

รายงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

1. **แผนงานวิจัย** วิจัยและพัฒนากระบวนการตรวจวิเคราะห์ปัจจัยการผลิตทางการเกษตรตามมาตรฐานสากล

2. **โครงการวิจัย** วิจัยและพัฒนากระบวนการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร

กิจกรรมที่ 1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร

กิจกรรมย่อย -

3. **ชื่อการทดลอง(ภาษาไทย)** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์

การทดลองที่ 1.9

กลุ่มสารกำจัดแมลงในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของ
ห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออก

- สารออกฤทธิ์ chlorpyrifos

- สารออกฤทธิ์ cypermethrin

- สารออกฤทธิ์ deltamethrin

- สารออกฤทธิ์ carbaryl

ชื่อการทดลอง(ภาษาอังกฤษ) Method Validation of Active Ingredient in Pesticide product of
Laboratory in Eastern region

- chlorpyrifos

- cypermethrin

- deltamethrin

- carbaryl

4. **คณะผู้ดำเนินงาน**

หัวหน้าการทดลอง นางสาวประไพ หงษา สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 6

ผู้ร่วมงาน นางสาวดาวนภา ช่องวารินทร์ สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 6

นางเกษสิริ ฉันทพิริยะพูน สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 6

5. **บทคัดย่อ**

กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 6 ดำเนินการ
ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ
carbaryl ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันและกำจัดแมลง วิธีนี้ให้ผลการวิเคราะห์ช่วงของการวัด (rang) และช่วงที่
เป็นเส้นตรง (linearity) ในช่วงความเข้มข้น 0.25-2.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร chlorpyrifos cypermethrin

deltamethrin และ carbaryl ให้ค่า correlation of determination (R^2) เท่ากับ 0.999, 0.996, 0.995 และ 0.997 ตามลำดับ เกณฑ์การยอมรับ AOAC ค่า $R^2 \geq 0.995$ การตรวจสอบความแม่นยำ (accuracy) พิจารณาจาก % recovery ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร chlorpyrifos ได้ค่า % recovery เท่ากับ 99.3, 100.7 และ 100.1 ตามลำดับ cypermethrin 101.8, 102.0 และ 99.6 ตามลำดับ deltamethrin 99.5, 100.0 และ 98.4 ตามลำดับ และ carbaryl ได้ค่า % recovery เท่ากับ 101.8, 102.0 และ 99.6 ตามลำดับ เกณฑ์การยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98-102 ค่าความเที่ยง (precision) ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร chlorpyrifos ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.379, 0.621 และ 0.877 ตามลำดับ cypermethrin ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.392, 0.707 และ 0.532 ตามลำดับ deltamethrin ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.355, 1.145 และ 1.094 ตามลำดับ และ carbaryl ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.524, 0.610 และ 0.517 ตามลำดับ ตรวจสอบความค่าความแข็งของวิธี Robustness ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร chlorpyrifos ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.419, 0.640 และ 0.687 ตามลำดับ cypermethrin ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.970, 1.514 และ 0.618 ตามลำดับ deltamethrin ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.643, 0.804 และ 1.059 ตามลำดับ และ carbaryl ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.557, 0.641 และ 0.563 ตามลำดับ และตรวจสอบความค่าความแข็งของวิธี Ruggedness ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร chlorpyrifos ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.490, 0.563 และ 0.414 ตามลำดับ cypermethrin ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.200, 1.218 และ 0.764 ตามลำดับ deltamethrin ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.612, 0.684 และ 1.019 ตามลำดับ และ carbaryl ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.830, 0.437 และ 0.832 ตามลำดับ ซึ่งเกณฑ์การยอมรับ AOAC ค่า HORRAT ≤ 2 และค่าไม่แน่นอนในการวัด chlorpyrifos 40 ± 0.36 W/V% cypermethrin 35 ± 0.76 W/V% deltamethrin 3 ± 0.06 W/V% และ carbaryl 3 ± 0.06 W/V% ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% จากการประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์การยอมรับได้ สามารถนำวิธีนี้ไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานการวิเคราะห์ ยอมรับได้ในระดับสากล นำไปใช้ในการบังคับคดีทางกฎหมายได้ และใช้ยื่นขอขยายขอบข่ายการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC 17025:2005

6. คำนำ

การวิเคราะห์ chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl มีวิธีทดสอบที่เป็นมาตรฐานระดับนานาชาติ ได้แก่ Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited: CIPAC หรือ CIPAC Handbook แต่เนื่องจากวิธีมาตรฐานบางวิธียังคงใช้เทคนิคการวิเคราะห์ที่ใช้ไม่เหมาะสมกับภาวะปัจจุบันจึงต้องมีการทดสอบก่อนว่าวิธีนั้นสามารถใช้ได้อย่างถูกต้องตามวัตถุประสงค์

เหมาะสมกับเทคนิคและเครื่องมือที่มีอยู่ การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method validation) จึงเป็นกระบวนการที่ตรวจพิสูจน์ทราบที่เกิดขึ้นภายหลังการพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ ปรับปรุง หรือดัดแปลงให้เหมาะสมและเป็นส่วนหนึ่งของข้อกำหนด ISO/IEC 17025:2005 เพื่อตอบสนองต่อการดำเนินการทดสอบเพื่อให้เป็นไปตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 เพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าเชื่อถือเป็นมาตรฐานสากลต่อไป

7. วิธีดำเนินการและอุปกรณ์

- เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

1.1 เครื่อง Gas-Liquid Chromatograph (GC) Agilent7890 ชนิด Flame Ionization Detector (FID)

1.2 Capillary column HP-5, 5% Phenyl Methyl Siloxane, length 30 m x 0.32 mm (id) x 0.25 µm film thickness หรือเทียบเท่า

1.3 เครื่อง High Performance Liquid Chromatography (HPLC) รุ่น 1100

1.4 Column type: Poroshell 120 EC-C18 2.1x100 mm, 2.7 µm

1.3 เครื่องชั่งทศนิยม 4 หรือ 5 ตำแหน่ง (± 0.1 mg)

1.4 Ultrasonic bath

1.5 Volumetric flask ขนาด 10, 25, 50, 100, 500, 1000 ml ที่ผ่านการสอบเทียบ

1.7 ปีเปต ชนิด ขนาด 1, 2.5 และ 10 ml

1.8 สารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl ความบริสุทธิ์ตามที่ระบุไว้ในหนังสือรับรอง (certificate หรือ certificate of analysis) ทั้งนี้ไม่ควรน้อยกว่า 90%

1.9 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ของ chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin สูตร EC และ carbaryl สูตร WP

1.10 อะซิโตน (acetone) เกรด Ultra RESI-Analyzed (URA)

1.11 Acetonitrile เกรด HPLC

- ขั้นตอนการปฏิบัติงาน

1. การปรับตั้งสถานะเครื่องมือ และความพร้อมของเครื่องมือ และสารมาตรฐาน

1.1 การปรับตั้งสถานะเครื่องมือ ดังนี้

- Chlorpyrifos cypermethrin และ deltamethrin เครื่องมือวิเคราะห์ GC-FID ดังนี้

- Carbaryl เครื่องมือวิเคราะห์ HPLC

เครื่อง GC-FID

สารออกฤทธิ์	Capillary Column	Oven Temp. ° C	Injector Temp. ° C	Detector Temp. ° C	Carrier gas (He) ml/min	Gas detector			Injector Vol. µl	Flow rate (ml/min)	Run time (min)
						H ₂ ml/min	Air ml/min	Make up ml/min			
Chlorpyrifos	Capillary Column : HP-5, 5% Phenyl Methyl Siloxane (0°C-325°C)	240	250	250	2.0	40	450	43.7	1	2.0	5
Cypermethrin	length 30 m x 0.32 mm (id) x 0.25 µm	60°C(1min),20°C/min-220°C(2min),10°C/min-250°C(1min)	250	250	2.0	40	450	43.7	1	2.5	16.33
Deltamethrin		280	250	250	2.0	40	450	43.7	1	2.7	10

เครื่อง HPLC

สารออกฤทธิ์	Column	Temperature	Flow rate	Mobile phase	Detecture	Injection volume	Run time
Carbaryl	Poroshell 120 EC-C18 2.7µm 2.1x110 mm	40 ° C	0.350 ml/min	acetonitrile:water (18:82)	UV detector 280 nm	1 µ	25 min

1.2 การตรวจสอบความพร้อมของเครื่องมือ

1.2.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

ซึ่งสารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin และ deltamethrin ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ (C1,C2) ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนประมาณ ให้มีความเข้มข้น 1 mg/ml ใส่ใน volumetric flask ขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย acetone จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

ซึ่งสารมาตรฐาน carbaryl 2 ซ้ำ (C1,C2) ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนประมาณ ให้มีความเข้มข้น 1 mg/ml ใส่ใน volumetric flask ขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetonitril ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย acetonitril จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

1.2.2 เมื่อปรับสถานะของเครื่อง เรียบร้อยแล้ว และรอจนกระทั่ง base line เรียบ ทดสอบฉีดสารละลายมาตรฐาน (C1) เข้าเครื่องหลายๆซ้ำ จนได้ค่าพื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงของพีค แตกต่างจากค่าเฉลี่ยของการฉีดติดต่อกัน 3 ครั้ง ไม่เกิน ± 1

1.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของสารมาตรฐาน

หลังจากฉีดสารละลายมาตรฐานทั้ง 2 ความเข้มข้น (C₁,C₂) แล้วคำนวณค่า %RPD (Relative Percent Difference) ของ response factor ของสารละลายมาตรฐานทั้ง 2 ค่า ซึ่งต้องได้ค่า%RPD แตกต่างกันไม่เกิน 3 % โดยคำนวณค่า %RPD ดังนี้

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

1.4 การคำนวณค่า response factor (f) ของสารมาตรฐาน จากสูตร

$$f = \frac{S \times P}{H_s \times V_s}$$

โดยที่ f	=	Response factor
H _s	=	พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของสารมาตรฐานในสารละลายมาตรฐาน
S	=	น้ำหนักของ chlorpyrifos ในสารละลายมาตรฐาน
P	=	เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของสารมาตรฐาน
V _s	=	ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน (มิลลิลิตร)

1.5 การคำนวณค่าปริมาณสารออกฤทธิ์

$$\text{ปริมาณสารออกฤทธิ์} = \frac{H_w \times f \times D_w \times SG}{W \times D_s}$$

โดยที่	S	=	น้ำหนักของสารมาตรฐานในสารละลายมาตรฐาน
	P	=	เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของสารมาตรฐาน
	Hs	=	พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของสารมาตรฐานในสารละลายมาตรฐาน
	w	=	น้ำหนักของสารตัวอย่าง
	Hw	=	พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของสารตัวอย่างในสารละลายตัวอย่าง
	Dw	=	ความเจือจางของตัวอย่าง
	Ds	=	ความเจือจางของสารมาตรฐาน
	SG	=	ค่าความถ่วงจำเพาะ(ถ.พ.)

2. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ chlorpyrifos

2.1 การตรวจสอบหาช่วงการวัดที่เหมาะสม

2.1.1 ค่า Range

2.1.1.1 ซั่งสารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin และ detamethrin ที่ทราบเปอร์เซ็นต์แน่นอน 9 ความเข้มข้น ให้มีความเข้มข้นๆละ 1 ซ้ำ โดยซั่งน้ำหนักให้มีปริมาณ chlorpyrifos cypermethrin และ detamethrin ครอบคลุมช่วงที่ใช้งาน ได้แก่ 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200 และ 250 มิลลิกรัม ใส่ในขวด volumetric flask ขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath ประมาณ 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย acetone เขย่าให้เข้ากัน จะได้ความเข้มข้นครอบคลุมความเข้มข้นช่วงที่สามารถวิเคราะห์ 9 ความเข้มข้น คือ 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.25, 1.50, 1.75, 2.00 และ 2.50 มิลลิกรัมต่อ มิลลิลิตรและแบ่งใส่ขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตรนำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง GC-FID

ซั่งสารมาตรฐาน carbaryl ที่ทราบเปอร์เซ็นต์แน่นอน 9 ความเข้มข้น ให้มีความเข้มข้นๆละ 1 ซ้ำ โดยซั่งน้ำหนักให้มีปริมาณ carbaryl ครอบคลุมช่วงที่ใช้งาน ได้แก่ 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200 และ 250 มิลลิกรัม ใส่ในขวด volumetric flask ขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetonitrile ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath ประมาณ 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย acetonitrile เขย่าให้เข้ากัน จะได้ความเข้มข้นครอบคลุมความเข้มข้นช่วงที่

สามารถวิเคราะห์ 9 ความเข้มข้น คือ 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.25, 1.50, 1.75, 2.00 และ 2.50 มิลลิกรัมต่อ มิลลิลิตรและแบ่งใส่ขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตรนำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง HPLC

2.1.1.2 ฉีดสารละลายเรียงลำดับจากความเข้มข้นน้อยไปมาก

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

2.1.1.4 พิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง

2.1.2 การพิสูจน์ค่า Rang และ ค่า Linearity

2.1.2.1 นำค่าที่ได้จากข้อ 3.1 พิสูจน์ค่าความเป็นเส้นตรง (Linearity) โดยทำการวิเคราะห์ซ้ำ ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ

2.1.2.2 ฉีดสารละลายเรียงลำดับจากความเข้มข้นน้อยไปมาก

2.1.2.3 นำค่าเฉลี่ยที่ได้ วาดกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย (แกน X) กับค่า response (แกน Y)

2.1.2.4 พิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรงคำนวณค่าความเป็นเส้นตรงด้วยค่า correlation of determination (R^2) โดเมนเกณฑ์การยอมรับตาม AOAC ต้องมีค่า $R^2 \geq 0.995$

2.2 การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy)

2.2.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ทราบความบริสุทธิ์แน่นอน เพื่อทำ standard calibration curve

2.2.1.1 เตรียม stock ของสารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin และ detamethrin ให้มีความเข้มข้นที่แน่นอนประมาณ 5.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยชั่งสารมาตรฐานที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอน ใส่ลงในปิ๊กเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone ที่เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน เทผ่านกรวยกรองสู่ขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตรกลั้วด้วย acetone จนหลายๆครั้ง เขย่าให้เข้ากันด้วยเครื่อง ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย acetone เขย่าให้เข้ากัน

เตรียม stock ของสารมาตรฐาน carbaryl ให้มีความเข้มข้นที่แน่นอนประมาณ 5.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยชั่งสารมาตรฐานที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอน ใส่ลงในปิ๊กเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetonitrile ที่เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน เทผ่านกรวยกรองสู่ขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตรกลั้วด้วย acetonitrile จนหลายๆครั้ง เขย่าให้เข้ากันด้วยเครื่อง ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย acetonitrile เขย่าให้เข้ากัน

2.2.1.2 ปิ่เปตสารละลาย stock สารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin และ detamethrin จากข้อ 2.2.1.1 ปริมาตร 3,5 และ 8 มิลลิลิตร ใส่ในขวด volumetric flask ขนาด 25 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย acetone เขย่าให้เข้ากัน จะได้ความเข้มข้น คือ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อ

มิลลิลิตร ตามลำดับ แบ่งใส่ขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง GC-FID โดยเรียงลำดับตามความเข้มข้น

ปิเปตสารละลาย stock สารมาตรฐาน carbaryl จากข้อ 2.2.1.1 ปริมาตร 3,5 และ 8 มิลลิลิตร ใส่ในขวด volumetric flask ขนาด 25 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย acetonitrile เขย่าให้เข้ากัน จะได้ความเข้มข้น คือ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ตามลำดับ แบ่งใส่ขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง HPLC โดยเรียงลำดับตามความเข้มข้น

2.2.2 การเตรียมสารละลาย stock sample โดยชั่งตัวอย่างผลิตภัณฑ์ chlorpyrifos cypermethrin และ deltamethrin ให้มีความเข้มข้นที่แน่นอนประมาณ 1.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ใส่ลงในปิเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone ที่เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน เทผ่านกรวยกรองสู่ขวดวัดปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร กลั้วด้วย acetone จนหลายๆครั้ง เขย่าให้เข้ากันด้วยเครื่อง ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย acetone เขย่าให้เข้ากัน

การเตรียมสารละลาย stock sample โดยชั่งตัวอย่างผลิตภัณฑ์ carbaryl ให้มีความเข้มข้นที่แน่นอนประมาณ 1.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ใส่ลงในปิเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetonitrile ที่เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน เทผ่านกรวยกรองสู่ขวดวัดปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร กลั้วด้วย acetonitrile จนหลายๆครั้ง เขย่าให้เข้ากันด้วยเครื่อง ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วย acetonitrile เขย่าให้เข้ากัน

2.2.3 การเตรียมสารละลาย original sample

ปิเปตสารละลาย stock sample chlorpyrifos cypermethrin และ deltamethrin จากข้อ 2.2.2 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร จำนวน 10 ขวด ปรับปริมาตรด้วย acetone เขย่าให้เข้ากัน และแบ่งใส่ขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง GC-FID จะได้ค่า O:Original

ปิเปตสารละลาย stock sample carbaryl จากข้อ 2.2.2 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร จำนวน 10 ขวด ปรับปริมาตรด้วย acetonitrile เขย่าให้เข้ากัน และแบ่งใส่ขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง GC-FID จะได้ค่า O:Original

2.2.4 การเตรียมสารละลายเพื่อหาค่า spike

ปิเปตสารละลาย stock sample chlorpyrifos cypermethrin และ deltamethrin จากข้อ 2.2.1.2 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร จำนวน 30 ขวด จากนั้นปิเปตสารละลาย stock ของสารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin และ deltamethrin จากข้อ 2.2.1.1 ปริมาตร 3, 5 และ 8 มิลลิลิตร ตามลำดับ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ความเข้มข้นละ 10 ขวด ปรับปริมาตรด้วย acetone เขย่าให้เข้ากัน และแบ่งใส่ขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง GC-FID ได้ค่า F

ปิเปตสารละลาย stock sample carbaryl จากข้อ 2.2.1.2 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร จำนวน 30 ขวด จากนั้น ปิเปตสารละลาย stock ของสารมาตรฐาน carbaryl จากข้อ 2.2.1.1 ปริมาตร 3 ,5 และ 8 มิลลิลิตร ตามลำดับ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำปรับปริมาตรด้วย acetonitrile เขย่าให้เข้ากัน และแบ่งใส่ขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง HPLC ได้ค่า F

2.2.5 การประเมินค่า accuracy จาก % recovery

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

เมื่อ

F คือ ปริมาณสารในสารละลาย spike sample, mg/25ml

O คือ ปริมาณสารในสารละลาย original sample, mg/25ml

C คือ ปริมาณ added sample ,mg

ค่าความแม่นยำ (Accuracy) ต้องได้ % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 % ตามเกณฑ์มาตรฐาน AOAC 1993

2.3 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

2.3.1 ชั่งสารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin และ deltamethrin 2 ซ้ำ (C₁, C₂) ใส่ในไห้ได้น้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 25 มิลลิกรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml ละลายด้วย acetone ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องปรับปริมาตรด้วย acetone จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

ชั่งสารมาตรฐาน carbaryl 2 ซ้ำ (C₁, C₂) ใส่ในไห้ได้น้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 25 มิลลิกรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml ละลายด้วย acetonitrile ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องปรับปริมาตรด้วย acetonitrile จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

