.000	99.262	15.365	10.000	99.972	20.132	15.000	98.424
2	5.589	10.359	5.000	99.818	15.397	10.000	100.287	20.568	15.000	101.332
3	5.214	10.298	5.000	98.607	15.489	10.000	101.215	20.381	15.000	100.084
4	5.299	10.279	5.000	98.226	15.505	10.000	101.366	20.565	15.000	101.311
5	5.227	10.358	5.000	99.797	15.210	10.000	98.417	20.262	15.000	99.290
6	5.395	10.285	5.000	98.337	15.506	10.000	101.383	20.378	15.000	100.068
7	5.351	10.450	5.000	101.631	15.546	10.000	101.776	20.498	15.000	100.868
8	5.344	10.276	5.000	98.169	15.381	10.000	100.126	20.460	15.000	100.615
9	5.354	10.309	5.000	98.829	15.255	10.000	98.866	20.330	15.000	99.747
10	5.318	10.450	5.000	101.650	15.244	10.000	98.756	20.329	15.000	99.743
Mean	5.37	10.34	5.00	99.43	15.39	10.00	100.22	20.39	15.00	100.15

8.3.3 carbaryl

ทำการตรวจสอบที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูงของช่วงการวัดที่เป็นเส้นตรง (linearity) ได้แก่ 0.2, 0.6 และ 1.0 mg/ml ได้ค่าเฉลี่ยของ % recovery เท่ากับ 100.90, 101.20 และ 101.26 % ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์การประเมินของ AOAC ที่กำหนดให้ % recovery อยู่ในช่วง 98-102% ผลการตรวจสอบแสดงดังตารางที่ 5

8.3.4 carbosulfan

ทำการตรวจสอบที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูงของช่วงการวัดที่เป็นเส้นตรง (linearity) ได้แก่ 0.05, 0.1 และ 0.15 mg/ml ได้ค่าเฉลี่ยของ % recovery เท่ากับ 100.59, 100.83 และ 101.42 % ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์การประเมินของ AOAC ที่กำหนดให้ % recovery อยู่ในช่วง 98-102% ผลการตรวจสอบแสดงดังตารางที่ 6

ตารางที่ 5 การตรวจสอบ % recovery ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbaryl

ซ้ำที่	Origin (mg/ml)	ความเข้มข้น 0.2 mg/ml			ความเข้มข้น 0.6 mg/ml			ความเข้มข้น 1.0 mg/ml		
		Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery	Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery	Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery
1	1.012	3.001	2.000	100.265	7.097	6.000	101.688	11.098	10.000	101.022
2	1.001	3.021	2.000	101.266	7.053	6.000	100.953	11.132	10.000	101.364
3	0.996	3.013	2.000	100.863	7.041	6.000	100.753	11.136	10.000	101.401
4	0.993	3.008	2.000	100.636	7.068	6.000	101.207	11.128	10.000	101.325
5	0.991	3.014	2.000	100.931	7.062	6.000	101.108	11.119	10.000	101.237
6	0.992	3.015	2.000	100.966	7.098	6.000	101.702	11.113	10.000	101.176
7	0.996	3.012	2.000	100.830	7.063	6.000	101.124	11.111	10.000	101.155
8	0.994	3.020	2.000	101.238	7.056	6.000	101.002	11.121	10.000	101.253
9	0.992	3.019	2.000	101.150	7.072	6.000	101.274	11.122	10.000	101.267
10	0.990	3.012	2.000	100.832	7.070	6.000	101.235	11.131	10.000	101.356
ค่าเฉลี่ย	0.996	3.014	2.000	100.90	7.068	6.000	101.20	11.121	10.000	101.26

ตารางที่ 6 การตรวจสอบ % recovery ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbosulfan

ซ้ำที่	Origin (mg/ml)	ความเข้มข้น 0.05 mg/kg			ความเข้มข้น 0.1 mg/kg			ความเข้มข้น 0.15 mg/kg		
		Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery	Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery	Spike (mg/ml)	Added (mg)	% Recovery
1	0.041	0.541	5.000	100.121	1.044	10.000	100.337	1.561	15.000	101.342
2	0.041	0.542	5.000	100.148	1.046	10.000	100.515	1.561	15.000	101.362
3	0.041	0.542	5.000	100.174	1.047	10.000	100.626	1.560	15.000	101.292
4	0.041	0.545	5.000	100.919	1.052	10.000	101.075	1.564	15.000	101.561
5	0.041	0.545	5.000	100.802	1.050	10.000	100.915	1.562	15.000	101.445
6	0.041	0.546	5.000	100.986	1.050	10.000	100.886	1.562	15.000	101.422
7	0.041	0.544	5.000	100.696	1.049	10.000	100.845	1.561	15.000	101.347
8	0.041	0.544	5.000	100.692	1.051	10.000	101.067	1.563	15.000	101.467
9	0.041	0.544	5.000	100.631	1.051	10.000	101.047	1.564	15.000	101.544
10	0.041	0.545	5.000	100.769	1.050	10.000	100.941	1.562	15.000	101.424
ค่าเฉลี่ย	0.041	0.544	5.000	100.59	1.049	10.000	100.83	1.562	15.000	101.42

8.4 การตรวจสอบความเที่ยง (precision)