2.3.2 การเตรียมสารตัวอย่างในผลิตภัณฑ์

ชั่งสาร chlopyrifos cypermethrin และ deltamethrin ที่ทราบเปอร์เซ็นต์แน่นอนที่ระดับความเข้มข้น จำนวน 3 ความเข้มข้นๆละ 10 ซ้ำ (± 5.0 มิลลิกรัม) ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องปรับปริมาตรด้วย acetone จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีความเข้มข้น 0.5 , 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

ซังสาร carbaryl ที่ทราบเปอร์เซ็นต์แน่นอนที่ระดับความเข้มข้น จำนวน 3 ความเข้มข้นๆ ละ 10 ซ้ำ (± 5.0 มิลลิกรัม) ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetonitrile ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องปรับ ปริมาตรด้วย acetonitrile จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีความเข้มข้น 0.5 , 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

2.3.3 นีตสารละลาย chlopyrifos cypermethrin และ deltamethrin จากข้อ 2.3.1 และ ตัวอย่าง จากข้อ 2.3.2 เข้าเครื่อง GC-FID และ carbaryl เข้าเครื่อง HPLC

2.3.4 คำนวณค่าเปอร์เซ็นต์ ในสารละลายตัวอย่าง หาค่าเฉลี่ย (\bar{X}) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, SD) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative standard deviation :RSD)

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{X}} \times 100$$

2.3.5 การคำนวณค่าความเที่ยงด้วยการประเมินค่า HORRAT ตามสูตร ดังนี้

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

เมื่อ

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

$$C = \text{Concentration ratio}$$

2.3.6 เกณฑ์การยอมรับ HORRAT ≤ 2 : (AOAC,1993)

2.4 การตรวจความคงทนของวิธี Robustness

2.4.1 ทำการเปลี่ยนการวิเคราะห์ภายใต้สภาวะเงื่อนไขอีกสภาวะหนึ่ง ดังนี้

เครื่อง GC-FID

สารออกฤทธิ์	Capillary Column	Oven Temp. °C	Injector Temp. °C	Detector Temp. °C	Carrier gas (He) ml/min	Gas detector			Injector Vol. µl	Flow rate (ml/min)	Run time (min)
						H ₂ ml/min	Air ml/min	Make up ml/min			
Chlorpyrifos	Capillary Column : HP-5, 5% Phenyl Methyl Siloxane (0°C-325°C) length 30 m x 0.32 mm (id) x 0.25 µm	60°C (1min), 60°C/min, 200°C (1min), 20°C/min-220°C (3min)	250	250	2.0	40	450	43.7	1	2.0	5
Cypermethrin		60°C(1min), 60°C/min-200°C (2min), 20°C/min-220°C(2min) 10°C/min-250°C(32min)	250	250	2.0	40	450	43.7	1	2.5	16.33
Deltamethrin		60°C(1min), 20°C/min-250°C (1min), 10°C/min-220°C(2min)	250	250	2.0	40	450	43.7	1	2.7	16.5

เครื่อง HPLC

สารออกฤทธิ์	Column	Temperature	Flow rate	Mobile phase	Detecture	Injection volume	Run time
Carbaryl	Poroshell 120 EC-C18 2.7µm 2.1x110 mm	40 °C	0.350 ml/min	methanol:water (18:82)	UV detector 280 nm	1 µ	5 min

2.4.2 ซั่งสารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin และ deltamethrin 2 ซ้ำ (C₁, C₂) ใส่ในให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 25 มิลลิกรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml ละลายด้วย acetone ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องปรับปริมาตรด้วย acetone จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

ซั่งสารมาตรฐาน carbaryl 2 ซ้ำ (C₁, C₂) ใส่ในให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 25 มิลลิกรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml ละลายด้วย acetonitrile ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องปรับปริมาตรด้วย acetonitrile จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

2.4.3 การเตรียมสารตัวอย่างในผลิตภัณฑ์

ซั่งสาร chlopyrifos cypermethrin และ deltamethrin ที่ทราบเปอร์เซ็นต์แน่นอนที่ระดับความเข้มข้น จำนวน 3 ความเข้มข้นๆละ 10 ซ้ำ (± 5.0 มิลลิกรัม) ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetone ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องปรับปริมาตรด้วย acetone จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีความเข้มข้น 0.5 , 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

ซั่งสาร carbaryl ที่ทราบเปอร์เซ็นต์แน่นอนที่ระดับความเข้มข้น จำนวน 3 ความเข้มข้นๆละ 10 ซ้ำ (± 5.0 มิลลิกรัม) ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ละลายด้วย acetonitrile ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันด้วย ultrasonic bath 15 นาที จากนั้นนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องปรับปริมาตรด้วย acetonitrile จนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีความเข้มข้น 0.5 , 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร แบ่งใส่ vial 2 มิลลิลิตร

2.4.4 ฉีดสารละลายมาตรฐาน chlopyrifos cypermethrin และ deltamethrin จากข้อ 2.4.2 และ ตัวอย่าง chlopyrifos cypermethrin และ deltamethrin จากข้อ 2.4.3 เข้าเครื่อง GC-FID และ carbaryl เข้าเครื่อง HPLC

2.4.5 คำนวณค่าเปอร์เซ็นต์ในสารละลายตัวอย่าง หาค่าเฉลี่ย (\bar{X}) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, SD) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative standard deviation: RSD)

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{X}} \times 100$$

2.4.6 การคำนวณค่าความเที่ยงด้วยการประเมินค่า HORRAT ตามสูตร ดังนี้

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

เมื่อ

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

C = Concentration ratio

2.3.6 เกณฑ์การยอมรับ HORRAT ≤ 2 : (AOAC,1993)

2.5. การตรวจสอบคงทนของวิธี Ruggedness

2.5.1 ทำการวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ภายใต้สภาวะเงื่อนไขเดิม ต่างวันต่างเวลา โดยปรับตั้งเครื่องมือตามข้อ 1.1 จากนั้นดำเนินการทำและประเมิน ตามข้อ 2.3

3. การประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบการหาปริมาณ chlorpyrifos

3.1 ขั้นตอนการหาค่าความไม่แน่นอน

- 3.1.1 เขียนขั้นตอนการวิเคราะห์
- 3.1.2 เขียนสูตร/สมการที่ให้ผลลัพธ์
- 3.1.3 หาแหล่งของความไม่แน่นอน ผังก้างปลา
- 3.1.4 หาความไม่แน่นอนมาตรฐาน(U_x)
- 3.1.5 หาความไม่แน่นอนมาตรฐานที่มาจากแหล่งอื่น
- 3.1.6 เปลี่ยนความไม่แน่นอนของแต่ละแหล่งให้อยู่ในรูป Relative Standard Uncertainty)
- 3.1.7 หาความไม่แน่นอนรวม(U_c)
- 3.1.8 หาความไม่แน่นอนขยาย(U_E)
- 3.1.9 รายงานผลการทดสอบ
- 3.1.10 จัดทำฮิสโตแกรม (Histogram) เพื่อเปรียบเทียบและตรวจสอบแหล่งความไม่แน่นอนในการวัดที่สำคัญ

3.2 แหล่งที่มาของความไม่แน่นอน

- 8.2.1 การเตรียมตัวอย่าง การชั่ง
- 8.2.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ การปรับปริมาตร วัสดุ เครื่องแก้วในห้องปฏิบัติการ
- 8.2.3 การเตรียมสารมาตรฐาน
- 8.2.4 สมการเส้นตรงของสารมาตรฐาน (calibration curve)
- 8.2.5 ความแม่นยำ(accuracy)ของวิธีทดสอบ
- 8.2.6 ความเที่ยงของวิธีทดสอบ(precision)

3.3 หลักการคิดความไม่แน่นอน

8.3.1 หาแหล่งความไม่แน่นอนในการวัดลงในตารางคำนวณความไม่แน่นอนในการวัด

8.3.2 หาความไม่แน่นอนมาตรฐาน(U_x)

$$U_x = \frac{U}{d}$$

U = ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน/ความไม่แน่นอนจากใบรับรองการสอบเทียบ

d = divisor ขึ้นอยู่กับลักษณะการกระจาย

ค่าความไม่แน่นอนที่มีการกระจาย แบบสี่เหลี่ยม (rectangular) ค่า $d = \sqrt{3}$ (ทั่วไป)

ค่าความไม่แน่นอนที่มีการกระจาย แบบสามเหลี่ยม (triangle) ค่า $d = \sqrt{6}$ (เครื่องแก้ว)

ค่าความไม่แน่นอนที่มีการกระจาย แบบปกติ (normal) ค่า $d = 2$ ระบุระดับความเชื่อมั่นที่

95 %

การหาค่าความไม่แน่นอนมาตรฐาน U_x จากแหล่งต่างๆ ดังนี้

1. การชั่งน้ำหนัก ความไม่แน่นอนประกอบด้วย

ก. ถ้าระบุความเชื่อมั่นที่ 95 %

$$U_x = \frac{U}{2}$$

ข. ถ้าไม่ระบุความเชื่อมั่น

$$U_x = \frac{U}{\sqrt{3}}$$

ค. การที่ใช้ Tare

$$U_x = 2 U_x$$

2. เครื่องแก้วที่เกี่ยวกับการตวงปริมาตร ประกอบด้วยค่าความไม่แน่นอนจาก

ก. การสอบเทียบเครื่องแก้ว

ถ้าระบุความเชื่อมั่นที่ 95 %

$$U_x = \frac{\alpha}{2}$$

ถ้าไม่ระบุความเชื่อมั่น

$$U_x = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

ข. การทำ Repeatability

$$U_x = \frac{SD}{\sqrt{n}}$$

เมื่อ n = จำนวนครั้งของการทดสอบ

ค. การเปลี่ยนแปลงปริมาตรตามอุณหภูมิ

อุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไปจากจุดสอบเทียบ = Δt

การขยายตัวตามปริมาตรของ Organic solvent = $1 \times 10^{-3} \text{ mL/}^\circ\text{C}$

ปริมาตรที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ = $1 \times 10^{-3} \times V \times \Delta t \text{ mL/}^\circ\text{C}$

3. การทดสอบซ้ำ (Reproducibility/Repeatability) $U_x = \frac{SD}{\sqrt{n}}$

4. การทำ Method Precision $U_x = \frac{SD}{\sqrt{n}}$

SD = ความเบี่ยงเบนมาตรฐานของการทำ Recovery อย่างน้อย 10 ซ้ำ

5. เครื่องมือวิเคราะห์ ถ้าไม่ได้ทำการสอบเทียบ ให้ใช้ค่า SD จากการทำ Reproducibility

$$U_x = \frac{SD}{\sqrt{n}}$$

เมื่อ n = จำนวนครั้งของการทดสอบ

6. การเตรียมสารมาตรฐาน ความไม่แน่นอนประกอบด้วย

ก. ความไม่แน่นอนจากการชั่ง

ข. ความไม่แน่นอนจากความบริสุทธิ์ของสาร

เช่น สารมีความบริสุทธิ์ = $99.99 \pm 0.01 \%$

หรือ = 0.9999 ± 0.0001

ดังนั้น
$$U_x = \frac{SD}{\sqrt{n}}$$

ค. ความไม่แน่นอนจากการตวงปริมาตรสารละลาย (เหมือนข้อ 2)

7. ความไม่แน่นอนจาก calibration curve

$$U_{co} = \frac{S}{B1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_o - C_j)^2}{S_{xx}}}$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n [A_j - (B_0 + B_1(C_j))]^2}{(n-2)}}$$

S = residue standard deviation

$$S_{xx} = \sum (C_j - \bar{C}_j)^2$$

B1 = Slope ของกราฟมาตรฐาน จากสมการ $A_j = C_j B_1 + B_0$

B0 = ค่า Intercept

P = จำนวนซ้ำของการวัดตัวอย่าง (C_0)

n = จำนวนครั้งที่วัดค่าสารมาตรฐานในการทำ calibration curve

\bar{C}_j = ความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายมาตรฐานที่ใช้เตรียม calibration curve

C_j = ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ได้จากการแทนค่าใน

$$\text{สูตร } C_j = \frac{A_j - B_0}{B_1}$$

A_j = พื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐาน

8. ความไม่แน่นอนจากการทดสอบความซ้ำนาย

3.3.3 การหาค่าความไม่แน่นอนรวม (U_c)

3.3.3.1 กรณีหน่วยเดียวกัน

$$U_c = \sqrt{U_{x_1}^2 + U_{x_2}^2 + \dots + U_{x_n}^2}$$

3.3.3.2 กรณีหน่วยวัดต่างกัน จะต้องเปลี่ยนค่า U_x จากแต่ละแหล่งให้เป็นความเบี่ยงเบน

มาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Deviation, RSD) โดย

$$\text{RSD} = \frac{U_x}{x}$$

เมื่อ x เป็นค่าเฉลี่ย หรือค่าของ parameter นั้น

$$U_c = C \sqrt{RSD_1^2 + RSD_2^2 + \dots + RSD_n^2}$$

C = ผลที่ได้จากการวิเคราะห์

3.3.4 การหาค่าความไม่แน่นอนขยาย U_E

$$U_E = 2U_c$$

3.4 รายงานผลการทดสอบ

ตัวอย่างมีความเข้มข้น = $C \pm U_E$

C = ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ ระบุหน่วย

รายงานด้วยระดับความเชื่อมั่นที่ 95%

ระยะเวลา วันที่ 1 ตุลาคม 2558 ถึง 30 กันยายน 2560

สถานที่ ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์วัตถุอันตรายทางการเกษตร

กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต

สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 6

8. ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ เพื่อหาปริมาณสารออกฤทธิ์ chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl ในวัตถุอันตรายทางการเกษตร เมื่อตั้งสภาวะการใช้งานของเครื่อง GC-FID จากการตรวจสอบความพร้อมของเครื่อง เมื่อทำการหาค่า %RPD ของ response factor แล้วพบว่าสารมาตรฐานทั้งสองซ้ำ มีค่าแตกต่างกันไม่เกิน 3% (ภาคผนวก 1 ตารางที่ 1-4)

1 ความเฉพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity)

จากทดสอบฉีดตัวทำละลาย ซึ่งใช้เป็นตัวทำละลายในการทดสอบหาปริมาณสารออกฤทธิ์ chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl เปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl และสารละลายตัวอย่าง chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร สัญญาณโครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl และสารละลายตัวอย่าง chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl ไม่มีพีคอื่นใดรบกวนพีคของ chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl โดยที่ค่า Retention chlorpyrifos time(RT) chlorpyrifos 2.207 min. cypermethrin 13.900,14.194,14.381และ 14.505 min. deltamethrin 4.652 min.

และ carbaryl 14.234 min แสดงถึงค่า Specificity/Selectivity ของการวิเคราะห์ chlorpyrifos cypermethrin detamethrin และ carbaryl ในวัตถุดิบโดยวิธีการทดสอบนี้ (ภาคผนวก 2 ภาพ 1-12)

2 ช่วงของการวัด (Range) และค่าความเป็นเส้นตรง (Linearity)

เมื่อพิจารณาการตรวจสอบช่วงของการวัดของวิธีทดสอบ โดยซึ่งสารมาตรฐาน chlorpyrifos cypermethrin detamethrin และ carbaryl จำนวน 9 ความเข้มข้นๆละ 1 ซ้ำ plot graph ระหว่างความเข้มข้นของสาร (แกน x) กับ peak area (แกน Y) พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรงทำการประเมินด้วยสายตา พบว่า มีช่วงความเป็นเส้นตรงครอบคลุมช่วงความเข้มข้น 0.25-2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร

เลือกค่าความเข้มข้น 6 ค่า ที่อยู่ในเส้นตรง 0.25, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 และ 2.5 mg/ml เมื่อนำมา plot graph ระหว่างความเข้มข้นของสารมาตรฐาน (แกน X) และ peak area (แกน Y) ตามภาพที่ 5 แสดงความสัมพันธ์เชิงเส้นของ chlorpyrifos cypermethrin detamethrin และ carbaryl ด้วย Coefficient of determination : R^2 พบว่า มีค่า R^2 เท่ากับ 0.999, 0.996, 0.995 และ 0.997 ตามลำดับ ซึ่งเกณฑ์ในการยอมรับตามมาตรฐาน AOAC ≥ 0.995 (ภาคผนวก 3 ตามภาพที่ 13-20)

3. การตรวจสอบค่าความแม่นยำ (Accuracy)

การตรวจสอบค่าความแม่นยำ (Accuracy) ของวิธีทดสอบปริมาณสารออกฤทธิ์ chlorpyrifos ที่ความเข้มข้น 3 ระดับความเข้มข้นดังนี้ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร วิเคราะห์ level ละ 10 ซ้ำ ผลการทดสอบ %recovery ได้ค่า 99.3, 100.7 และ 100.1 (ภาคผนวก 4 ตารางที่ 5) ปริมาณสารออกฤทธิ์ cypermethrin ผลการทดสอบ %recovery ได้ค่า 101.8, 102.0 และ 99.6 (ภาคผนวก 4 ตารางที่ 6) ปริมาณสารออกฤทธิ์ deltamethrin ผลการทดสอบ %recovery ได้ค่า 99.5, 100.0 และ 98.4 (ภาคผนวก 4 ตารางที่ 7) และ carbaryl ผลการทดสอบ %recovery ได้ค่า 101.8, 102.0 และ 99.6 (ภาคผนวก 4 ตารางที่ 8)

4. การตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ทดสอบที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร chlorpyrifos ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 37.61, 37.95 และ 37.69 %W/W มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.216, 0.357 และ 0.501 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.} จากการทดสอบ 0.574, 0.941 และ 1.328 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (%RSD_{ทฤษฎี}) 1.515 และได้ค่า HORRAT 0.376, 0.621 และ 0.877 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 9) cypermethrin ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 35.280, 34.895 และ 35.082 %W/W มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.759, 0.381 และ 0.288 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.} จากการทดสอบ 2.152, 1.093 และ 0.822 ตามลำดับ และมีค่า Predicted

Horwitz RSD (%RSD_{ทฤษฎี}) 1.546 และได้ค่า HORRAT 1.392, 0.707 และ 0.532 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 10) deltamethrin ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 3.653, 3.863 และ 3.921 %W/W มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.029, 0.099 และ 0.096 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 0.790, 2.561 และ 2.448 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (%RSD_{ทฤษฎี}) 2.238 และได้ค่า HORRAT 0.355, 1.145 และ 1.094 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 11)และ carbaryl ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 85.128, 85.886 และ 85.321 %W/W มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.604, 0.709 และ 0.597 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 0.709, 0.825 และ 0.699 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (% RSD_{ทฤษฎี}) 1.353 และได้ค่า HORRAT 0.524, 0.610 และ 0.517 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 12) ซึ่งผลทดสอบผ่านเกณฑ์การยอมรับ โดยพิจารณาตาม AOAC ค่า HORRAT ≤ 2

5. การตรวจสอบความแข็งของวิธี Robustness/Ruggedness

การตรวจสอบความแข็ง Robustness ทดสอบที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.5, 1.0 และ 1,5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ปริมาณสารออกฤทธิ์ 37.495, 37.630 และ 37.656 W/W ตามลำดับ มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.238, 0.365 และ 0.392 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 0.635, 0.969 และ 1.041 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (%RSD_{ทฤษฎี}) 1.515 และได้ค่า HORRAT 0.419, 0.640 และ 0.687 ตามลำดับ(ภาคผนวก 6 ตารางที่ 13) cypermethrin ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 35.059, 35.169 และ 35.033 %W/W มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.526, 0.823 และ 0.335 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 1.500, 2.340 และ 0.956 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (%RSD_{ทฤษฎี}) 1.546 และได้ค่า HORRAT 0.970, 1.514 และ 0.618 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 14) deltamethrin ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 3.738, 3.939 และ 3.827 %W/W มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.054, 0.071 และ 0.091 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 1.440, 1.800 และ 2.370 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (%RSD_{ทฤษฎี}) 2.238 และได้ค่า HORRAT 0.643, 0.804 และ 1.059 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 15) และ cabaryl ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 85.453, 85.831 และ 85.421 %W/W มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.644, 0.745 และ 0.651 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 0.754, 0.868 และ 0.762 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (% RSD_{ทฤษฎี}) 1.353 และได้ค่า HORRAT 0.557, 0.641 และ 0.563 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 16) ซึ่งผลทดสอบผ่านเกณฑ์การยอมรับ โดยพิจารณาตาม AOAC ค่า HORRAT ≤ 2

การตรวจสอบความแข็งของวิธี Ruggedness ทดสอบที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.5, 1.0 และ 1,5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร chlorpyrifos ได้ปริมาณสารออกฤทธิ์ 37.617, 37.596 และ 37.415 W/W มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.279, 0.321 และ 0.234 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 0.743, 0.854 และ 0.627 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (%RSD_{ทฤษฎี}) 1.515 และได้ค่า

HORRAT 0.490, 0.563 และ 0.414 ตามลำดับ(ภาคผนวก 6 ตารางที่ 17) cypermethrin ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 33.768, 35.922 และ 35.577 %W/W ตามลำดับ มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.626, 0.676 และ 0.420 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 1.855, 1.883 และ 1.181 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (%RSD_{ทฤษฎี}) 1.546 และได้ค่า HORRAT 1.200, 1.218 และ 0.764 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 18) deltamethrin ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 3.632, 3.783 และ 3.544 %W/W ตามลำดับ มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.050, 0.058 และ 0.081 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 1.370, 1.530 และ 2.280 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (%RSD_{ทฤษฎี}) 2.238 และได้ค่า HORRAT 0.612, 0.684 และ 1.019 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 19) และ carbaryl ได้ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ 85.413, 85.115 และ 85.006 %W/W ตามลำดับ มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) 0.959, 0.504 และ 0.956 ตามลำดับ มีค่า %RSD_{exp.}จากการทดสอบ 1.123, 0.592 และ 1.125 ตามลำดับ และมีค่า Predicted Horwitz RSD (% RSD_{ทฤษฎี}) 1.353 และได้ค่า HORRAT 0.830, 0.437 และ 0.832 ตามลำดับ (ภาคผนวก 5 ตารางที่ 20) ซึ่งผลทดสอบผ่านเกณฑ์การยอมรับ โดยพิจารณาตาม AOAC ค่า HORRAT ≤ 2

6. การประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบการหาปริมาณ chlorpyrifos cypermethrin detamethrin และ carbaryl ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร

การหาค่าความไม่แน่นอนของการวัด การหาค่าความไม่แน่นอนขยาย chlorpyrifos มีค่า $U_E = 0.36$ ซึ่งรายงานผลการทดสอบ คือ 40 ± 0.36 W/V ที่ระดับความเชื่อมั่นที่ 95% cypermethrin มีค่า $U_E = 0.76$ ซึ่งรายงานผลการทดสอบ คือ 35 ± 0.76 W/V ที่ระดับความเชื่อมั่นที่ 95% detramethrin มีค่า $U_E = 0.06$ ซึ่งรายงานผลการทดสอบ คือ 3 ± 0.06 W/V ที่ระดับความเชื่อมั่นที่ 95% และ carbaryl มีค่า $U_E = 0.50$ ซึ่งรายงานผลการทดสอบ คือ 85 ± 0.06 W/W ที่ระดับความเชื่อมั่นที่ 95% (ภาคผนวก 7)

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากการดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ตามคุณลักษณะต่างๆ ประกอบด้วย ความจำเพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity) ช่วงของการวัดและการเป็นเส้นตรง (Range/Linearity) ความถูกต้อง (Accuracy) ความแม่นยำ (Precision) ความแข็งแกร่งของวิธี Ruggedness/Robustness และค่าความไม่แน่นอนของวิธี (Uncertainty) ได้ผลดังนี้

สารออกฤทธิ์	Range mg/ml	Linearity R ²	% Recovery			Precision			Robustness			Ruggedness			U _E	การรายงาน
			ความเข้มข้น (mg/ml)			ความเข้มข้น (mg/ml)			ความเข้มข้น (mg/ml)			ความเข้มข้น (mg/ml)				
			0.5	1.0	1.5	0.5	1.0	1.5	0.5	1.0	1.5	0.5	1.0	1.5		
Chlorpyrifos	0.25-2.50	0.999	99.9	100.7	100.1	0.379	0.621	0.877	0.419	0.640	0.687	0.490	0.563	0.414	0.36	40 ± 0.36
Cypermethrin	0.25-2.50	0.996	101.8	102.0	99.6	1.392	0.707	0.532	0.970	1.514	0.618	1.200	1.218	0.764	0.76	35 ± 0.36
Deltamethrin	0.25-2.50	0.995	99.5	100.0	98.4	0.355	1.145	1.094	0.643	0.804	1.059	0.612	0.684	1.019	0.06	3 ± 0.36
carbaryl	0.25-2.50	0.997	101.8	102.0	99.6	0.524	0.610	0.517	0.557	0.641	0.563	0.830	0.437	0.832	0.50	85 ± 0.36
เกณฑ์ AOAC		0.995	98-102 %			HORRAT ≤ 2			HORRAT ≤ 2			HORRAT ≤ 2				

จากการพัฒนาการวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ chlorpyrifos cypermethrin deltamethrin และ carbaryl ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการเกษตร สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 นำมาใช้ในการทดสอบทดสอบวัตถุอันตรายในผลิตภัณฑ์สารป้องกัน และกำจัดแมลงผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีมีความถูกต้องและเหมาะสมต่อการใช้งาน

10. การนำไปใช้ประโยชน์

10.1 ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการทดสอบ สามารถยื่นการขอรับรองห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2005 ผลการทดสอบที่ได้ มีความถูกต้อง แม่นยำ สร้างความน่าเชื่อถือในระดับสากล นำไปใช้ในการดำเนินการตามกฎหมายได้

10.2 การทดสอบวัตถุอันตรายในพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือ ผลการทดสอบที่ถูกต้อง แม่นยำ สามารถนำไปบังคับใช้ทางกฎหมายตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 ได้อย่างมีประสิทธิภาพก่อให้เกิดความเป็นธรรมทั้งผู้ประกอบการ และเกษตรกร ทำให้วัตถุอันตรายทางการเกษตรที่จำหน่ายในท้องตลาดเป็นสินค้าที่มีคุณภาพ ทั้งนี้หากมีวัตถุอันตรายทางการเกษตรที่ปลอม หรือผิดมาตรฐานออกจากท้องตลาด เมื่อเกษตรกรนำไปใช้จะก่อให้เกิดความเสียหายอย่างมหาศาล อันไม่สามารถประเมินมูลค่าเป็นเงินได้

11. เอกสารอ้างอิง

ทิพวรรณ นิ่งน้อย.2549. แนวทางปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดย ห้องปฏิบัติการ

เดี่ยว.กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์.กระทรวงสาธารณสุข.นนทบุรี.124 หน้า.ดัชนี มั่นความดีและ

อุทุมพร สุขม่วง.2544. เอกสารประกอบการฝึกอบรม เรื่องการพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีทดสอบทางเคมี

(chemical method validation).2-5 มีนาคม 2544 ห้องประชุม 501 อาคารเฉลิมพระเกียรติ กอง

วัตถุเคมีพิษการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.กรุงเทพฯ.46 หน้า.

AOAC. Peer Verified Method Program. Manual on Policies and Procedures. Arlington.VA.Nov 1993.

W. Dobrat and A. Martijn. CIPAC Handbook. Volume H. 1998. Analysis of Technical and Formulated Pesticides, Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited, England.

Food and Agriculture Organization of the United Nations and World Health Organization. 2006. Manual on Development and Use of FAO and WHO Specifications for Pesticides. FAO/WHO Joint Meeting on Pesticide Specifications, Switzerland.

Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement by the EURACHEM Working Group on Uncertainty in Chemical Measurement, 1 st ed.1995.

NAMAS-NIS & Guide to the Expression of Uncertainty in Testing, 1 st, 1994. England.

ภาคผนวก 1

การตรวจสอบความพร้อมของเครื่อง

ตารางที่ 1 การตรวจสอบความพร้อมของเครื่อง GC-FID โดยทำการประเมินค่า Relative Percent Different (%RPD) ของค่า Response factor (f) ของสารมาตรฐาน chlorpyrifos

Std. solution type	Mass of chlorpyrifos (mg)	Peak area	Response factor	%RPD
C1	25.0	146.44811	0.6822	-0.055
C2	25.3	148.28756	0.6818	
C1	25.0	146.47565	0.6820	-0.288
C2	25.3	148.66144	0.6801	
C1	25.0	146.50622	0.6819	-0.146
C2	25.3	148.48138	0.6809	
C1	25.0	146.49861	0.6819	-0.130
C2	25.3	148.44917	0.6810	
C1	25.0	146.35219	0.6826	-0.299
C2	25.3	148.55249	0.6806	

ตารางที่ 2 การตรวจสอบความพร้อมของเครื่อง GC-FID โดยทำการประเมินค่า Relative Percent Different (%RPD) ของค่า Response factor (f) ของสารมาตรฐาน cypermethrin

Std. solution type	Mass of cypermethrin (mg)	Peak area	Response factor	%RPD
C1	25.8	277.01560	0.3621	-2.330
C2	26.0	285.74385	0.3538	
C1	25.8	279.12139	0.3594	-2.295
C2	26.0	287.81570	0.3512	
C1	25.8	279.43282	0.3590	-1.105
C2	26.0	284.72736	0.3550	
C1	25.8	275.33800	0.3643	-2.144
C2	26.0	283.48726	0.3566	
C1	25.8	281.51300	0.3563	-2.028
C2	26.0	289.50785	0.3492	

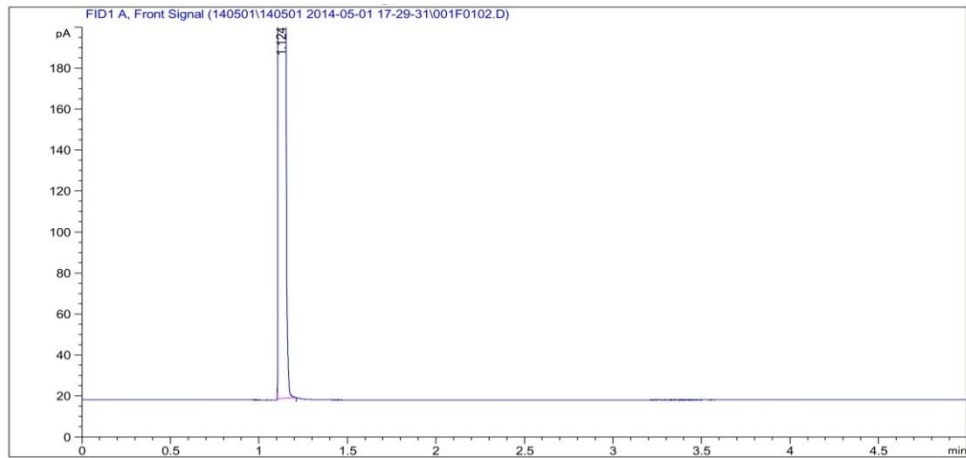
ตารางที่ 3 การตรวจสอบความพร้อมของเครื่อง GC-FID โดยทำการประเมินค่า Relative Percent Different (%RPD) ของค่า Response factor (f) ของสารมาตรฐาน deltamethrin

Std. solution type	Mass of deltamethrin (mg)	Peak area	Response factor (f)	%RPD
C1	25.2	138.14067	0.7275	-0.407
C2	26.3	144.75894	0.7245	
C1	25.2	139.33528	0.7213	0.303
C2	26.3	144.97813	0.7234	
C1	25.2	139.40082	0.7209	1.530
C2	26.3	143.27604	0.7320	
C1	25.2	138.99361	0.7230	-0.088
C2	26.3	145.18822	0.7224	
C1	25.2	137.59532	0.7304	-0.392
C2	26.3	144.16612	0.7275	

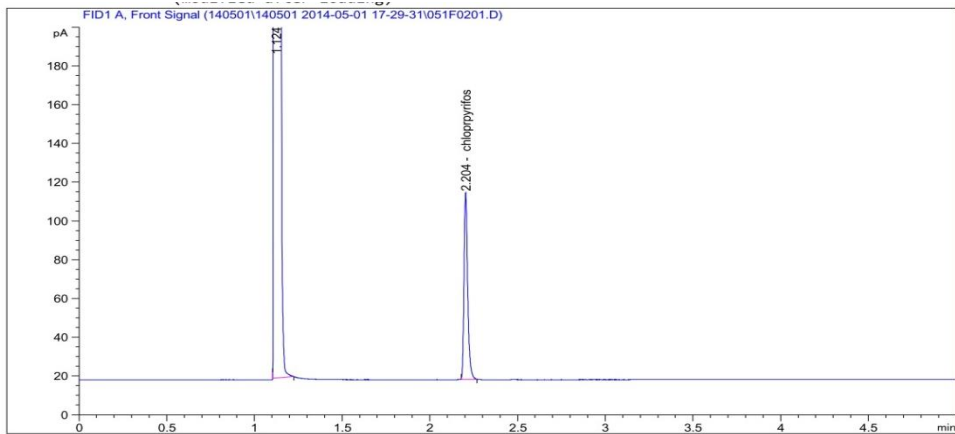
ตารางที่ 4 การตรวจสอบความพร้อมของเครื่อง GC-FID โดยทำการประเมินค่า Relative Percent Different (%RPD) ของค่า Response factor (f) ของสารมาตรฐาน carbaryl

Std. solution type	Mass of carbaryl (mg)	Peak area	Response factor	%RPD
C1	25.8	4881.00415	0.0211	-1.000
C2	26.0	4968.27515	0.0209	
C1	25.8	4911.71216	0.0210	-1.275
C2	26.0	5013.31177	0.0207	
C1	25.8	4795.01880	0.0215	-2.021
C2	26.0	4930.82471	0.0211	
C1	25.8	4874.61523	0.0211	-0.730
C2	26.0	4948.39869	0.0210	
C1	25.8	4730.83228	0.0218	-2.744
C2	26.0	4900.16089	0.0212	

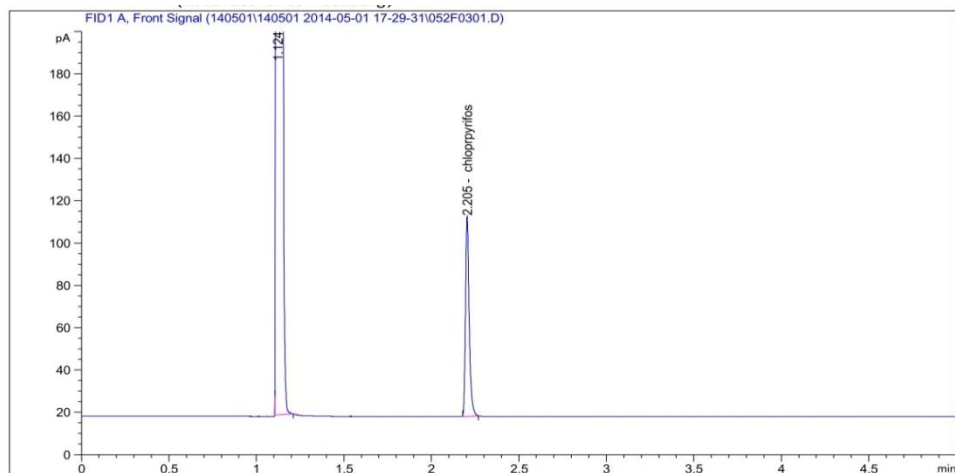
โครมาโตแกรมของตัวทำละลาย สารละลายมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่าง



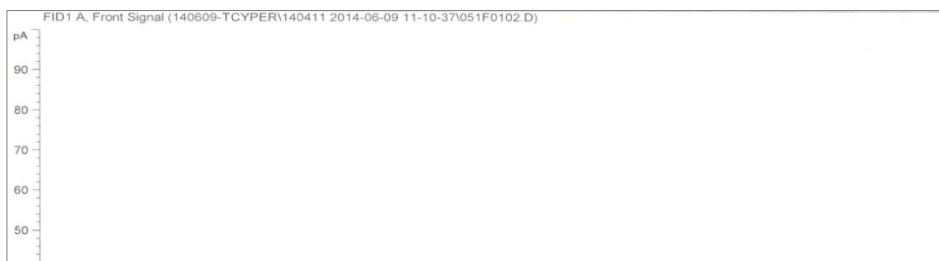
ภาพที่ 1 สัญญาณโครมาโตแกรม ซึ่งไม่มีสาร chlorpyrifos



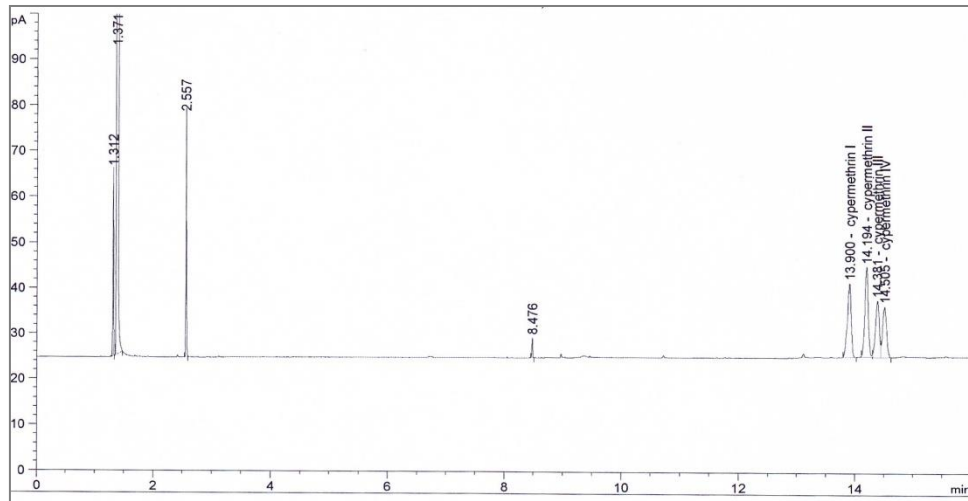
ภาพที่ 2 สัญญาณโครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน chlorpyrifos



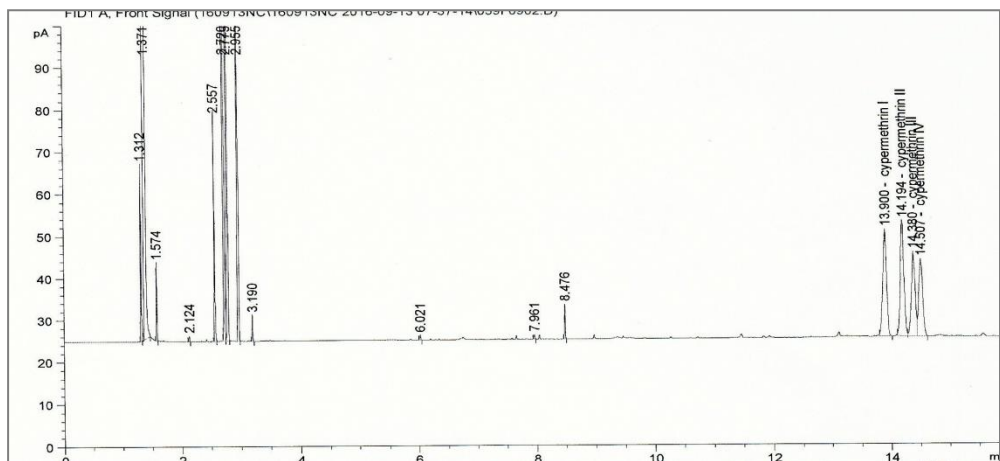
ภาพที่ 3 สัญญาณโครมาโตแกรมของสารตัวอย่าง chlorpyrifos 40 %