8.4.1 การตรวจสอบความเที่ยงแบบทวนซ้ำ (repeatability precision)

ทำการตรวจสอบหาค่าความเที่ยงของสารที่ทดสอบภายในวันเดียวกันทุกซ้ำ จำนวน 4 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan ที่ระดับความเข้มข้นภายในช่วงการวัด 3 ระดับความเข้มข้น โดยครอบคลุมความเข้มข้นที่ระดับต่ำ กลาง และสูง คือ chlorpyrifos และ cypermethrin ทำการตรวจสอบค่า repeatability precision ที่ความเข้มข้น 0.01, 0.1 และ 1.0 mg/ml carbaryl ที่ความเข้มข้น 0.2, 0.6 และ 1.0 mg/ml และ carbosulfan ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.1 และ 0.15 mg/ml โดยทำความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ ซึ่งผลการทดลองพบว่า ทั้ง 4 สาร ให้ค่า HORRAT ≤ 2 ซึ่งผ่านเกณฑ์การประเมินของ Codex, EU ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 7

ตารางที่ 7 ค่า repeatability precision ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan

Pesticide	Concentration (mg/ml)	%RSD _r	HORRAT
chlorpyrifos	0.50	1.404	0.966
	1.00	0.718	0.495
	1.50	1.357	0.893
cypermethrin	0.50	0.483	0.329
	1.00	0.816	0.556
	1.50	0.617	0.401
carbaryl	0.20	0.543	0.404
	0.60	0.522	0.388
	1.00	0.476	0.352
carbosulfan	0.05	0.481	0.313
	0.10	0.504	0.328
	0.15	0.381	0.230

หมายเหตุ : เกณฑ์การยอมรับ Codex, EU : ค่า HORRAT ≤ 2

8.4.2 การตรวจสอบความเที่ยงแบบทำซ้ำ (reproducibility precision)

ทำการตรวจสอบหาค่าความเที่ยงของสารที่ทดสอบต่างวัน จำนวน 4 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan ที่ระดับความเข้มข้นภายในช่วงการวัด 3 ระดับความเข้มข้น โดยครอบคลุมความเข้มข้นที่ระดับต่ำ กลาง และสูง คือ chlorpyrifos และ cypermethrin ทำการตรวจสอบค่า reproducibility precision ที่ความเข้มข้น 0.01, 0.1 และ 1.0 mg/ml carbaryl ที่ความ

เข้มข้น 0.2, 0.6 และ 1.0 mg/ml และ carbosulfan ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.1 และ 0.15 mg/ml โดยทำทั้งหมด 10 วัน ความเข้มข้นวันละ 1 ชั่วโมง ซึ่งผลการทดลองพบว่า ทั้ง 4 สาร ให้ค่า HORRAT ≤ 2 ซึ่งผ่านเกณฑ์การประเมินของ Codex, EU ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 8

ตารางที่ 8 ค่า reproducibility precision ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan

Pesticide	Concentration (mg/ml)	%RSD _R	HORRAT
chlorpyrifos	0.5	0.440	0.200
	1.0	0.745	0.338
	1.5	0.849	0.369
cypermethrin	0.5	0.467	0.210
	1.0	0.694	0.312
	1.5	0.778	0.333
carbaryl	0.2	0.635	0.312
	0.6	0.445	0.218
	1.0	0.553	0.270
carbosulfan	0.05	0.646	0.277
	0.10	0.514	0.221
	0.15	0.679	0.270

หมายเหตุ : เกณฑ์การยอมรับ Codex, EU : ค่า HORRAT ≤ 2

8.5 การตรวจสอบค่าความคงทนของวิธี (Robustness/Ruggedness)

การตรวจสอบค่าความคงทนของวิธี ทำโดยให้มีการเปลี่ยนสถานะในขั้นตอนการวิเคราะห์ไปขั้นตอนใดขั้นตอนหนึ่ง แล้วดูค่า precision (วิเคราะห์ 10 ชั่วโมง) ว่าให้ผลการวิเคราะห์ที่ยังคงมีความเที่ยงเหมือนเดิมหรือต่างจากเดิมหรือไม่ เกณฑ์การตัดสิน ดูจากค่า HORRAT ≤ 2 จึงผ่านเกณฑ์การประเมินตามมาตรฐาน Codex และ EU และในแต่ละสาร ได้เปลี่ยนสถานะในการวิเคราะห์ ดังตารางที่ 9 สำหรับผลการตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรทั้งหมด พบว่า ผ่านเกณฑ์ตามมาตรฐาน โดยให้ค่า HORRAT ≤ 2 (ตารางที่ 10) แสดงให้เห็นว่าวิธีการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรนี้ มีความคงทนต่อการเปลี่ยนแปลงต่อปัจจัยสิ่งแวดล้อมที่เปลี่ยนไปได้

ตารางที่ 9 สภาวะในการทดสอบค่าความคงทนของวิธี (robustness/ruggedness) ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan