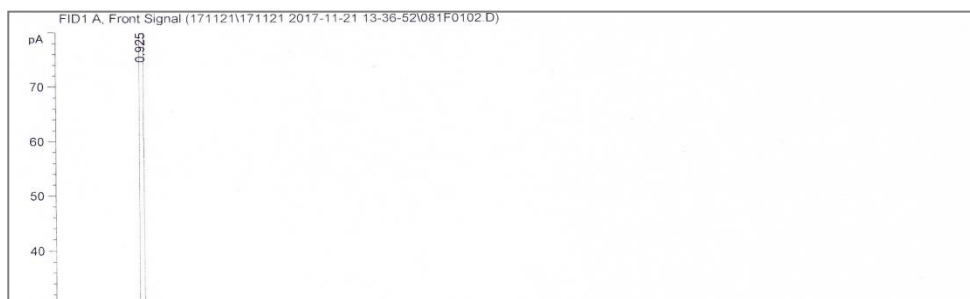
ภาพที่ 4 สัญญาณโครมาโตแกรม ซึ่งไม่มีสารcypermethrin



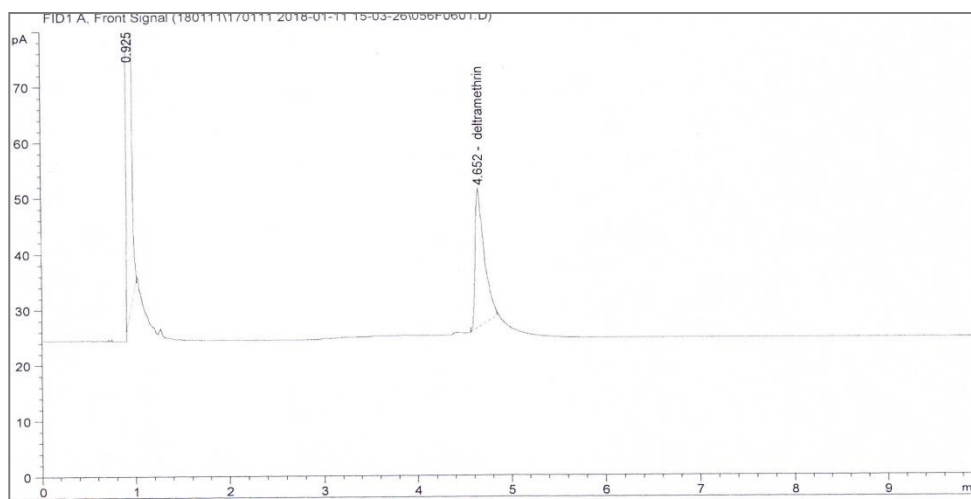
ภาพที่ 5 สัญญาณโครมาโตแกรมของสารมาตรฐานcypermethrin



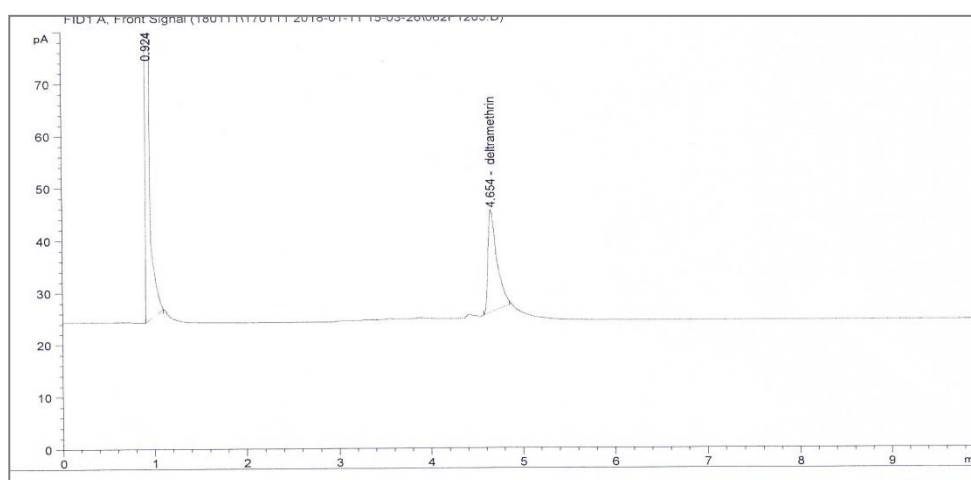
ภาพที่ 6 สัญญาณโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างcypermethrin 35 %



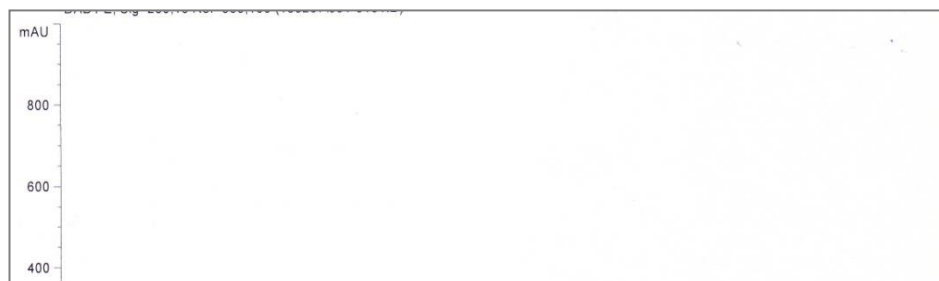
ภาพที่ 7 สัญญาณโครมาโตแกรม ซึ่งไม่มีสาร deltamethrin



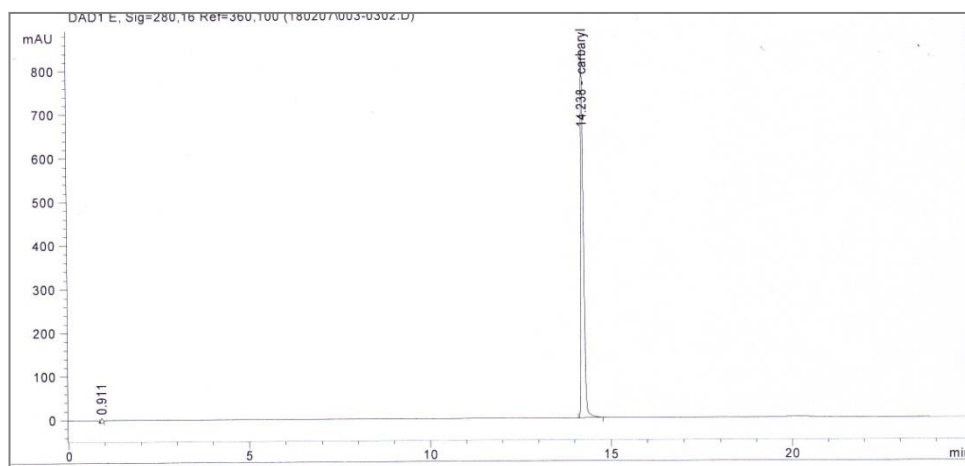
ภาพที่ 8 สัญญาณโครมาโตแกรมของสารมาตรฐานdeltamethrin



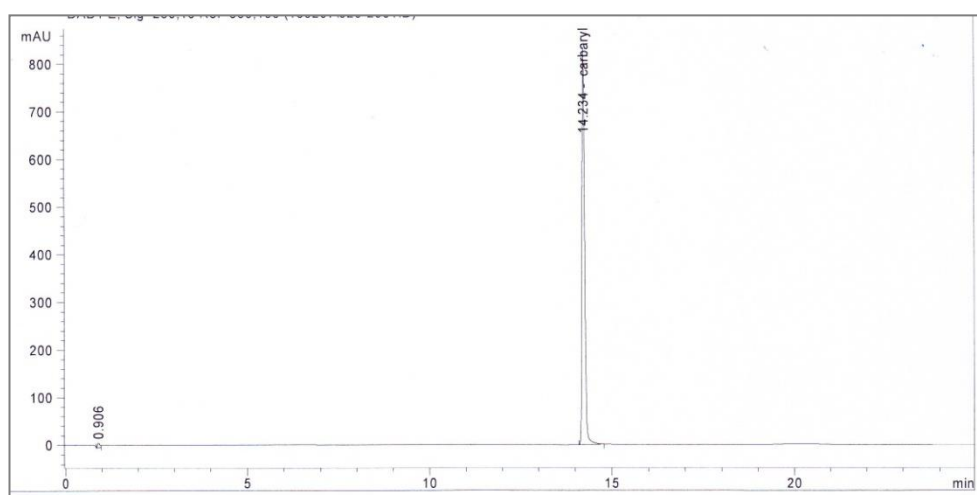
ภาพที่ 9 สัญญาณโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างdeltamethrin3 %



ภาพที่ 10 สัญญาณโครมาโตแกรม ซึ่งไม่มีสาร carbaryl

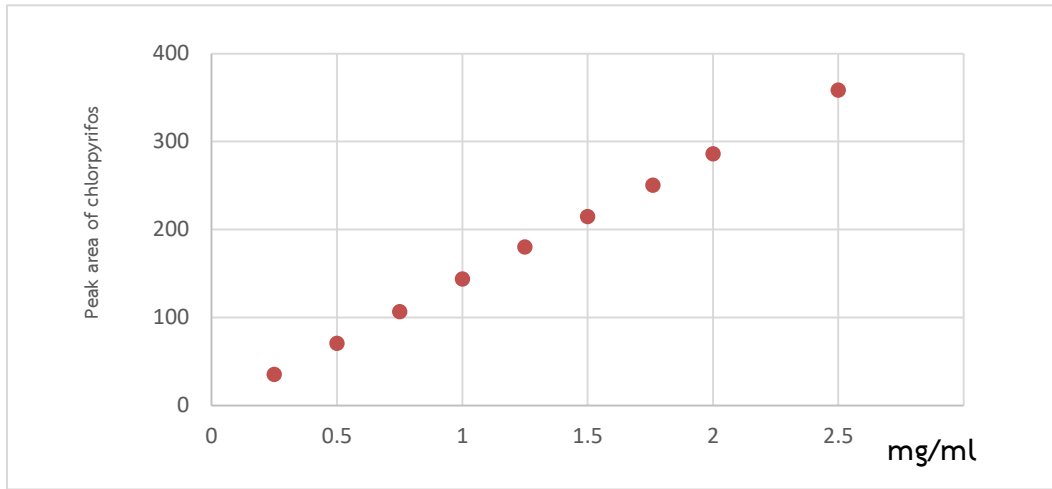


ภาพที่ 11 สัญญาณโครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน carbaryl

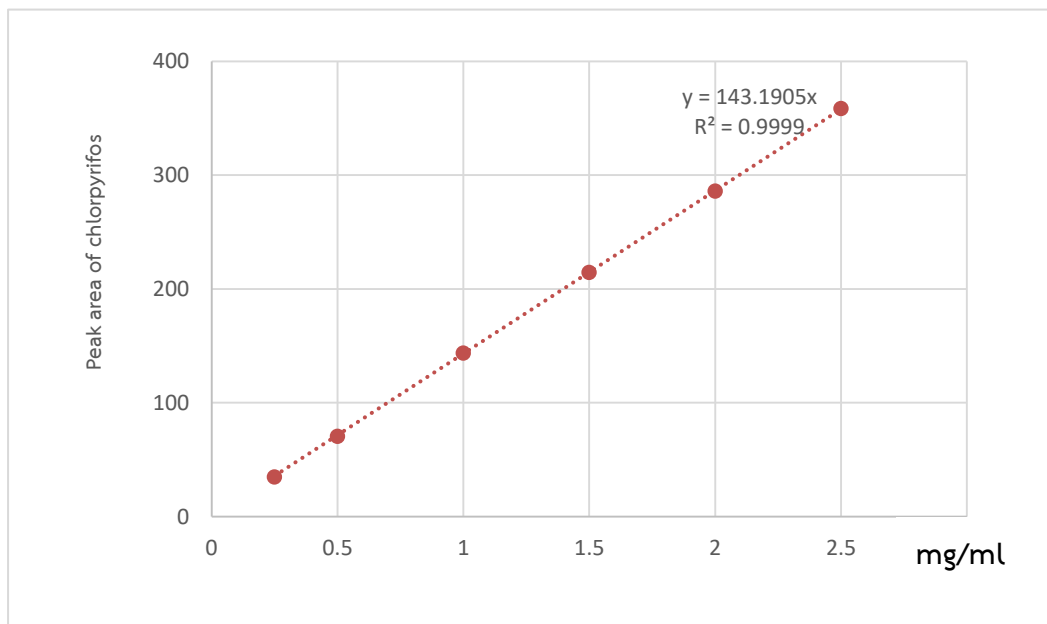


ภาพที่ 12 สัญญาณโครมาโตแกรมของสารตัวอย่าง carbaryl 85 %

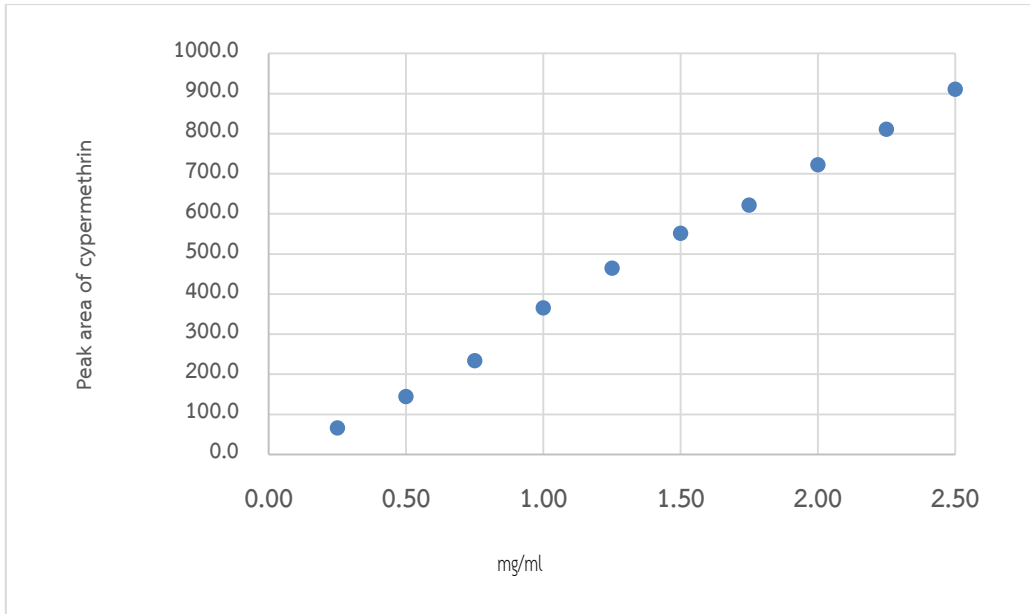
การตรวจสอบช่วงของการวัด (Range) และการตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (Linearity)



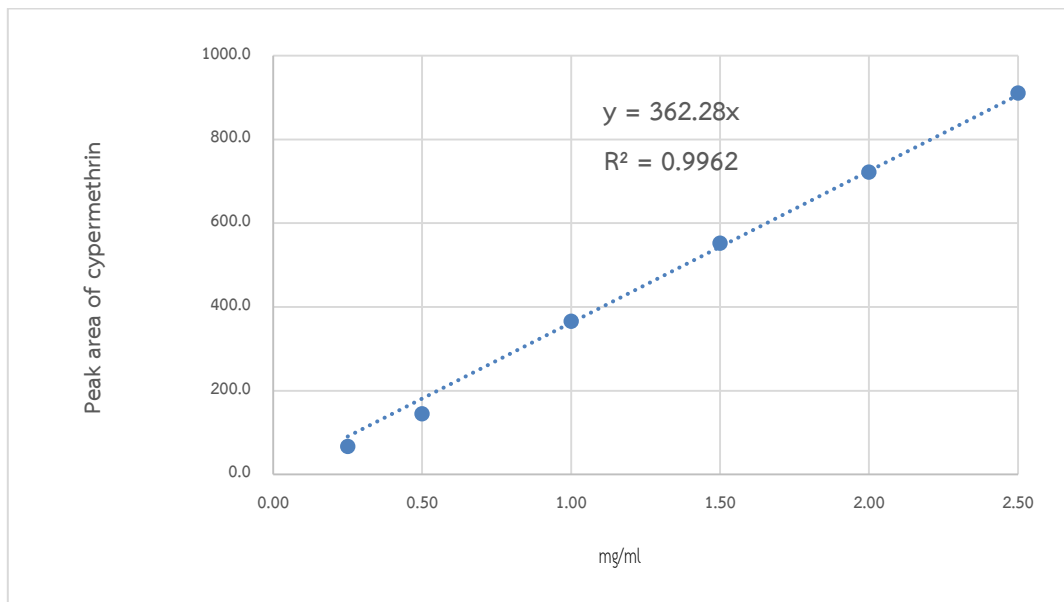
ภาพที่ 13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสาร chlorpyrifos(แกน X)กับ Peak area of chlorpyrifos(แกน Y) การประเมินค่าความเป็นเส้นตรงด้วยสายตาที่ความเข้มข้น 0.25-2.50 mg



ภาพที่ 14 แสดงค่า Linearity ของ chlorpyrifosด้วยค่า coefficient of determination : $R^2 = 0.999$

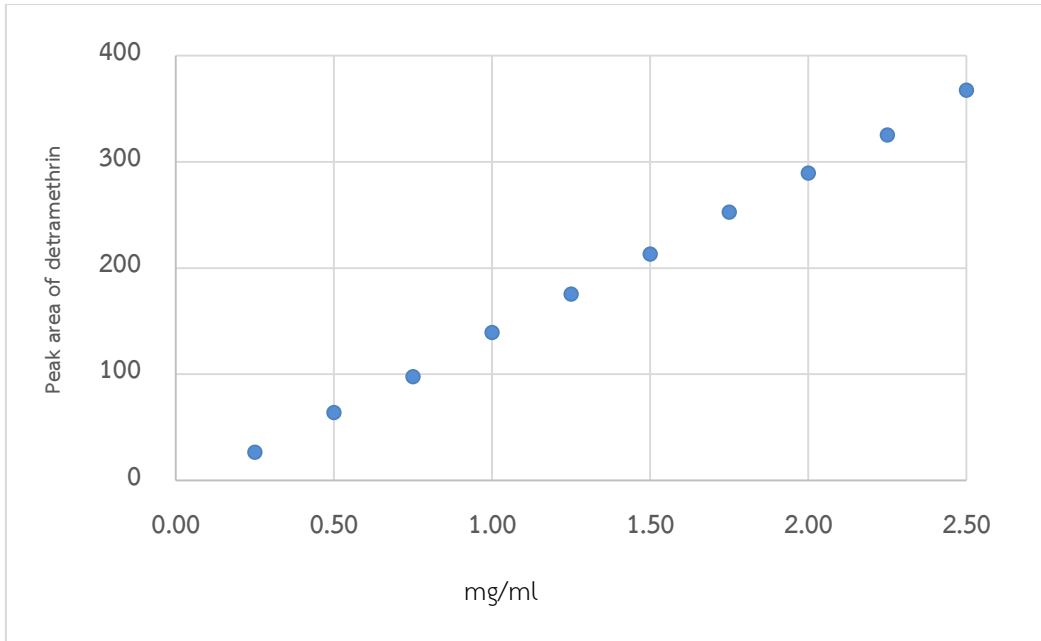


ภาพที่ 15 กราฟแสดงค่าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสาร cypermethrin(แกน X) กับ peak area (แกน Y) ประเมินค่าความเป็นเส้นตรงด้วยสายนตา ที่ความเข้มข้น 0.25-2.50mg/ml

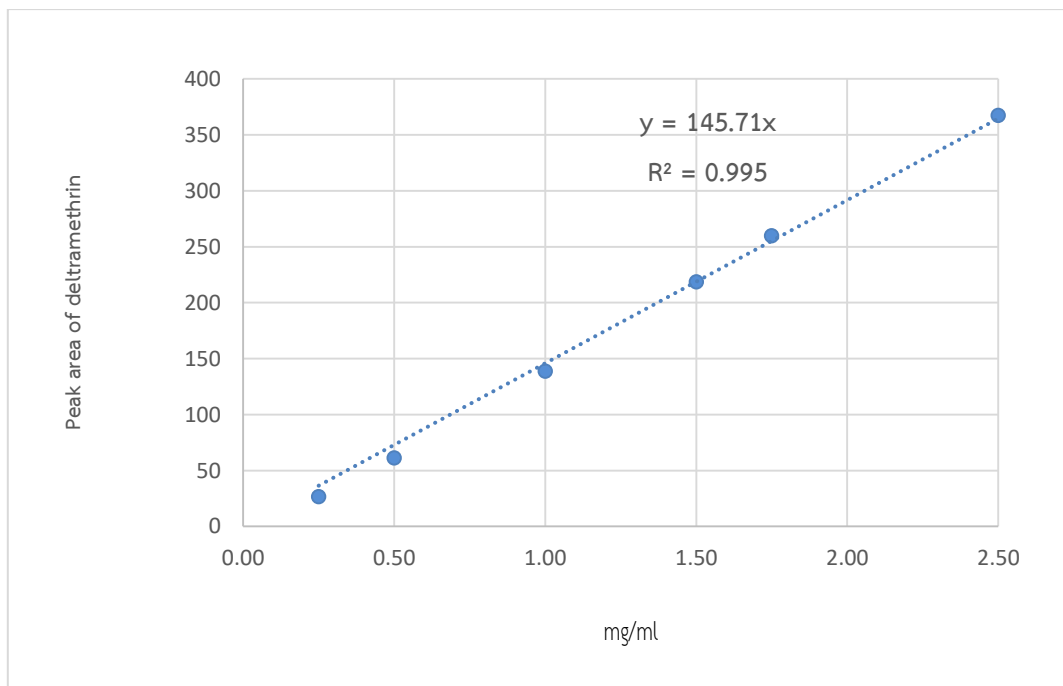


ภาพที่ 16 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของcypermethrinด้วยค่า Coefficient of determination:

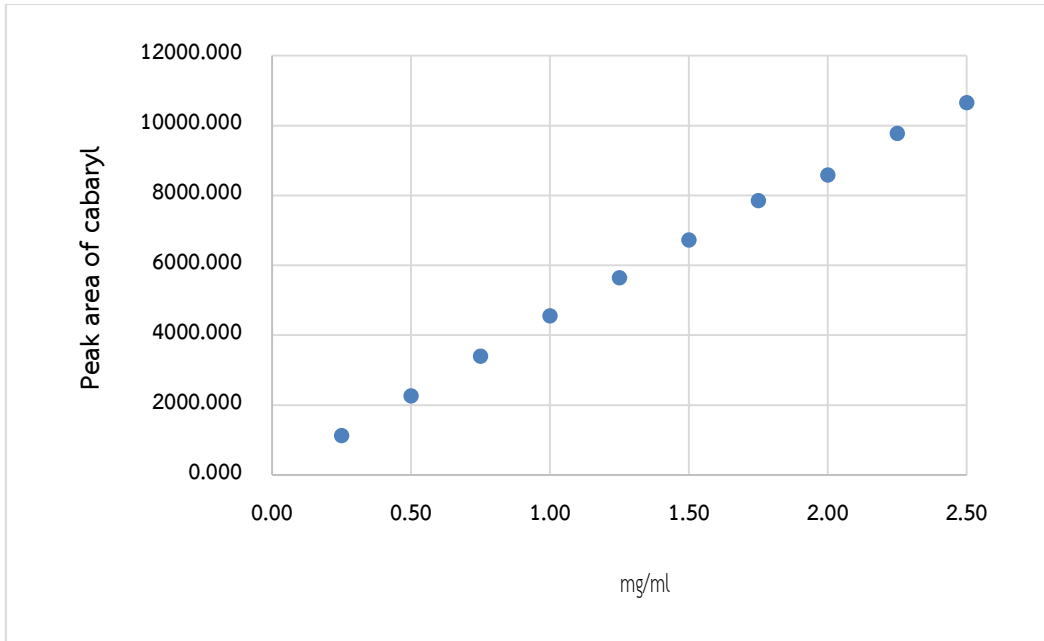
$$R^2 = 0.996$$



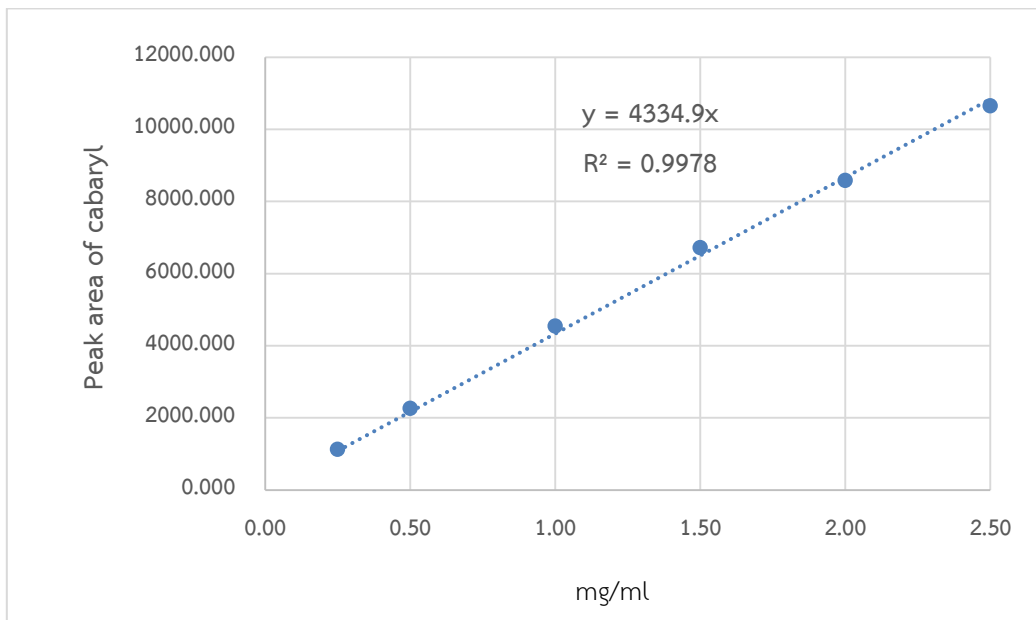
ภาพที่ 17 กราฟแสดงค่าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสาร deltamethrin (แกน X) กับ peak area(แกน Y) ประเมินค่าความเป็นเส้นตรงด้วยสายนดา ที่ความเข้มข้น 0.25-2.50mg/ml



ภาพที่ 18 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของdeltamethrinด้วยค่า Coefficient of determination: $R^2 = 0.995$



ภาพที่ 19 กราฟแสดงค่าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสาร carbaryl (แกน X) กับ peak area (แกน Y) ประเมินค่าความเป็นเส้นตรงด้วยสายตา ที่ความเข้มข้น 0.25-2.50mg/ml



ภาพที่ 20 แสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของcarbaryl ด้วยค่า Coefficient of determination:

$$R^2 = 0.997$$

ภาคผนวก 4

การตรวจค่าความแม่นยำ (Accuracy) ด้วยการตรวจสอบ % Recovery

ตารางที่ 5 ผลการตรวจสอบ % Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ chlorpyrifos ใน
ผลิตภัณฑ์สูตร 40% W/V EC

Number	Active ingredient content (mg./25 ml.)								
	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml			ความเข้มข้น 1.0 mg/ml			ความเข้มข้น 1.5 mg/ml		
	Origin	Spike	Added	Origin	Spike	Added	Origin	Spike	Added
1	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
2	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
3	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
4	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
5	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
6	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
7	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
8	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
9	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
10	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
ค่าเฉลี่ย	10.09	20.03	10.01	10.09	25.21	15.01	10.09	30.12	20.01
%Recovery	99.3			100.7			100.1		

ตารางที่ 6 ผลการตรวจสอบ % Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้นของ cypermethrin ใน
ผลิตภัณฑ์สูตร 35 % W/VEC

Active ingredient content (mg./25 ml.)								
ความเข้มข้น 0.5 mg/ml			ความเข้มข้น 1.0 mg/ml			ความเข้มข้น 1.5 mg/ml		
Origin	Spike	Added	Origin	Spike	Added	Origin	Spike	Added
10.43	25.78	15.04	10.43	35.80	25.06	10.43	50.18	40.10
10.41	26.25	15.04	10.41	36.00	25.06	10.41	50.21	40.10
10.48	25.35	15.04	10.48	35.88	25.06	10.48	49.79	40.10
10.51	24.92	15.04	10.51	35.87	25.06	10.51	50.49	40.10
10.49	26.06	15.04	10.49	35.84	25.06	10.49	50.21	40.10
10.61	26.15	15.04	10.61	36.03	25.06	10.61	50.43	40.10
10.59	25.66	15.04	10.59	36.06	25.06	10.59	51.08	40.10
10.49	25.57	15.04	10.49	36.34	25.06	10.49	51.05	40.10
10.50	26.34	15.04	10.50	36.20	25.06	10.50	50.43	40.10
10.55	25.98	15.04	10.55	36.53	25.06	10.55	50.69	40.10
10.51	25.81	15.04	10.51	36.05	25.06	10.51	50.46	40.10
101.8			102.0			99.6		

ตารางที่ 7 ผลการตรวจสอบ % Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้นของ detramethrin ใน
ผลิตภัณฑ์สูตร 3 % W/V EC

Number	Active ingredient content (mg./25 ml.)								
	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml			ความเข้มข้น 1.0 mg/ml			ความเข้มข้น 1.5 mg/ml		
	Origin	Spike	Added	Origin	Spike	Added	Origin	Spike	Added
1	10.53	25.97	15.01	10.53	33.36	25.02	10.53	49.98	40.03
2	10.58	25.03	15.01	10.58	36.40	25.02	10.58	49.39	40.03
3	10.58	25.63	15.01	10.58	35.84	25.02	10.58	49.29	40.03
4	10.60	25.79	15.01	10.60	36.33	25.02	10.60	51.48	40.03
5	10.76	25.48	15.01	10.76	36.08	25.02	10.76	50.63	40.03
6	10.40	25.65	15.01	10.40	36.43	25.02	10.40	49.16	40.03
7	10.72	25.39	15.01	10.72	36.31	25.02	10.72	49.34	40.03
8	10.48	25.04	15.01	10.48	35.47	25.02	10.48	50.87	40.03
9	10.55	25.55	15.01	10.55	34.99	25.02	10.55	49.18	40.03
10	10.56	25.59	15.01	10.56	34.85	25.02	10.56	50.32	40.03
ค่าเฉลี่ย	10.58	25.51	15.01	10.58	35.61	25.02	10.58	49.96	40.03
%Recovery	99.5			100.0			98.4		

ตารางที่ 8 ผลการตรวจสอบ % Recovery จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้นของ carbaryl ในผลิตภัณฑ์
สูตร 85 % W/W WP

Active ingredient content (mg./25 ml.)								
ความเข้มข้น 0.5 mg/ml			ความเข้มข้น 1.0 mg/ml			ความเข้มข้น 1.5 mg/ml		
Origin	Spike	Added	Origin	Spike	Added	Origin	Spike	Added
10.43	25.78	15.04	10.43	35.80	25.06	10.43	50.18	40.10
10.41	26.25	15.04	10.41	36.00	25.06	10.41	50.21	40.10
10.48	25.35	15.04	10.48	35.88	25.06	10.48	49.79	40.10
10.51	24.92	15.04	10.51	35.87	25.06	10.51	50.49	40.10
10.49	26.06	15.04	10.49	35.84	25.06	10.49	50.21	40.10
10.61	26.15	15.04	10.61	36.03	25.06	10.61	50.43	40.10
10.59	25.66	15.04	10.59	36.06	25.06	10.59	51.08	40.10
10.49	25.57	15.04	10.49	36.34	25.06	10.49	51.05	40.10
10.50	26.34	15.04	10.50	36.20	25.06	10.50	50.43	40.10
10.55	25.98	15.04	10.55	36.53	25.06	10.55	50.69	40.10
10.51	25.81	15.04	10.51	36.05	25.06	10.51	50.46	40.10
101.8			102.0			99.6		

ภาคผนวก 5

การตรวจสอบค่าความเที่ยง (Precision)

ตารางที่ 9 การตรวจสอบ Precision จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ chlorpyrifos ในผลิตภัณฑ์สูตร 40% W/V EC

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 มก./มล.		ความเข้มข้น 1.0 มก./มล.		ความเข้มข้น 1.5 มก./มล.	
	นน.ตัวอย่าง mg./ml.	%ที่ตรวจพบ w/w	นน.ตัวอย่าง mg./ml.	%ที่ตรวจพบ w/w	นน.ตัวอย่าง mg./ml.	%ที่ตรวจพบ w/w
1	32.30	37.35	65.8	38.03	98.7	38.07
2	32.30	37.39	65.8	37.80	98.8	37.91
3	32.50	37.74	65.9	38.10	98.9	36.88
4	32.60	37.76	65.9	37.89	99.0	38.00
5	32.60	37.62	66.1	37.24	99.2	37.99
6	32.60	37.27	66.4	37.83	99.3	38.54
7	33.00	37.58	65.7	37.91	99.5	37.51
8	33.20	37.94	65.9	38.70	100.9	37.08
9	33.30	37.78	67.1	38.08	101.2	37.38
10	33.40	37.71	67.3	37.96	101.5	37.57
mean		37.61		37.95		37.69
SD		0.216		0.357		0.501
%RSD _{exp.}		0.574		0.941		1.328
%RSD _{ทฤษฎี}		1.515		1.515		1.515
HORRAT		0.379		0.621		0.877

ตารางที่ 10 การตรวจสอบ Precision จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ cypermethrin ในสูตร
ผลิตภัณฑ์สูตร 35 % W/V EC

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 1.0 mg/ml		ความเข้มข้น 1.5 mg/ml	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	36.2	35.768	73.6	34.758	106.1	35.094
2	34.9	35.678	69.8	35.595	104.8	35.065
3	35.0	35.430	70.8	34.336	105.8	34.843
4	35.7	35.168	71.2	34.659	108.0	34.664
5	34.8	35.651	70.8	34.836	106.2	35.142
6	38.5	33.827	70.0	35.131	106.0	35.066
7	34.0	34.816	70.7	34.739	108.2	35.048
8	35.4	34.366	69.5	35.427	104.8	35.746
9	37.6	36.417	70.5	34.653	105.6	35.262
10	35.4	35.683	70.1	34.816	108.6	34.888
Mean		35.280		34.895		35.082
SD		0.759		0.381		0.288
%RSD _{lab}		2.152		1.093		0.822
%RSD _{Exp.}		1.546		1.546		1.546
HORRAT		1.392		0.707		0.532

ตารางที่ 11 การตรวจสอบ Precision จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ dettamethrin ในสูตร
ผลิตภัณฑ์ 3 %w/v EC

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 1.0 mg/ml		ความเข้มข้น 1.5 mg/ml	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	461.6	3.651	851.9	3.958	1252.9	4.051
2	426.2	3.643	845.5	3.918	1251.4	3.951
3	419.6	3.681	834.2	3.96	1264.3	3.981
4	422.3	3.606	835.6	3.959	1241.2	4.018
5	433.4	3.671	842.3	3.922	1243.0	3.929
6	424.6	3.707	852.1	3.857	1261.9	3.975
7	438.2	3.660	858.7	3.796	1251.9	3.775
8	426.1	3.651	877.0	3.816	1246.0	3.763
9	422.5	3.625	835.0	3.776	1242.5	3.872
10	417.5	3.635	847.4	3.664	1260.8	3.892
mean		3.653		3.863		3.921
SD		0.029		0.099		0.096
%RSD _{lab}		0.794		2.562		2.448
%RSD _{Exp.}		2.238		2.238		2.238
HORRAT		0.355		1.145		1.094

ตารางที่ 12 การตรวจสอบ Precision จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ carbaryl ในสูตร

ผลิตภัณฑ์ 85 % W/W WP

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 1.0 mg/ml		ความเข้มข้น 1.5 mg/ml	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	15.7	85.139	32.7	85.118	46.6	84.237
2	15.7	85.280	33.8	86.612	44.6	85.808
3	14.6	86.066	31.6	85.324	43.6	86.506
4	14.0	84.352	31.6	86.742	44.9	85.48
5	14.2	85.658	30.1	85.134	43.6	85.431
6	14.2	85.574	29.1	86.872	44.1	85.541
7	14.9	85.161	30.3	85.552	44.1	85.114
8	14.3	84.009	28.5	86.425	44.6	85.113
9	15.7	84.926	28.9	85.245	44.6	84.978
10	14.3	85.116	31.6	85.835	44.0	85.006
mean		85.128		85.886		85.321
SD		0.604		0.709		0.597
%RSD _{lab}		0.709		0.825		0.699
%RSD _{Exp.}		1.353		1.353		1.353
HORRAT		0.524		0.610		0.517

ภาคผนวก 6

ความแข็งแกร่งของวิธี (Robustness/Ruggedness)

ตารางที่ 13 การตรวจสอบ Robustness จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ chlorpyrifos ในผลิตภัณฑ์
สูตร 40% W/V EC

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 มก./มล.		ความเข้มข้น 1.0 มก./มล.		ความเข้มข้น 1.5 มก./มล.	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	30.7	37.387	62.2	37.178	94.7	37.320
2	31.3	37.620	63.0	38.229	93.6	37.412
3	30.4	37.408	62.0	37.333	94.5	37.674
4	31.8	37.604	63.7	37.555	93.3	37.241
5	29.7	37.120	62.9	37.650	95.1	37.465
6	30.3	37.594	63.7	37.023	93.4	37.983
7	31.6	37.756	62.6	37.909	94.5	38.174
8	30.8	37.265	63.0	37.786	92.7	37.963
9	32.4	37.890	63.8	37.827	96.6	38.178
10	32.9	37.304	63.2	37.806	95.4	37.147
mean		37.495		37.630		37.656
SD		0.238		0.365		0.392
%RSD _{lab}		0.635		0.969		1.041
%RSD _{Exp.}		1.515		1.515		1.515
HORRAT		0.419		0.640		0.687

ตารางที่ 14 การตรวจสอบ Robustnessจากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ cypermethrin ในสูตร
ผลิตภัณฑ์สูตร 35 % W/V EC