Pesticide	สภาวะ ที่เปลี่ยนแปลง	เดิม	ใหม่
chlorpyrifos	เปลี่ยนผู้ทดสอบ	นางสาวสาวิตรี เขมวงศ์	นางสาวจิราพร ลำดับพังก์
	เปลี่ยนคอลัมน์ที่ใช้วิเคราะห์	capillary HP-5 (30m x 0.32mm ID, 0.25 µm film thickness)	capillary HP-1 (30m x 0.25mm ID, 0.25 µm film thickness)
cypermethrin	เปลี่ยนผู้ทดสอบ	นางสาวสาวิตรี เขมวงศ์	นางสาวจิราพร ลำดับพังก์
	เปลี่ยนคอลัมน์ที่ใช้วิเคราะห์	capillary HP-5 (30m x 0.32mm ID, 0.25 µm film thickness)	capillary HP-1 (30m x 0.25mm ID, 0.25 µm film thickness)
carbaryl	เปลี่ยนผู้ทดสอบ	นางสาวสาวิตรี เขมวงศ์	ว่าที่ร้อยตรีหญิงวรรณิสา สังข์ช่วง
	เปลี่ยนอัตราส่วนของ ตัวทำละลายเคลื่อนที่ (mobile phase)	Acetonitrile : Water 45 : 55	Acetonitrile : Water 55 : 45
carbosulfan	เปลี่ยนผู้ทดสอบ	นางสาวสาวิตรี เขมวงศ์	ว่าที่ร้อยตรีหญิงวรรณิสา สังข์ช่วง
	เปลี่ยนอัตราส่วนของ ตัวทำละลายเคลื่อนที่ (mobile phase)	methanol : water เท่ากับ 88: 12	methanol : water เท่ากับ 80: 20

ตารางที่ 10 การทดสอบค่าความคงทนของวิธี (Robustness/Ruggedness) ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan

Pesticide	สถานะการเปลี่ยนแปลง	Concentration (mg/ml)	%RSD _r	HORRAT
chlorpyrifos	เปลี่ยนผู้ทดสอบ	0.5	1.958	1.346
		1.0	0.955	0.657
		1.5	0.385	0.253
	เปลี่ยนคอลัมน์วิเคราะห์	0.5	1.658	1.139
		1.0	0.739	0.508
		1.5	0.361	0.238
cypermethrin	เปลี่ยนผู้ทดสอบ	0.5	0.879	0.599
		1.0	0.721	0.491
		1.5	0.646	0.419
	เปลี่ยนคอลัมน์วิเคราะห์	0.5	1.086	0.740
		1.0	1.111	0.757
		1.5	1.008	0.655
carbaryl	เปลี่ยนผู้ทดสอบ	0.2	0.158	0.118
		0.6	0.441	0.328
		1.0	0.305	0.225
	เปลี่ยนอัตราส่วนของ mobile phase	0.2	0.406	0.302
		0.6	0.405	0.302
		1.0	0.329	0.243
carbosulfan	เปลี่ยนผู้ทดสอบ	0.05	0.364	0.237
		0.10	0.244	0.158
		0.15	0.922	0.555
	เปลี่ยนอัตราส่วนของ mobile phase	0.05	0.642	0.417
		0.10	0.627	0.407
		0.15	0.739	0.445

หมายเหตุ : เกณฑ์การยอมรับ Codex, EU : ค่า HORRAT \leq 2

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากการตรวจสอบผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรทั้ง 4 ชนิดสาร ได้แก่ chlorpyrifos, cypermethrin, carbaryl และ carbosulfan โดยทำการตรวจสอบคุณลักษณะ ได้แก่ การตรวจสอบช่วงของการวัด (range), การตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (linearity), ค่าความแม่นยำ/ความถูกต้อง (accuracy), ค่า

ความเที่ยง (precision) ทั้งแบบการทวนซ้ำ (repeatability precision) และ การทำซ้ำ (reproducibility precision) และค่าความคงทนของวิธี (Robustness/Ruggedness) ให้ผลการทดสอบในแต่ละคุณลักษณะผ่านเกณฑ์การประเมิน มีรายละเอียดสรุปได้ดังนี้

9.1 การตรวจสอบช่วงของการวัด (range)

chlorpyrifos มีช่วงการวัด 0.25-2.5 mg/ml ($r=0.99999$)

cypermethrin มีช่วงการวัด 0.25-2.5 mg/ml ($r=0.99999$)

carbaryl มีช่วงการวัด 0.10-1.8 mg/ml ($r=0.99995$)

carbosulfan มีช่วงการวัด 0.03-0.25 mg/ml ($r=0.99981$)

จากการหาค่า range ทุกสารผ่านเกณฑ์ยอมรับของ AOAC คือ ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient; r) ≥ 0.995

9.2 การตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (linearity)

chlorpyrifos มีช่วงความเป็นเส้นตรง 0.25-1.5 mg/ml ($r=0.99999$)

cypermethrin มีช่วงการวัด 0.25-1.5 mg/ml ($r=0.99999$)

carbaryl มีช่วงการวัด 0.20-1.4 mg/ml ($r=0.99998$)

carbosulfan มีช่วงการวัด 0.03-0.18 mg/ml ($r=0.99953$)

จากการหาค่า linearity ทุกสารผ่านเกณฑ์ยอมรับของ AOAC คือ ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient; r) ≥ 0.995