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 1.0 mg/ml		ความเข้มข้น 1.5 mg/ml	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	36.2	35.572	69.5	35.837	109.0	34.901
2	37.1	35.004	74.9	34.210	108.1	35.713
3	32.2	35.097	74.3	35.883	107.1	34.819
4	35.9	34.533	75.8	35.348	108.1	34.604
5	36.2	35.712	72.7	35.587	104.5	35.074
6	34.1	34.466	75.7	34.068	106.2	34.978
7	32.7	34.716	77.7	34.220	109.5	35.088
8	35.2	34.358	74.3	36.513	107.1	35.411
9	36.6	35.426	71.0	35.161	105.2	34.652
10	39.7	35.709	76.3	34.863	106.7	35.093
mean		35.059		35.169		35.033
SD		0.526		0.823		0.335
%RSD _{lab}		1.500		2.340		0.956
%RSD _{Exp.}		1.546		1.546		1.546
HORRAT		0.970		1.514		0.618

ตารางที่ 15 การตรวจสอบ Robustnessจากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ dettamethrin ในสูตร
ผลิตภัณฑ์ 3 %w/v EC

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 0.5 mg/ml	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	461.6	3.764	851.9	3.764	1252.9	3.775
2	426.2	3.778	845.5	3.943	1251.4	3.999
3	419.6	3.771	834.2	3.982	1264.3	3.789
4	422.3	3.714	835.6	4.006	1241.2	3.754
5	433.4	3.688	842.3	3.930	1243.0	3.714
6	424.6	3.755	852.1	3.931	1261.9	3.721
7	438.2	3.614	858.7	3.940	1251.9	3.887
8	426.1	3.734	877.0	3.947	1246.0	3.884
9	422.5	3.760	835.0	4.030	1242.5	3.863
10	417.5	3.797	847.4	3.918	1260.8	3.886
mean		3.738		3.939		3.827
SD		0.054		0.071		0.091
%RSD _{lab}		1.440		1.800		2.370
%RSD _{Exp.}		2.238		2.238		2.238
HORRAT		0.643		0.804		1.059

ตารางที่ 16 การตรวจสอบ Robustness จากการศึกษาวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ carbaryl ในสูตร
ผลิตภัณฑ์ 85 % W/W WP

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 1.0 mg/ml		ความเข้มข้น 1.5 mg/ml	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	14.9	85.342	32.7	85.967	46.6	84.237
2	14.3	85.657	33.8	85.216	44.6	84.808
3	15.7	84.083	31.6	85.324	43.6	86.506
4	14.3	84.917	31.6	86.742	44.9	85.48
5	14.1	86.044	31.6	86.134	43.6	85.431
6	14.1	86.373	30.1	86.872	43.6	85.541
7	15.7	85.065	29.1	84.552	44.1	85.114
8	15.7	85.768	30.3	86.425	44.1	85.113
9	14.61	85.633	28.5	85.245	44.6	85.978
10	14.0	85.650	28.9	85.835	44.6	86.006
mean		85.453		85.831		85.421
SD		0.644		0.745		0.651
%RSD _{lab}		0.754		0.868		0.762
%RSD _{Exp.}		1.353		1.353		1.353
HORRAT		0.557		0.641		0.563

ตารางที่ 17 การตรวจสอบRuggedness จากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ chlorpyrifosในผลิตภัณฑ์
สูตร40% W/V EC

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 มก./มล.		ความเข้มข้น 1.0 มก./มล.		ความเข้มข้น 1.5 มก./มล.	
	นน.ตัวอย่าง มก./มล.	%ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง มก./มล.	%ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง มก./มล.	%ที่ตรวจพบ W/W
1	30.7	37.222	65.9	37.291	94.7	37.303
2	31.3	37.798	63.0	38.154	93.6	37.466
3	30.4	37.648	62.0	37.387	94.5	37.261
4	31.8	37.717	63.2	37.430	93.3	37.292
5	31.3	37.909	62.9	38.099	95.1	37.339
6	30.3	37.291	63.7	37.588	93.4	37.665
7	31.6	37.855	62.6	37.318	94.5	37.056
8	30.8	37.284	63.0	37.644	92.7	37.908
9	32.4	37.969	63.8	37.291	96.6	37.423
10	32.9	37.475	63.2	37.756	95.4	37.436
mean		37.617		37.596		37.415
SD		0.279		0.321		0.234
%RSD _{lab}		0.743		0.854		0.627
%RSD _{Exp.}		1.515		1.515		1.515
HORRAT		0.490		0.563		0.414

ตารางที่ 18 การตรวจสอบ Ruggedness จากการใช้ความเข้มข้น 3 ความเข้มข้น ของ cypermethrin ในสูตร
ผลิตภัณฑ์ สูตร 35 % W/V EC

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 1.0 mg/ml		ความเข้มข้น 1.5 mg/ml	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	36.2	33.786	74.9	35.189	109.0	35.117
2	37.1	33.057	74.3	36.661	108.1	35.937
3	36.2	32.712	75.8	35.771	107.1	36.115
4	34.1	34.466	77.7	35.33	108.1	35.793
5	32.7	33.716	74.3	35.911	106.2	35.164
6	35.2	34.185	71.0	37.460	109.5	34.990
7	36.6	34.745	76.3	35.839	107.1	35.912
8	39.7	34.049	79.2	35.761	105.2	36.003
9	39.1	33.643	82.9	35.413	106.7	35.462
10	39.3	33.325	82.9	35.881	108.1	35.278
Mean		33.768		35.922		35.577
SD		0.626		0.676		0.420
%RSD _{lab}		1.855		1.883		1.181
%RSD _{Exp.}		1.546		1.546		1.546
HORRAT		1.200		1.218		0.764

ตารางที่ 19 การตรวจสอบ Ruggedness จากการศึกษาวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ detramethrin ในสูตร
ผลิตภัณฑ์ 3 %w/v EC

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 0.5 mg/ml	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	428.0	3.680	824.1	3.771	1246.2	3.498
2	436.7	3.677	830.1	3.806	1244.4	3.656
3	422.2	3.664	837.1	3.755	1244.6	3.547
4	413.3	3.712	837.8	3.748	1250.2	3.626
5	414.8	3.630	841.7	3.870	1246.7	3.592
6	410.4	3.599	838.5	3.835	1247.1	3.599
7	411.7	3.555	827.4	3.744	1247.0	3.478
8	409.3	3.613	843.9	3.867	1245.2	3.583
9	408.5	3.597	824.1	3.710	1245.6	3.419
10	412.0	3.588	853.2	3.725	1240.1	3.442
mean		3.632		3.783		3.544
SD		0.050		0.058		0.081
%RSD _{lab}		1.370		1.530		2.280
%RSD _{Exp.}		2.238		2.238		2.238
HORRAT		0.612		0.684		1.019

ตารางที่ 20 การตรวจสอบ Ruggednessจากการวิเคราะห์ 3 ความเข้มข้น ของ carbaryl ในสูตร

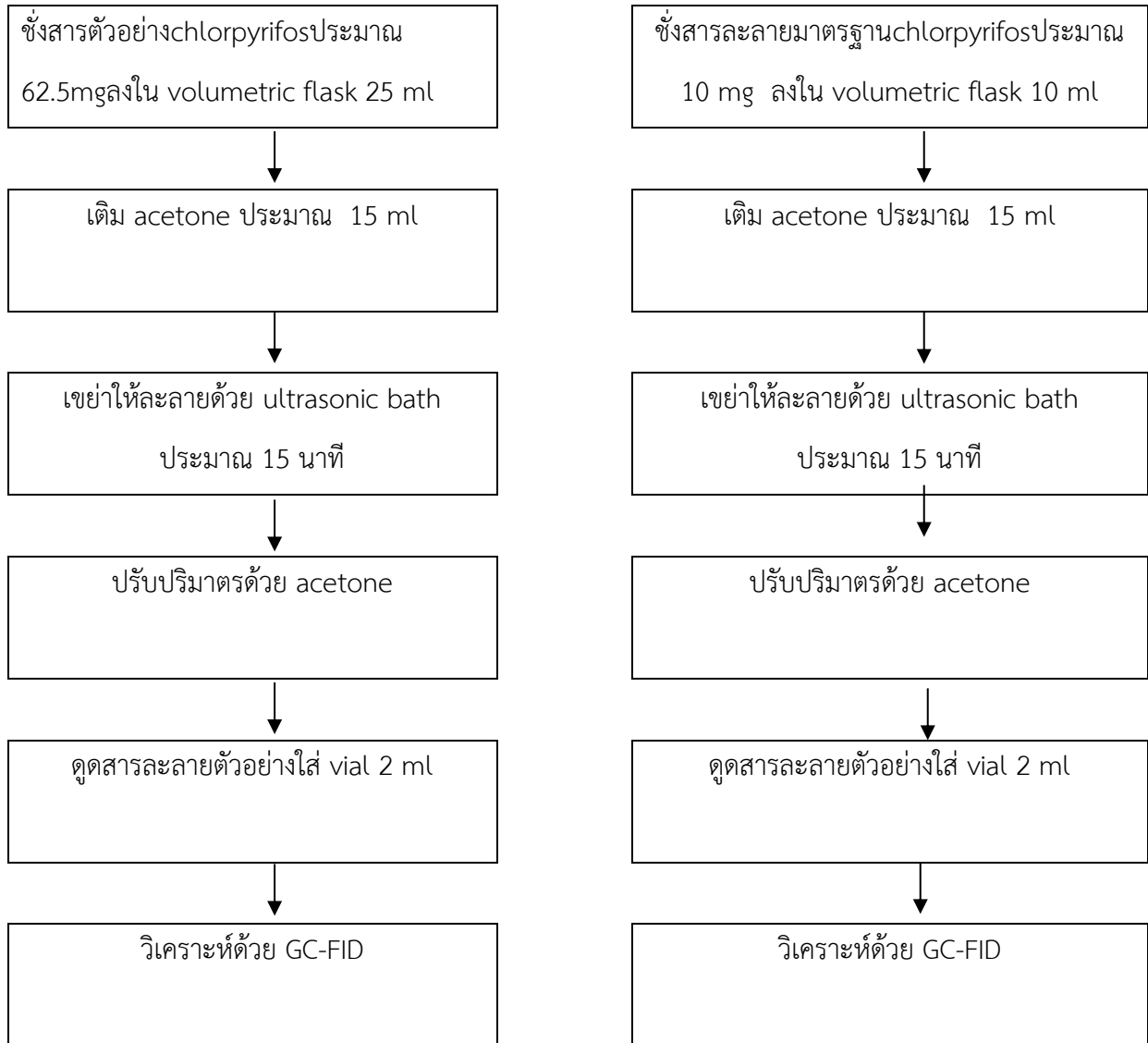
ผลิตภัณฑ์ 85 % W/W WP

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml		ความเข้มข้น 1.0 mg/ml		ความเข้มข้น 1.5 mg/ml	
	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W	นน.ตัวอย่าง mg	% ที่ตรวจพบ W/W
1	15.3	86.097	29.0	85.607	44.2	86.038
2	14.8	85.927	29.1	85.079	44.0	84.984
3	15.5	85.217	29.7	85.537	43.9	85.360
4	15.1	84.794	30.2	85.443	44.0	85.603
5	15.7	86.947	29.4	84.601	44.6	84.380
6	14.9	84.520	29.9	84.579	44.7	86.901
7	14.8	85.694	29.1	84.492	44.8	84.073
8	14.5	84.088	29.8	84.712	44.7	84.445
9	14.7	84.388	28.8	85.175	43.1	84.062
10	15.2	86.456	29.4	85.920	43.3	84.215
mean		85.413		85.115		85.006
SD		0.959		0.504		0.956
%RSD _{lab}		1.123		0.592		1.125
%RSD _{Exp.}		1.353		1.353		1.353
HORRAT		0.830		0.437		0.832

ภาคผนวก 7

การประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบการหาปริมาณ chlorpyrifos ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตราย ทางการเกษตร

1 ขั้นตอนการวิเคราะห์



2 สูตรการคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ในตัวอย่าง

$$\text{chlorpyrifos content} = \frac{H_w \times f \times D_w \times SG}{W \times D_s}$$

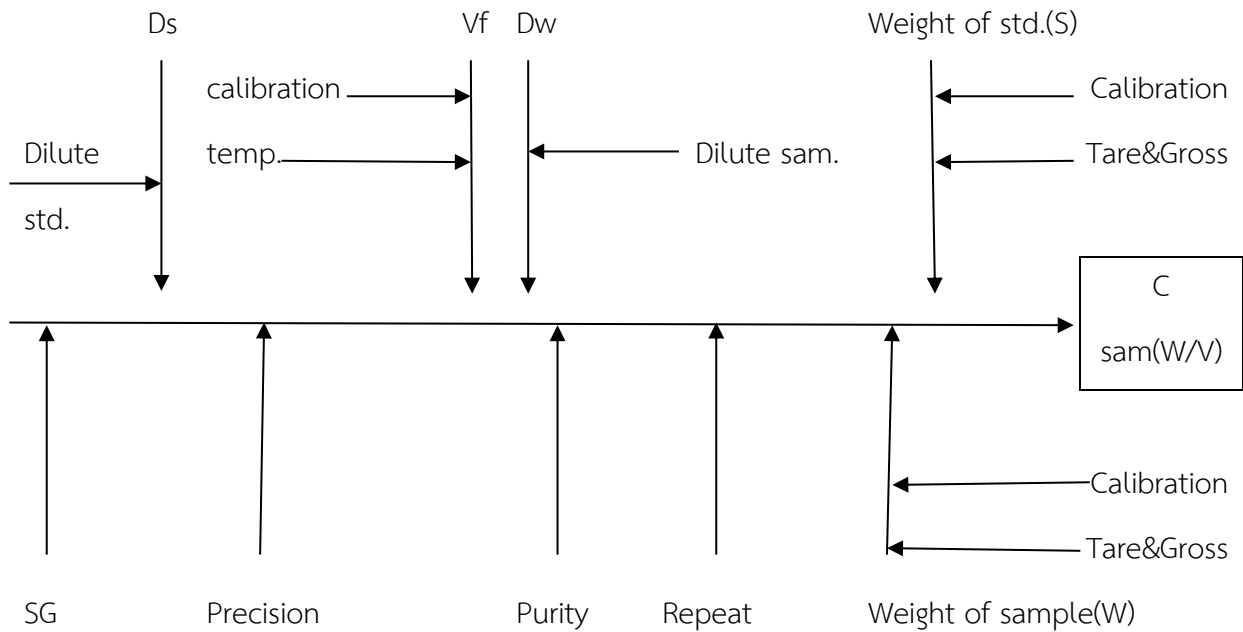
เมื่อ

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

โดยที่

- S = น้ำหนักของ chlorpyrifos ในสารละลายมาตรฐาน
- P = เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของสารมาตรฐาน chlorpyrifos
- H_s = พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของ chlorpyrifos ในสารละลายมาตรฐาน
- w = น้ำหนักของสารตัวอย่าง
- H_w = พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของ chlorpyrifos ในสารละลายตัวอย่าง
- D_w = ความเจือจางของตัวอย่าง
- D_s = ความเจือจางของสารมาตรฐาน
- SG = ค่าความถ่วงจำเพาะ(ถ.พ.)

3 แผนภูมิแก๊งปลาแสดงแหล่งของความไม่แน่นอน



4แหล่งของความไม่แน่นอน

4.1 ความไม่แน่นอนจากการชั่งสารมาตรฐาน(U_s)

4.1.1 U_{pre} : จากการทำให้ daily check

ซ้ำที่	น้ำหนัก (g)
1	10.001
2	9.9998
3	9.9999
4	10.0001
5	9.9999
6	10.0001
7	9.9999
8	9.9998
9	9.9999
10	10.0000
Mean	9.99995
SD	0.000118

$$\begin{aligned} \text{ค่า } U_{pre} &= \text{SD} \\ &= 0.000118 \text{ g} \end{aligned}$$

4.1.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบเครื่องชั่ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %
ที่ 0.0100 g ค่า Uncertainty จากการสอบเทียบเครื่องชั่ง (a) = 0.000088 ml

$$\begin{aligned} \text{ค่าการกระจายตัว (k)} &= 2 \quad (\text{ที่ระดับความเชื่อมั่น 95\%}) \\ U_{cal} &= \frac{a}{2} = \frac{0.000088}{2} \\ &= 0.000044\text{g} \end{aligned}$$

4.1.3 รวมค่า Uncertainty จากการชั่งสารมาตรฐาน

$$\begin{aligned}
 U_w &= \sqrt{(U_{\text{calgross}})^2 + (U_{\text{pregross}})^2 + (U_{\text{caltaer}})^2 + (U_{\text{pretare}})^2} \\
 &= \sqrt{(0.000044)^2 + (0.000118)^2 + (0.000044)^2 + (0.000118)^2} \\
 &= 0.000178\text{g}
 \end{aligned}$$

4.2 ความไม่แน่นอนจากการชั่งสารตัวอย่าง(U_w)

4.2.1 U_{pre} : จากการทำ daily check

ซ้ำที่	น้ำหนัก (g)
1	10.001
2	9.9998
3	9.9999
4	10.0001
5	9.9999
6	10.0001
7	9.9999
8	9.9998
9	9.9999
10	10.0000
Mean	9.99995
SD	0.000118

$$\begin{aligned}
 \text{ค่า } U_{\text{pre}} &= \text{SD} \\
 &= 0.000118 \text{ g}
 \end{aligned}$$

4.2.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบเครื่องชั่ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

ที่ 99.9999 g ค่า Uncertainty จากการสอบเทียบเครื่องชั่ง (a) = 0.00016 g

ค่าการกระจายตัว (k) = 2 (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%)

$$\begin{aligned}U_{cal} &= \frac{a}{2} = \frac{0.00016}{2} \\ &= 0.00008 \text{ g}\end{aligned}$$

4.2.3 รวมค่า Uncertainty จากการชั่งสารมาตรฐาน

$$\begin{aligned}U_w &= \sqrt{(U_{calgross})^2 + (U_{pregross})^2 + (U_{caltaer})^2 + (U_{pretare})^2} \\ &= \sqrt{(0.00008)^2 + (0.000118)^2 + (0.00008)^2 + (0.000118)^2} \\ &= 0.000202 \text{ g}\end{aligned}$$

4.3 ความไม่แน่นอนจากความบริสุทธิ์ (purity) ของสารมาตรฐาน (U_p)

ความไม่แน่นอนของ Purity ของสารมาตรฐานมีลักษณะการกระจายแบบ rectangular

$$\text{Purity} = 99.9 \pm 0.5 \%$$

$$\text{หรือ} = 0.999 \pm 0.005$$

$$U_p = \frac{0.005}{\sqrt{3}} = 0.002887$$

4.4 ความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน (U_{DS})

4.4.1 ความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบ $U_{vol cal}$

Volumetric flask 10 ml มีค่า Uncertainty = ± 0.0060 มีการกระจายแบบ triangular

$$U_{vol10cal} = \frac{0.0060}{\sqrt{6}} = 0.002449$$

4.4.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ตามอุณหภูมิ

U_{temp}

$$\text{ช่วงอุณหภูมิ (°C) ที่เปลี่ยนแปลงไปจากจุดสอบเทียบ} = \Delta t = 2 \text{ °C}$$

$$\text{การขยายตัวตามปริมาตรของ Organic Solvent} = \alpha = 1 \times 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$$

$$\text{ปริมาตรเครื่องแก้ว (ml)} = V = 10 \text{ ml}$$

$$\text{ค่าการกระจายตัวแบบ Rectangular (k)} = \sqrt{3}$$

$$U_{\text{temp}} = (\alpha \times V \times \Delta t) / \sqrt{3}$$

$$= \frac{1 \times 10^{-3} \times 10 \times 2}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.011547 \text{ ml}$$

รวมค่าความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน $U_{\text{vol std}}$

$$U_{\text{vol std}} = \sqrt{(U_{\text{temp std}})^2 + (U_{\text{vol 10 cal}})^2}$$

$$= \sqrt{0.002449^2 + 0.011547^2}$$

$$= 0.011804 \text{ ml}$$

4.5 ความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารตัวอย่าง U_{DW}

4.5.1 ความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบ $U_{\text{vol cal}}$