9.3 ค่าความแม่นยำหรือความถูกต้อง (accuracy)

chlorpyrifos หาค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่าเฉลี่ยของ %recovery เท่ากับ 100.38, 100.24 และ 100.30 ตามลำดับ

cypermethrin หาค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่าเฉลี่ยของ %recovery เท่ากับ 99.43, 100.22 และ 100.15 ตามลำดับ

carbaryl หาค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.2, 0.6 และ 1.0 mg/ml ได้ค่าเฉลี่ยของ %recovery เท่ากับ 100.90, 101.20 และ 101.26 ตามลำดับ

carbosulfan หาค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.1 และ 0.15 mg/ml ได้ค่าเฉลี่ยของ %recovery เท่ากับ 100.59, 100.83 และ 101.42 ตามลำดับ

จากการหาค่า accuracy ของทั้ง 4 สาร พบว่าทั้งหมดผ่านเกณฑ์ยอมรับของ AOAC ที่ให้ %recovery อยู่ในช่วง 98-102%

9.4 ค่าความเที่ยง (precision)

9.4.1 การหาค่าความเที่ยงแบบการทวนซ้ำ (repeatability precision)

chlorpyrifos หาค่า repeatability precision ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.966, 0.495 และ 0.893 ตามลำดับ

cypermethrin หาค่า repeatability precision ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.329, 0.556 และ 0.401 ตามลำดับ

carbaryl หาค่า repeatability precision ที่ความเข้มข้น 0.2, 0.6 และ 1.0 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.404, 0.388 และ 0.352 ตามลำดับ

carbosulfan หาค่า repeatability precision ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.1 และ 0.15 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.313, 0.328 และ 0.230 ตามลำดับ

จากการหาค่า repeatability precision ของทั้ง 4 สาร พบว่าทั้งหมดผ่านเกณฑ์ยอมรับของ Codex, EU ที่ให้ค่า HORRAT ≤ 2

9.4.2 การหาค่าความเที่ยงแบบการทำซ้ำ (reproducibility precision)

chlorpyrifos หาค่า reproducibility precision ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.200, 0.338 และ 0.369 ตามลำดับ

cypermethrin หาค่า reproducibility precision ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.210, 0.312 และ 0.333 ตามลำดับ

carbaryl หาค่า reproducibility precision ที่ความเข้มข้น 0.2, 0.6 และ 1.0 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.312, 0.218 และ 0.270 ตามลำดับ

carbosulfan หาค่า reproducibility precision ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.1 และ 0.15 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.277, 0.221 และ 0.270 ตามลำดับ

จากการหาค่า reproducibility precision ของทั้ง 4 สาร พบว่าทั้งหมดผ่านเกณฑ์ยอมรับของ Codex, EU ที่ให้ค่า HORRAT ≤ 2

9.5 ค่าความคงทนของวิธี (robustness/ruggedness)

chlorpyrifos หาค่า robustness/ruggedness ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/ml โดยการเปลี่ยนคนทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.346, 0.657 และ 0.253 ตามลำดับ และเปลี่ยนคอลัมน์ในการวิเคราะห์สาร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.139, 0.508 และ 0.238 ตามลำดับ

cypermethrin หาค่า robustness/ruggedness ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 mg/ml โดยการเปลี่ยนคนทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.599, 0.491 และ 0.419 ตามลำดับ และเปลี่ยนคอลัมน์ในการวิเคราะห์สาร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.740, 0.757 และ 0.655 ตามลำดับ

carbaryl หาค่า robustness/ruggedness ที่ความเข้มข้น 0.2, 0.6 และ 1.0 mg/ml โดยการเปลี่ยนคนทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.118, 0.328 และ 0.225 ตามลำดับ และเปลี่ยนอัตราส่วนของตัวทำละลายเคลื่อนที่ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.302, 0.302 และ 0.243 ตามลำดับ

carbosulfan หาค่า robustness/ruggedness ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.1 และ 0.15 mg/ml โดยการเปลี่ยนคนทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.237, 0.158 และ 0.555 ตามลำดับ และเปลี่ยนอัตราส่วนของตัวทำละลายเคลื่อนที่ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.417, 0.407 และ 0.445 ตามลำดับ

การหาค่า robustness/ruggedness ของทั้ง 4 สาร พบว่าทั้งหมดผ่านเกณฑ์ยอมรับของ Codex, EU ที่ให้ค่า HORRAT ≤ 2

จากการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ทั้ง 4 ชนิด สาร พบว่า ผ่านเกณฑ์การประเมินในทุกการทดสอบ แสดงให้เห็นว่า สามารถนำวิธีการวิเคราะห์นี้ไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานในการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างในห้องปฏิบัติการได้ โดยให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แม่นยำ ยอมรับได้ในระดับสากล และข้อมูลจากการทดสอบของทั้ง 4 สาร สามารถนำไปใช้ในประกอบการยื่นขอรับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ได้

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

ได้วิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตราย ที่เหมาะสมกับเครื่องมือในห้องปฏิบัติการ และผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ สามารถนำไปประกอบการยื่นขอรับรองห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC17025: 2005 เพื่อเพิ่มขีดความสามารถห้องปฏิบัติการให้เท่าเทียมในระดับนานาชาติ และสามารถขยายขอบข่ายห้องปฏิบัติการ ISO/IEC 17025:2005 เพื่อเพิ่มศักยภาพให้กับหน่วยงานและองค์กร

11. คำขอบคุณ (ถ้ามี) :-

12. เอกสารอ้างอิง

- กนกพร อธิสุข และทิพวรรณ นิ่งน้อย. 2547. Method Validate. เอกสารประกอบการฝึกอบรม กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข.
- ดุขฎิ มั่นคงความดี และอุมาพร สุขม่วง. 2544. การพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีทดสอบทางเคมี (Chemical Method Validation). เอกสารประกอบการฝึกอบรม กรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงสาธารณสุข.
- ทิพวรรณ นิ่งน้อย. 2549. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข.

13. ภาคผนวก

ตารางที่ 11 การตรวจสอบความเที่ยงแบบการทวนซ้ำ (repeatability precision) ในผลิตภัณฑ์
วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorpyrifos

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.5 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.5 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	31.4	38.454	62.4	39.898	92.9	39.851
2	31.2	39.341	62.4	39.251	93.2	39.934
3	31.2	39.236	62.4	39.331	93.2	39.759
4	31.4	38.693	62.4	39.183	93.6	39.889
5	32.2	38.267	61.5	39.637	92.9	39.584
6	30.5	39.234	61.3	39.847	93.7	39.524
7	30.8	39.275	61.7	39.489	93.3	39.071
8	30.9	39.966	61.5	39.035	93.4	38.704
9	32.4	39.623	62.9	39.290	93.2	38.708
10	31.9	39.596	61.3	39.370	93.4	38.625
Mean		39.17	Mean	39.43	Mean	39.36
C		0.392	C	0.394	C	0.394
SD		0.550	SD	0.283	SD	0.534
%RSD		1.404	%RSD	0.718	%RSD	1.357
Predicted Horwitz RSD		1.454	Predicted Horwitz RSD	1.453	Predicted Horwitz RSD	1.519
HORRAT		0.966	HORRAT	0.494	HORRAT	0.893

ตารางที่ 12 การตรวจสอบความเที่ยงแบบการทวนซ้ำ (repeatability precision) ในผลิตภัณฑ์
 วัตถุอันตรายทางการเกษตร cypermethrin

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.5 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.5 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	36.2	35.217	71.1	35.845	107.0	36.121
2	36.3	35.507	71.3	35.408	107.1	35.836
3	35.6	35.383	71.5	35.100	107.1	36.350
4	35.0	35.226	71.4	35.445	106.0	35.937
5	35.5	35.399	71.1	35.709	107.9	35.811
6	34.8	35.619	71.8	35.956	107.9	35.575
7	35.4	35.571	71.0	35.103	107.1	35.880
8	34.8	35.210	71.4	35.427	107.9	36.032
9	35.1	35.168	71.4	35.693	106.4	35.851
10	35.1	35.110	71.3	35.384	107.2	36.195
Mean		35.34	Mean	35.51	Mean	35.96
C		0.353	C	0.355	C	0.360
SD		0.171	SD	0.290	SD	0.222
%RSD		0.483	%RSD	0.816	%RSD	0.617
Predicted Horwitz RSD		1.469	Predicted Horwitz RSD	1.468	Predicted Horwitz RSD	1.540
HORRAT		0.329	HORRAT	0.556	HORRAT	0.401

ตารางที่ 13 การตรวจสอบความเที่ยงแบบการทวนซ้ำ (repeatability precision) ในผลิตภัณฑ์
วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbaryl

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.2 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.6 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	5.8	84.087	17.8	84.19	29.5	84.097
2	5.8	84.319	17.8	84.32	29.0	85.087
3	5.9	85.096	17.7	84.55	29.0	84.355
4	5.9	85.491	17.7	84.34	29.0	84.162
5	5.9	85.201	17.8	85.21	29.4	85.345
6	5.8	85.341	17.4	84.59	29.3	84.856
7	5.9	85.027	17.3	84.26	29.3	84.893
8	5.8	84.952	17.3	85.51	29.2	84.759
9	5.8	85.106	17.3	84.27	29.2	84.787
10	5.9	84.784	17.3	84.46	29.3	84.468
Mean		84.94	Mean	84.57	Mean	84.68
C		0.849	C	0.846	C	0.847
SD		0.461	SD	0.441	SD	0.403
%RSD		0.543	%RSD	0.522	%RSD	0.476
Predicted Horwitz RSD		1.343	Predicted Horwitz RSD	1.344	Predicted Horwitz RSD	1.353
HORRAT		0.404	HORRAT	0.388	HORRAT	0.352

ตารางที่ 14 การตรวจสอบความเที่ยงแบบการทวนซ้ำ (repeatability precision) ในผลิตภัณฑ์
 วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbosulfan

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.05 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.1 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.15 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	6.4	21.494	12.5	21.491	18.6	21.887
2	6.3	21.743	12.5	21.526	18.6	21.933
3	6.3	21.660	12.5	21.650	18.7	21.857
4	6.3	21.814	12.5	21.800	18.9	21.691
5	6.3	21.799	12.5	21.708	18.7	21.914
6	6.3	21.790	12.5	21.816	18.6	21.906
7	6.3	21.773	12.5	21.745	18.9	21.776
8	6.3	21.811	12.5	21.722	18.9	21.787
9	6.3	21.797	12.5	21.597	18.9	21.767
10	6.3	21.848	12.5	21.637	18.9	21.747
Mean		21.75	Mean	21.67	Mean	21.83
C		0.218	C	0.217	C	0.218
SD		0.105	SD	0.109	SD	0.083
%RSD		0.481	%RSD	0.504	%RSD	0.381
Predicted Horwitz RSD		1.539	Predicted Horwitz RSD	1.539	Predicted Horwitz RSD	1.660
HORRAT		0.313	HORRAT	0.328	HORRAT	0.230