Volumetric flask 25 ml มีค่า Uncertainty = ± 0.0065 มีการกระจายแบบ triangular

$$U_{\text{vol 10 cal}} = \frac{0.0065}{\sqrt{6}} = 0.002654$$

4.5.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ตามอุณหภูมิ

U_{temp}

$$\text{ช่วงอุณหภูมิ(}^{\circ}\text{C)ที่เปลี่ยนแปลงไปจากจุดสอบเทียบ} = \Delta t = 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\text{การขยายตัวตามปริมาตรของ Organic Solvent} = \alpha = 1 \times 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$$

$$\text{ปริมาตรเครื่องแก้ว (ml)} = V = 25 \text{ ml}$$

$$\text{ค่าการกระจายตัวแบบ Rectangular (k)} = \sqrt{3}$$

$$U_{\text{temp}} = (\alpha \times V \times \Delta t) / \sqrt{3}$$

$$= \frac{1 \times 10^{-3} \times 25 \times 2}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.028868 \text{ ml}$$

รวมค่าความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน $U_{\text{vol std}}$

$$\begin{aligned}
 U_{\text{vol sam}} &= \sqrt{(U_{\text{tempstd}})^2 + (U_{\text{vol 10 cal}})^2} \\
 &= \sqrt{0.028868^2 + 0.002654^2} \\
 &= 0.028989 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

4.6 ค่าความไม่แน่นอนจากการทำ precision (U_{prec})

นำข้อมูลจากการหาความเที่ยง ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ มาหาค่าความไม่แน่นอน

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml	ความเข้มข้น 1.0 mg/ml	ความเข้มข้น 1.5 mg/ml
1	37.35	38.03	38.07
2	37.39	37.80	37.91
3	37.74	38.10	36.88
4	37.76	37.89	38.00
5	37.62	37.24	37.99
6	37.27	37.83	38.54
7	37.58	37.91	37.51
8	37.94	38.70	37.08
9	37.78	38.08	37.38
10	37.71	37.96	37.57
Mean	37.61	37.95	37.69
SD	0.216	0.357	0.501
RSD	0.00574	0.00941	0.01328

$$U_{\text{prec}} = \sqrt{\frac{(n1-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}_1}\right)^2 + (n2-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}_2}\right)^2 + (n3-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}_3}\right)^2}{n1+n2+n3-3}}$$

$$= \sqrt{\frac{(10-1)\left(\frac{0.216}{37.61}\right)^2 + (10-1)\left(\frac{0.357}{37.95}\right)^2 + (10-1)\left(\frac{0.501}{37.69}\right)^2}{10+10+10-3}}$$

$$= 0.009387$$

4.7 ค่าความไม่แน่นอนจากการทำซ้ำ (U_{repeat})

นำข้อมูลที่มีความเข้มข้น 1.0 mg/ml มาใช้ในการหาค่าความไม่แน่นอน

ครั้งที่	ความเข้มข้น 1.0 mg/ml
1	38.03
2	37.80
3	38.10
4	37.89
5	37.24
6	37.83
7	37.91
8	38.70
9	38.08
10	37.96
Mean	37.95
SD	0.357

$$U_{\text{prec}} = SD/\sqrt{n}$$

$$= 0.357/\sqrt{10}$$

$$= 0.112893$$

4.8 ค่าความไม่แน่นอนจากความถ่วงจำเพาะ(U_{SG})

$$U_{SG} = \frac{SD}{\sqrt{3}}$$

$$SD = 0.00021$$

$$= \frac{0.00021}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.000121$$

7.5 การประเมินค่าความไม่แน่นอนของการทดสอบ

แหล่งที่มา	Value(X)	U_x	$RSU(U_x/X)$	RSU^2
การชั่งสารมาตรฐาน(S)	10mg	0.000178	0.000018	0.0000000003
การชั่งสารตัวอย่าง (W)	25 mg	0.000202	0.000003	0.0000000000
ปริมาตรที่ใช้เตรียมสารมาตรฐาน(Ds)	10ml	0.011804	0.001180	0.0000013933
ปริมาตรที่ใช้เตรียมสารมาตรฐาน(Dw)	25ml	0.028989	0.001160	0.0000013446
Purity ของสารมาตรฐาน (P)	0.999	0.00288	0.002883	0.0000083110
Precision(perc)	37.75%W/W	0.009387	0.000249	0.0000000618
Repeat (Re)	37.95%W/W	0.112893	0.002975	0.0000088493
Specific gravity(SG)	10ml	0.000121	0.000012	0.0000000001
ΣRSU				0.0000199606

$$U_C = C_{sam} \sqrt{RSD_s^2 + RSD_w^2 + RSD_p^2 + RSD_{Dw}^2 + RSD_{prec}^2 + RSD_{re}^2 + RSD_{SG}^2}$$

$$U_C = 40 \sqrt{0.000018^2 + 0.000003^2 + 0.001188^2 + 0.001160^2 + 0.00249^2 + 0.002975^2 + 0.0000121^2}$$

$$= 40 \times 0.004468$$

$$= 0.178709$$

$$U_E = 2 \times U_C$$

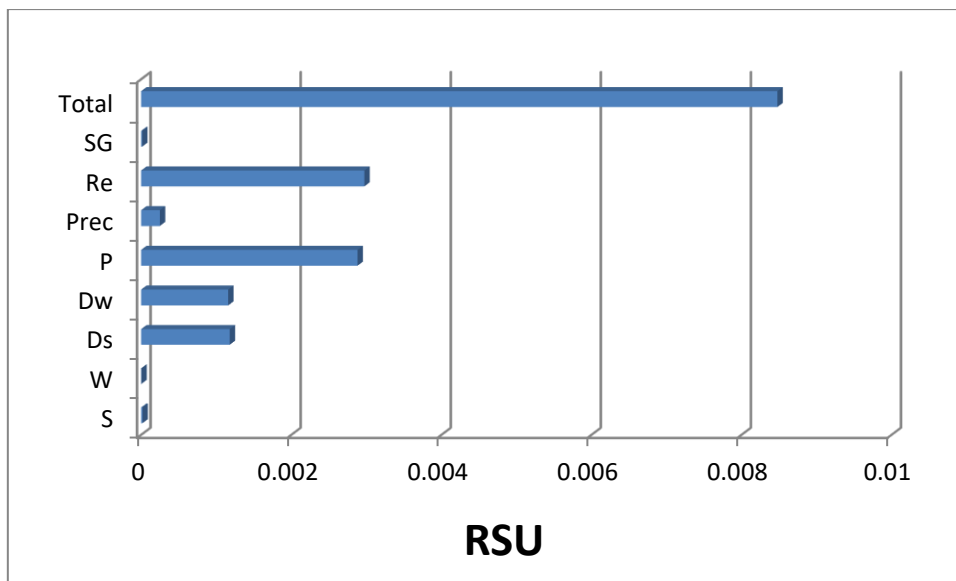
$$= 0.357418$$

$$= 0.36$$

7.6 การรายงานค่าความไม่แน่นอนในการวัด

ปริมาณสารออกฤทธิ์ Chlorpyrifos = 40.0% W/V \pm 0.36 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

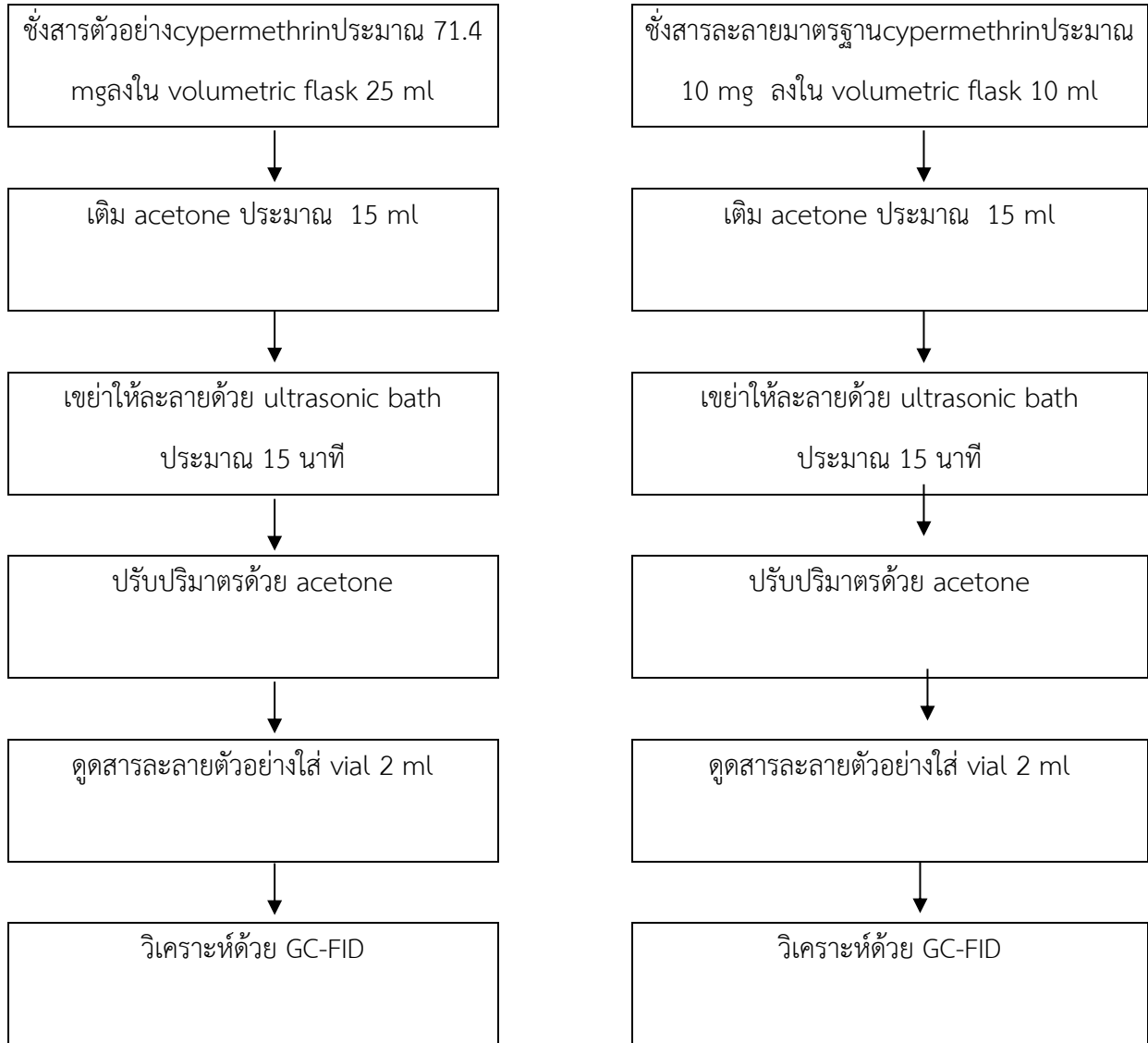
7.7 Histogram แสดงแหล่งที่มาของความไม่แน่นอน



การประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบการหาปริมาณ cypermethrin ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตราย

ทางการเกษตร

1 ขั้นตอนการวิเคราะห์



2 สูตรการคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ในตัวอย่าง

$$\text{cypermethrin content} = \frac{H_w \times f \times D_w \times SG}{W \times D_s}$$

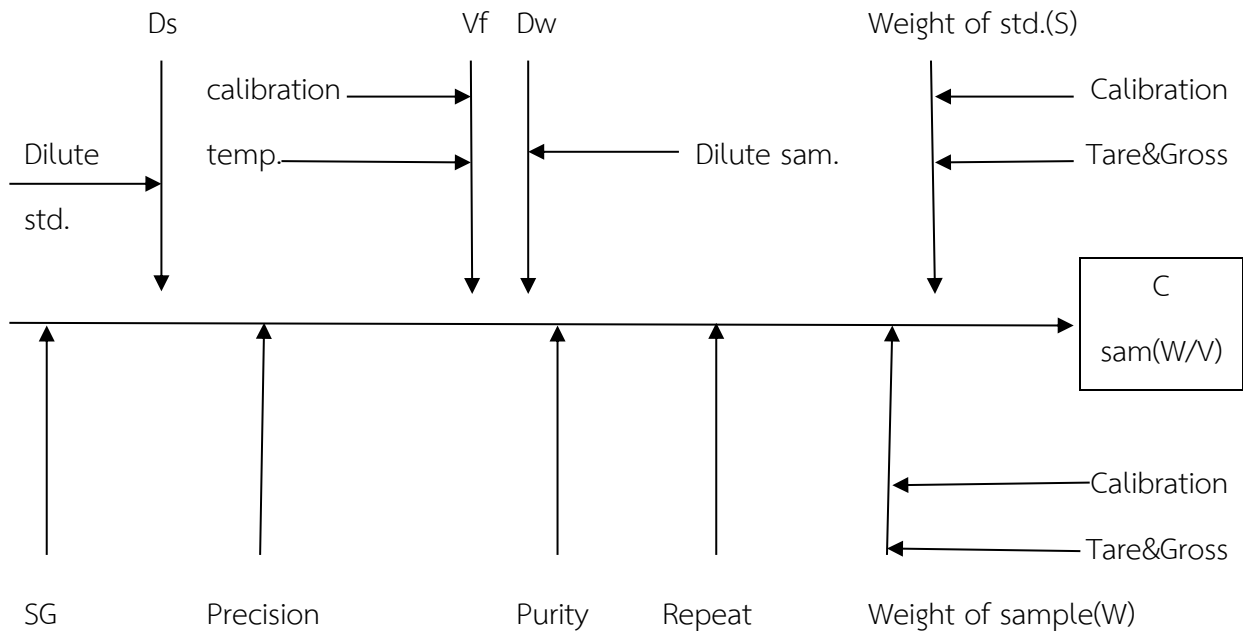
เมื่อ

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

โดยที่

- S = น้ำหนักของ cypermethrin ในสารละลายมาตรฐาน
- P = เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของสารมาตรฐาน cypermethrin
- H_s = พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของ cypermethrin ในสารละลายมาตรฐาน
- w = น้ำหนักของสารตัวอย่าง
- H_w = พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของ cypermethrin ในสารละลายตัวอย่าง
- D_w = ความเจือจางของตัวอย่าง
- D_s = ความเจือจางของสารมาตรฐาน
- SG = ค่าความถ่วงจำเพาะ(ถ.พ.)

3 แผนภูมิแก๊งปลาแสดงแหล่งของความไม่แน่นอน



4 แหล่งของความไม่แน่นอน

4.1 ความไม่แน่นอนจากการชั่งสารมาตรฐาน(U_s)

4.1.1 U_{pre} : จากการทำให้ daily check

ซ้ำที่	น้ำหนัก (g)
1	10.001
2	9.9998
3	9.9999
4	10.0001
5	9.9999
6	10.0001
7	9.9999
8	9.9998
9	9.9999
10	10.0000
Mean	9.99995
SD	0.000118

$$\begin{aligned} \text{ค่า } U_{pre} &= \text{SD} \\ &= 0.000118 \text{ g} \end{aligned}$$

4.1.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบเครื่องชั่ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %
ที่ 0.0100 g ค่า Uncertainty จากการสอบเทียบเครื่องชั่ง (a) = 0.000088 ml

$$\begin{aligned} \text{ค่าการกระจายตัว (k)} &= 2 \quad (\text{ที่ระดับความเชื่อมั่น 95\%}) \\ U_{cal} &= \frac{a}{2} = \frac{0.000088}{2} \\ &= 0.000044\text{g} \end{aligned}$$

4.1.3 รวมค่า Uncertainty จากการชั่งสารมาตรฐาน

$$\begin{aligned}
 U_w &= \sqrt{(U_{\text{calgross}})^2 + (U_{\text{pregross}})^2 + (U_{\text{caltaer}})^2 + (U_{\text{pretare}})^2} \\
 &= \sqrt{(0.000044)^2 + (0.000118)^2 + (0.000044)^2 + (0.000118)^2} \\
 &= 0.000178\text{g}
 \end{aligned}$$

4.2 ความไม่แน่นอนจากการชั่งสารตัวอย่าง(U_w)

4.2.1 U_{pre} : จากการทำ daily check

ซ้ำที่	น้ำหนัก (g)
1	10.001
2	9.9998
3	9.9999
4	10.0001
5	9.9999
6	10.0001
7	9.9999
8	9.9998
9	9.9999
10	10.0000
Mean	9.99995
SD	0.000118

$$\begin{aligned}
 \text{ค่า } U_{\text{pre}} &= \text{SD} \\
 &= 0.000118 \text{ g}
 \end{aligned}$$

4.2.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบเครื่องชั่ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

ที่ 99.9999 g ค่า Uncertainty จากการสอบเทียบเครื่องชั่ง (a) = 0.00016 g

ค่าการกระจายตัว (k) = 2 (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%)

$$\begin{aligned}U_{cal} &= \frac{a}{2} = \frac{0.00016}{2} \\ &= 0.00008 \text{ g}\end{aligned}$$

4.2.3 รวมค่า Uncertainty จากการชั่งสารมาตรฐาน

$$\begin{aligned}U_w &= \sqrt{(U_{calgross})^2 + (U_{pregross})^2 + (U_{caltaer})^2 + (U_{pretare})^2} \\ &= \sqrt{(0.00008)^2 + (0.000118)^2 + (0.00008)^2 + (0.000118)^2} \\ &= 0.000202 \text{ g}\end{aligned}$$

4.3 ความไม่แน่นอนจากความบริสุทธิ์ (purity) ของสารมาตรฐาน (U_p)

ความไม่แน่นอนของ Purity ของสารมาตรฐานมีลักษณะการกระจายแบบ rectangular

$$\text{Purity} = 98.27 \%$$

$$\text{หรือ} = 0.9827 \pm 0.00173$$

$$U_p = \frac{0.00173}{\sqrt{3}} = 0.0009988$$

4.4 ความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน (U_{DS})

4.4.1 ความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบ $U_{vol cal}$

Volumetric flask 10 ml มีค่า Uncertainty = ± 0.0060 มีการกระจายแบบ triangular

$$U_{vol10cal} = \frac{0.0060}{\sqrt{6}} = 0.002449$$

4.4.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ตามอุณหภูมิ

U_{temp}

$$\text{ช่วงอุณหภูมิ (°C) ที่เปลี่ยนแปลงไปจากจุดสอบเทียบ} = \Delta t = 2 \text{ °C}$$

$$\text{การขยายตัวตามปริมาตรของ Organic Solvent} = \alpha = 1 \times 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$$

$$\text{ปริมาตรเครื่องแก้ว (ml)} = V = 10 \text{ ml}$$

$$\text{ค่าการกระจายตัวแบบ Rectangular (k)} = \sqrt{3}$$

$$U_{\text{temp}} = (\alpha \times V \times \Delta t) / \sqrt{3}$$

$$= \frac{1 \times 10^{-3} \times 10 \times 2}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.011547 \text{ ml}$$

รวมค่าความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน $U_{\text{vol std}}$

$$U_{\text{vol std}} = \sqrt{(U_{\text{temp std}})^2 + (U_{\text{vol 10 cal}})^2}$$

$$= \sqrt{0.002449^2 + 0.011547^2}$$

$$= 0.011804 \text{ ml}$$

4.5 ความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารตัวอย่าง U_{DW}

4.5.1 ความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบ $U_{\text{vol cal}}$