ตารางที่ 15 การตรวจสอบความเที่ยงแบบการทำซ้ำ (reproducibility precision) ในผลิตภัณฑ์
วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorpyrifos

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.5 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	31.2	39.24	62.4	39.28	93.7	40.10
2	31.1	39.19	62.6	40.03	93.3	39.07
3	31.2	39.49	62.6	39.17	93.4	39.15
4	31.2	39.58	63.0	39.40	93.6	39.65
5	31.2	39.17	62.6	39.54	93.6	39.60
6	31.1	39.02	62.9	39.27	93.2	39.21
7	31.1	39.25	61.9	39.19	93.6	39.09
8	31.1	39.37	62.9	39.85	93.0	39.05
9	31.3	39.23	62.7	39.32	93.7	39.33
10	31.2	39.36	62.8	39.22	93.7	39.36
Mean		39.29	Mean	39.43	Mean	39.36
C		0.393	C	0.394	C	0.394
SD		0.173	SD	0.294	SD	0.334
%RSD		0.440	%RSD	0.745	%RSD	0.849
Predicted Horwitz RSD		2.203	Predicted Horwitz RSD	2.202	Predicted Horwitz RSD	2.301
HORRAT		0.200	HORRAT	0.338	HORRAT	0.369

ตารางที่ 16 การตรวจสอบความเที่ยงแบบการทำซ้ำ (reproducibility precision) ในผลิตภัณฑ์
 วัตถุอันตรายทางการเกษตร cypermethrin

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.5 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	35.6	35.81	70.6	35.86	107.1	35.88
2	35.0	35.59	71.3	35.60	106.9	36.07
3	35.0	35.69	71.0	35.98	107.9	35.58
4	35.4	35.60	70.7	35.64	107.4	35.78
5	35.4	35.55	71.8	35.79	108.2	35.82
6	35.5	35.75	71.5	35.45	108.3	35.77
7	35.3	35.87	71.5	35.55	107.1	35.53
8	35.0	35.76	71.4	35.23	107.6	35.48
9	35.5	35.32	72.0	35.59	106.9	35.39
10	35.2	36.03	71.5	35.22	107.8	35.12
Mean		35.70	Mean	35.59	Mean	35.64
C		0.357	C	0.356	C	0.356
SD		0.167	SD	0.247	SD	0.277
%RSD		0.467	%RSD	0.694	%RSD	0.778
Predicted Horwitz RSD		2.224	Predicted Horwitz RSD	2.224	Predicted Horwitz RSD	2.336
HORRAT		0.210	HORRAT	0.312	HORRAT	0.333

ตารางที่ 17 การตรวจสอบความเที่ยงแบบการทำซ้ำ (reproducibility precision) ในผลิตภัณฑ์
วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbaryl

day	ความเข้มข้น 0.2 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.6 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	5.8	84.087	17.4	85.19	29.3	85.097
2	5.8	84.319	17.4	84.32	29.1	85.087
3	5.9	85.396	17.7	84.55	29.2	85.155
4	5.7	85.491	17.7	84.34	29.0	84.662
5	5.7	85.201	17.7	84.62	29.3	85.045
6	5.8	85.541	17.4	84.59	29.3	84.556
7	5.9	84.427	17.3	85.06	29.3	84.293
8	5.8	84.952	17.4	84.51	29.2	85.759
9	5.8	85.006	17.4	84.77	29.2	84.477
10	5.9	84.384	17.3	85.46	29.1	84.268
Mean		84.88	Mean	84.74	Mean	84.84
C		0.849	C	0.847	C	0.848
SD		0.539	SD	0.377	SD	0.469
%RSD		0.635	%RSD	0.445	%RSD	0.553
Predicted Horwitz RSD		2.036	Predicted Horwitz RSD	2.036	Predicted Horwitz RSD	2.050
HORRAT		0.312	HORRAT	0.218	HORRAT	0.270

ตารางที่ 18 การตรวจสอบความเที่ยงแบบการทำซ้ำ (reproducibility precision) ในผลิตภัณฑ์
 วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbosulfan

day	ความเข้มข้น 0.05 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.1 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.15 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	6.4	21.694	12.4	21.891	18.7	21.437
2	6.3	21.744	12.5	21.556	18.6	21.563
3	6.3	21.660	12.4	21.850	18.7	21.857
4	6.4	21.814	12.5	21.802	18.9	21.691
5	6.3	21.499	12.5	21.733	18.7	21.914
6	6.3	21.790	12.4	21.816	18.6	21.576
7	6.4	21.773	12.5	21.745	18.9	21.776
8	6.4	21.421	12.5	21.798	18.8	21.787
9	6.4	21.797	12.6	21.597	18.9	21.767
10	6.3	21.398	12.5	21.637	18.7	21.779
Mean		21.66	Mean	21.74	Mean	21.71
C		0.217	C	0.217	C	0.217
SD		0.140	SD	0.112	SD	0.147
%RSD		0.646	%RSD	0.514	%RSD	0.679
Predicted Horwitz RSD		2.332	Predicted Horwitz RSD	2.331	Predicted Horwitz RSD	2.517
HORRAT		0.277	HORRAT	0.221	HORRAT	0.270

ตารางที่ 19 การตรวจสอบ robustness/ruggedness ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorpyrifos ด้วยการเปลี่ยนผู้ทดสอบ

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.5 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.5 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	31.60	38.205	61.8	39.602	93.6	39.327
2	30.40	40.364	61.6	39.254	93.7	39.387
3	30.20	39.254	61.5	39.354	93.5	39.291
4	30.80	38.721	61.6	38.592	92.9	39.268
5	30.90	39.394	61.6	39.478	93.6	39.056
6	31.20	39.441	61.5	38.971	93.6	39.413
7	31.60	40.176	61.7	39.240	93.2	39.032
8	30.30	38.587	62.6	39.640	93.4	39.147
9	30.30	39.411	63.3	39.857	93.0	39.066
10	31.20	38.078	62.9	38.980	92.8	39.406
Mean		39.16	Mean	39.30	Mean	39.24
C		0.392	C	0.393	C	0.392
SD		0.767	SD	0.375	SD	0.151
%RSD		1.958	%RSD	0.955	%RSD	0.385
Predicted Horwitz RSD		1.454	Predicted Horwitz RSD	1.454	Predicted Horwitz RSD	1.520
HORRAT		1.346	HORRAT	0.657	HORRAT	0.253

ตารางที่ 20 การตรวจสอบ robustness/ruggedness ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorpyrifos ด้วยการเปลี่ยน column จาก HP-5 เป็น HP-1

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.5 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.5 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	31.3	38.993	61.5	39.500	93.8	39.240
2	31.2	38.651	61.5	39.098	93.8	39.218
3	31.6	38.565	62.9	38.999	93.8	39.116
4	31.4	38.460	61.6	39.540	93.6	39.102
5	31.2	38.817	61.8	39.267	93.2	39.292
6	30.5	38.435	61.6	39.592	93.2	39.004
7	30.9	38.117	61.5	39.479	93.8	39.107
8	31.6	40.315	62.6	38.715	93.5	39.118
9	32.8	38.719	61.6	39.466	93.4	39.092
10	31.6	37.986	61.5	39.511	93.7	39.504
Mean		38.71	Mean	39.32	Mean	39.18
C		0.387	C	0.393	C	0.392
SD		0.642	SD	0.290	SD	0.142
%RSD		1.658	%RSD	0.739	%RSD	0.361
Predicted Horwitz RSD		1.456	Predicted Horwitz RSD	1.454	Predicted Horwitz RSD	1.520
HORRAT		1.139	HORRAT	0.508	HORRAT	0.238

ตารางที่ 21 การตรวจสอบ robustness/ruggedness ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร cypermethrin ด้วยการเปลี่ยนผู้ทดสอบ

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.5 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.5 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	35.2	35.490	71.2	35.901	107.4	35.911
2	35.4	35.361	70.8	35.827	107.0	36.159
3	35.2	35.862	71.7	35.199	108.0	36.075
4	35.0	35.163	70.6	35.857	107.5	35.915
5	35.6	35.811	71.4	35.650	106.7	35.969
6	35.5	35.214	71.2	35.650	107.9	35.669
7	35.1	35.926	71.3	35.692	107.5	36.137
8	35.1	35.526	71.3	36.161	108.0	35.477
9	35.7	35.012	70.4	35.813	106.9	35.602
10	35.4	35.621	71	36.005	107.2	35.971
Mean		35.50	Mean	35.78	Mean	35.89
C		0.355	C	0.358	C	0.359
SD		0.312	SD	0.258	SD	0.232
%RSD		0.879	%RSD	0.721	%RSD	0.646
Predicted Horwitz RSD		1.468	Predicted Horwitz RSD	1.467	Predicted Horwitz RSD	1.540
HORRAT		0.599	HORRAT	0.491	HORRAT	0.419

ตารางที่ 22 การตรวจสอบ robustness/ruggedness ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร cypermethrin ด้วยการเปลี่ยน column จาก HP-5 เป็น HP-1

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.5 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.5 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	35.5	35.557	71.5	35.805	107.6	35.841
2	35.2	35.803	71.4	36.065	107.1	36.104
3	35.4	35.810	71.3	35.465	107.1	35.940
4	35.6	36.211	71.7	36.305	107.2	36.324
5	35.5	36.351	71.3	35.569	106.9	35.934
6	35.1	36.271	71.2	35.066	107.1	35.175
7	35.2	35.374	71.4	35.510	107.2	35.396
8	35.5	35.906	71.4	35.518	107.4	36.297
9	35.2	35.942	71.3	36.158	107.4	35.916
10	35.2	35.158	71.3	35.755	107.5	36.020
Mean		35.84	Mean	35.72	Mean	35.89
C		0.358	C	0.357	C	0.359
SD		0.389	SD	0.397	SD	0.362
%RSD		1.086	%RSD	1.111	%RSD	1.008
Predicted Horwitz RSD		1.467	Predicted Horwitz RSD	1.468	Predicted Horwitz RSD	1.540
HORRAT		0.740	HORRAT	0.757	HORRAT	0.655

ตารางที่ 23 การตรวจสอบ robustness/ruggedness ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbaryl ด้วยการเปลี่ยนผู้ทดสอบ

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.2 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.6 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	5.9	85.373	17.4	84.679	29.1	84.934
2	5.9	85.176	17.4	84.612	29.1	84.264
3	5.8	85.195	17.8	85.108	29.6	85.076
4	5.9	85.281	17.8	84.759	29.4	84.691
5	5.9	85.087	17.8	84.571	29.2	84.770
6	5.8	85.156	17.7	84.262	29.4	84.585
7	5.8	85.050	17.7	84.334	29.1	84.276
8	5.9	84.990	17.7	84.184	29.4	84.639
9	5.9	85.027	17.4	84.169	29.2	84.705
10	5.9	84.942	17.3	85.249	29.3	84.495
Mean		85.13	Mean	84.59	Mean	84.64
C		0.851	C	0.846	C	0.846
SD		0.134	SD	0.373	SD	0.258
%RSD		0.158	%RSD	0.441	%RSD	0.305
Predicted Horwitz RSD		1.343	Predicted Horwitz RSD	1.344	Predicted Horwitz RSD	1.354
HORRAT		0.118	HORRAT	0.328	HORRAT	0.225

ตารางที่ 24 การตรวจสอบ robustness/ruggedness ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbaryl ด้วยการเปลี่ยนอัตราส่วนของ mobile phase

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.2 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.6 (mg/ml)		ความเข้มข้น 1.0 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	5.9	84.373	17.4	84.679	29.2	84.934
2	5.9	84.676	17.4	84.612	29.2	85.264
3	5.8	85.195	17.8	85.338	29.4	85.076
4	5.9	84.281	17.7	84.759	29.4	84.691
5	5.9	85.087	17.8	84.471	29.2	84.970
6	5.8	85.156	17.7	84.962	29.4	84.585
7	5.8	85.050	17.7	84.334	29.1	85.276
8	5.9	84.490	17.6	84.184	29.4	84.469
9	5.9	85.027	17.4	84.549	29.2	84.705
10	5.9	84.642	17.5	85.649	29.3	84.715
Mean		84.798	Mean	84.754	Mean	84.868
C		0.848	C	0.848	C	0.849
SD		0.344	SD	0.343	SD	0.279
%RSD		0.406	%RSD	0.405	%RSD	0.329
Predicted Horwitz RSD		1.344	Predicted Horwitz RSD	1.344	Predicted Horwitz RSD	1.353
HORRAT		0.302	HORRAT	0.302	HORRAT	0.243

ตารางที่ 25 การตรวจสอบ robustness/ruggedness ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbosulfan ด้วยการเปลี่ยนผู้ทดสอบ

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.05 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.1 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.15 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	6.3	21.803	12.5	21.531	18.9	21.775
2	6.3	22.048	12.5	21.616	18.6	21.399
3	6.3	21.913	12.5	21.633	18.6	21.425
4	6.3	21.878	12.5	21.559	18.6	21.355
5	6.3	21.827	12.5	21.620	18.6	21.405
6	6.3	21.826	12.5	21.464	18.9	21.845
7	6.3	21.787	12.6	21.557	18.9	21.767
8	6.3	21.957	12.6	21.574	18.9	21.763
9	6.3	21.864	12.6	21.571	18.9	21.733
10	6.3	21.839	12.6	21.631	18.9	21.777
Mean		21.87	Mean	21.58	Mean	21.62
C		0.219	C	0.216	C	0.216
SD		0.080	SD	0.053	SD	0.199
%RSD		0.364	%RSD	0.244	%RSD	0.922
Predicted Horwitz RSD		1.538	Predicted Horwitz RSD	1.540	Predicted Horwitz RSD	1.662
HORRAT		0.237	HORRAT	0.158	HORRAT	0.555

ตารางที่ 26 การตรวจสอบ robustness/ruggedness ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร carbosulfan ด้วยการเปลี่ยนอัตราส่วนของ mobile phase

ซ้ำที่	ความเข้มข้น 0.05 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.1 (mg/ml)		ความเข้มข้น 0.15 (mg/ml)	
	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ	น้ำหนัก (mg)	% ที่ตรวจพบ
1	6.3	21.833	12.4	21.831	18.9	21.885
2	6.2	21.648	12.5	21.616	18.6	21.719
3	6.3	21.553	12.5	21.633	18.6	21.425
4	6.2	21.878	12.6	21.779	18.6	21.675
5	6.3	21.827	12.5	21.620	18.6	21.405
6	6.3	21.826	12.5	21.464	18.9	21.845
7	6.3	21.787	12.6	21.557	18.9	21.767
8	6.4	21.487	12.6	21.874	18.9	21.763
9	6.3	21.864	12.5	21.591	18.9	21.762
10	6.2	21.839	12.6	21.612	18.9	21.707
Mean		21.754	Mean	21.658	Mean	21.695
C		0.218	C	0.217	C	0.217
SD		0.140	SD	0.136	SD	0.160
%RSD		0.642	%RSD	0.627	%RSD	0.739
Predicted Horwitz RSD		1.539	Predicted Horwitz RSD	1.539	Predicted Horwitz RSD	1.661
HORRAT		0.417	HORRAT	0.407	HORRAT	0.445