Volumetric flask 25 ml มีค่า Uncertainty = ± 0.0065 มีการกระจายแบบ triangular

$$U_{\text{vol 10 cal}} = \frac{0.0065}{\sqrt{6}} = 0.002654$$

4.5.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ตามอุณหภูมิ

U_{temp}

$$\text{ช่วงอุณหภูมิ(}^{\circ}\text{C)ที่เปลี่ยนแปลงไปจากจุดสอบเทียบ} = \Delta t = 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\text{การขยายตัวตามปริมาตรของ Organic Solvent} = \alpha = 1 \times 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$$

$$\text{ปริมาตรเครื่องแก้ว (ml)} = V = 25 \text{ ml}$$

$$\text{ค่าการกระจายตัวแบบ Rectangular (k)} = \sqrt{3}$$

$$U_{\text{temp}} = (\alpha \times V \times \Delta t) / \sqrt{3}$$

$$= \frac{1 \times 10^{-3} \times 25 \times 2}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.028868 \text{ ml}$$

รวมค่าความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน $U_{\text{vol std}}$

$$\begin{aligned} U_{\text{vol sam}} &= \sqrt{(U_{\text{tempstd}})^2 + (U_{\text{vol 10 cal}})^2} \\ &= \sqrt{0.028868^2 + 0.002654^2} \\ &= 0.028989 \text{ ml} \end{aligned}$$

4.6 ค่าความไม่แน่นอนจากการทำ precision (U_{prec})

นำข้อมูลจากการหาความเที่ยง ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ มาหาค่าความไม่แน่นอน

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml	ความเข้มข้น 1.0 mg/ml	ความเข้มข้น 1.5 mg/ml
1	35.768	34.758	35.094
2	35.678	35.595	35.065
3	35.340	34.336	34.843
4	35.168	34.659	34.664
5	35.651	34.836	35.142
6	33.827	35.131	35.066
7	34.816	34.789	35.048
8	34.366	35.427	35.746
9	36.417	34.653	35.262
10	35.683	34.816	34.888
Mean	35.683	34.895	35.082
SD	0.759	0.381	0.288
RSD	0.02152	0.01093	0.00822

$$U_{\text{prec}} = \sqrt{\frac{(n1-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}1}\right)^2 + (n2-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}2}\right)^2 + (n3-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}3}\right)^2}{n1+n2+n3-3}}$$

$$= \sqrt{\frac{(10-1)\left(\frac{0.759}{35.683}\right)^2 + (10-1)\left(\frac{0.381}{34.895}\right)^2 + (10-1)\left(\frac{0.288}{35.082}\right)^2}{10+10+10-3}}$$

$$= 0.013557$$

4.7 ค่าความไม่แน่นอนจากการทำซ้ำ (U_{repeat})

นำข้อมูลที่มีความเข้มข้น 1.0 mg/ml มาใช้ในการหาค่าความไม่แน่นอน

ครั้งที่	ความเข้มข้น 1.0 mg/ml
1	34.758
2	35.595
3	34.336
4	34.659
5	34.836
6	35.131
7	34.789
8	35.427
9	34.653
10	34.816
Mean	34.895
SD	0.381

$$U_{\text{prec}} = SD/\sqrt{n}$$

$$= 0.381/\sqrt{10}$$

$$= 0.120483$$

4.8 ค่าความไม่แน่นอนจากความถ่วงจำเพาะ(U_{SG})

$$U_{SG} = \frac{SD}{\sqrt{3}}$$

$$SD = 0.00021$$

$$= \frac{0.00021}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.000121$$

7.5 การประเมินค่าความไม่แน่นอนของการทดสอบ

แหล่งที่มา	Value(X)	U_x	$RSU(U_x/X)$	RSU^2
การชั่งสารมาตรฐาน(S)	10 mg	0.000178	0.000018	0.0000000003
การชั่งสารตัวอย่าง (W)	62.5 mg	0.000202	0.000003	0.0000000000
ปริมาตรที่ใช้เตรียมสารมาตรฐาน(Ds)	10 ml	0.011804	0.001180	0.0000013933
ปริมาตรที่ใช้เตรียมสารมาตรฐาน(Dw)	25 ml	0.028989	0.001160	0.0000013446
Purity ของสารมาตรฐาน (P)	0.982	0.009988	0.010171	0.0001034509
Precision(perc)	35.08 %W/W	0.013557	0.000386	0.0000001494
Repeat (Re)	34.82 %W/W	0.120483	0.003461	0.0000119755
Specific gravity(SG)	10 ml	0.000121	0.000012	0.0000000001
ΣRSU				0.0001183141

$$U_C = C_{sam} \sqrt{RSD_s^2 + RSD_w^2 + RSD_p^2 + RSD_{Dw}^2 + RSD_{perc}^2 + RSD_{re}^2 + RSD_{SG}^2}$$

$$U_C = 35 \times \sqrt{0.000018^2 + 0.000003^2 + 0.001188^2 + 0.010171^2 + 0.000386^2 + 0.003461^2 + 0.0000121^2}$$

$$= 35 \times 0.010877$$

$$= 0.380703$$

$$U_E = 2 \times U_C$$

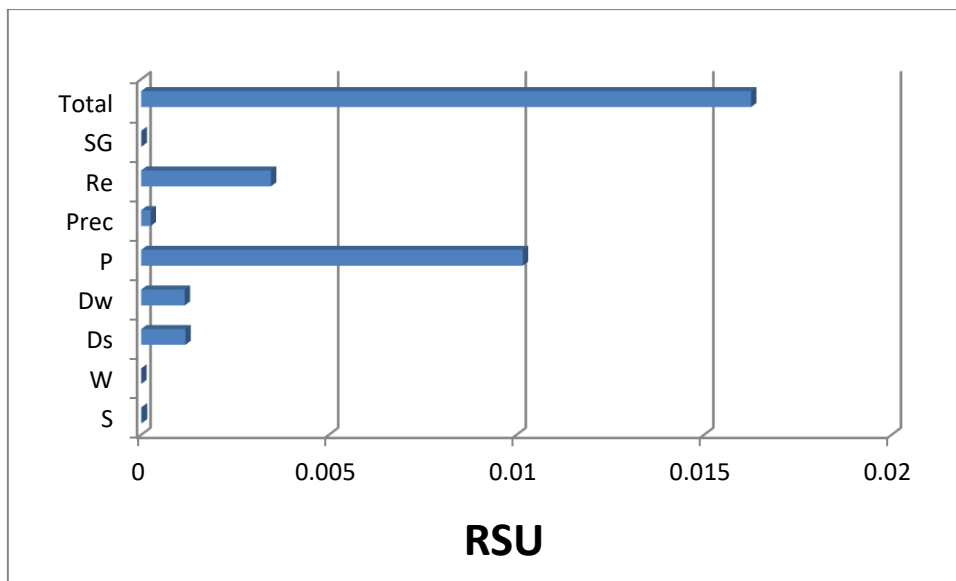
$$= 0.761406$$

$$= 0.76$$

7.6 การรายงานค่าความไม่แน่นอนในการวัด

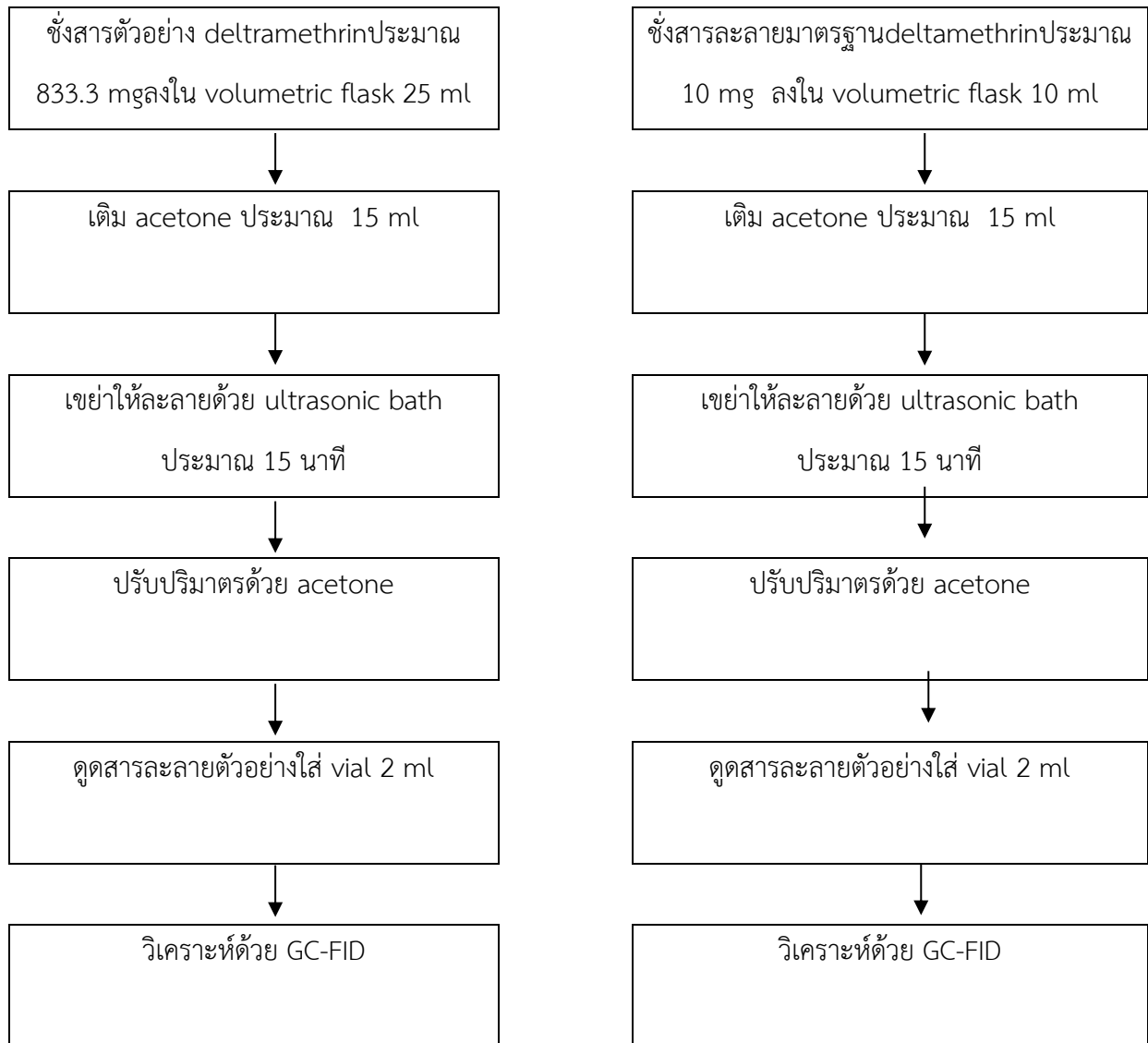
ปริมาณสารออกฤทธิ์ Cypermethrin = 35.0% W/V \pm 0.76 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

7.7 Histogram แสดงแหล่งที่มาของความไม่แน่นอน



การประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบการหาปริมาณ deltamethrin ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตราย
ทางการเกษตร

1 ขั้นตอนการวิเคราะห์



2 สูตรการคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ในตัวอย่าง

$$\text{deltamethrin content} = \frac{H_w \times f \times D_w \times SG}{W \times D_s}$$

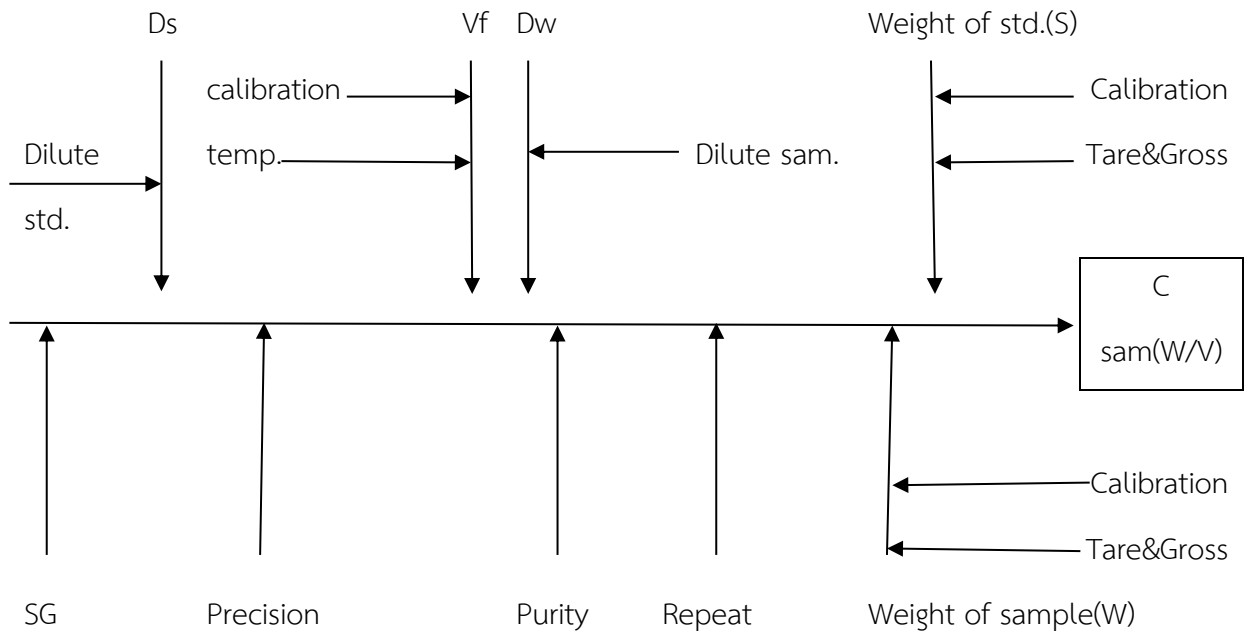
เมื่อ

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

โดยที่

- S = น้ำหนักของ deltamethrin ในสารละลายมาตรฐาน
- P = เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของสารมาตรฐาน chlorpyrifos
- H_s = พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของ deltamethrin ในสารละลายมาตรฐาน
- w = น้ำหนักของสารตัวอย่าง
- H_w = พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของ deltamethrin ในสารละลายตัวอย่าง
- D_w = ความเจือจางของตัวอย่าง
- D_s = ความเจือจางของสารมาตรฐาน
- SG = ค่าความถ่วงจำเพาะ(ถ.พ.)

3 แผนภูมิแกงปลาแสดงแหล่งของความไม่แน่นอน



4 แหล่งของความไม่แน่นอน

4.1 ความไม่แน่นอนจากการชั่งสารมาตรฐาน(U_s)

4.1.1 U_{pre} : จากการทำให้ daily check

ซ้ำที่	น้ำหนัก (g)
1	10.001
2	9.9998
3	9.9999
4	10.0001
5	9.9999
6	10.0001
7	9.9999
8	9.9998
9	9.9999
10	10.0000
Mean	9.99995
SD	0.000118

$$\begin{aligned} \text{ค่า } U_{pre} &= \text{SD} \\ &= 0.000118 \text{ g} \end{aligned}$$

4.1.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบเครื่องชั่ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %
ที่ 0.0100 g ค่า Uncertainty จากการสอบเทียบเครื่องชั่ง (a) = 0.000088 ml

$$\begin{aligned} \text{ค่าการกระจายตัว (k)} &= 2 \quad (\text{ที่ระดับความเชื่อมั่น 95\%}) \\ U_{cal} &= \frac{a}{2} = \frac{0.000088}{2} \\ &= 0.000044\text{g} \end{aligned}$$

4.1.3 รวมค่า Uncertainty จากการชั่งสารมาตรฐาน

$$\begin{aligned}
 U_w &= \sqrt{(U_{\text{calgross}})^2 + (U_{\text{pregross}})^2 + (U_{\text{caltaer}})^2 + (U_{\text{pretare}})^2} \\
 &= \sqrt{(0.000044)^2 + (0.000118)^2 + (0.000044)^2 + (0.000118)^2} \\
 &= 0.000178\text{g}
 \end{aligned}$$

4.2 ความไม่แน่นอนจากการชั่งสารตัวอย่าง(U_w)

4.2.1 U_{pre} : จากการทำ daily check

ซ้ำที่	น้ำหนัก (g)
1	10.001
2	9.9998
3	9.9999
4	10.0001
5	9.9999
6	10.0001
7	9.9999
8	9.9998
9	9.9999
10	10.0000
Mean	9.99995
SD	0.000118

$$\begin{aligned}
 \text{ค่า } U_{\text{pre}} &= \text{SD} \\
 &= 0.000118 \text{ g}
 \end{aligned}$$

4.2.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบเครื่องชั่ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

ที่ 99.9999 g ค่า Uncertainty จากการสอบเทียบเครื่องชั่ง (a) = 0.00016 g

ค่าการกระจายตัว (k) = 2 (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%)

$$\begin{aligned}U_{cal} &= \frac{a}{2} = \frac{0.00016}{2} \\ &= 0.00008 \text{ g}\end{aligned}$$

4.2.3 รวมค่า Uncertainty จากการชั่งสารมาตรฐาน

$$\begin{aligned}U_w &= \sqrt{(U_{calgross})^2 + (U_{pregross})^2 + (U_{caltaer})^2 + (U_{pretare})^2} \\ &= \sqrt{(0.00008)^2 + (0.000118)^2 + (0.00008)^2 + (0.000118)^2} \\ &= 0.000202 \text{ g}\end{aligned}$$

4.3 ความไม่แน่นอนจากความบริสุทธิ์ (purity) ของสารมาตรฐาน (U_p)

ความไม่แน่นอนของ Purity ของสารมาตรฐานมีลักษณะการกระจายแบบ rectangular

$$\text{Purity} = 99.73 \%$$

$$\text{หรือ} = 0.9973 \pm 0.0027$$

$$U_p = \frac{0.0027}{\sqrt{3}} = 0.001559$$

4.4 ความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน (U_{DS})

4.4.1 ความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบ $U_{vol cal}$

Volumetric flask 10 ml มีค่า Uncertainty = ± 0.0060 มีการกระจายแบบ triangular

$$U_{vol10cal} = \frac{0.0060}{\sqrt{6}} = 0.002449$$

4.4.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ตามอุณหภูมิ

U_{temp}

$$\text{ช่วงอุณหภูมิ (°C) ที่เปลี่ยนแปลงไปจากจุดสอบเทียบ} = \Delta t = 2 \text{ °C}$$

$$\text{การขยายตัวตามปริมาตรของ Organic Solvent} = \alpha = 1 \times 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$$

$$\text{ปริมาตรเครื่องแก้ว (ml)} = V = 10 \text{ ml}$$

$$\text{ค่าการกระจายตัวแบบ Rectangular (k)} = \sqrt{3}$$

$$U_{\text{temp}} = (\alpha \times V \times \Delta t) / \sqrt{3}$$

$$= \frac{1 \times 10^{-3} \times 10 \times 2}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.011547 \text{ ml}$$

รวมค่าความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน $U_{\text{vol std}}$

$$U_{\text{vol std}} = \sqrt{(U_{\text{temp std}})^2 + (U_{\text{vol 10 cal}})^2}$$

$$= \sqrt{0.002449^2 + 0.011547^2}$$

$$= 0.011804 \text{ ml}$$

4.5 ความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารตัวอย่าง U_{DW}

4.5.1 ความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบ $U_{\text{vol cal}}$

Volumetric flask 25 ml มีค่า Uncertainty = ± 0.0065 มีการกระจายแบบ triangular

$$U_{\text{vol 10 cal}} = \frac{0.0065}{\sqrt{6}} = 0.002654$$

4.5.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ตามอุณหภูมิ

U_{temp}

$$\text{ช่วงอุณหภูมิ(}^{\circ}\text{C)ที่เปลี่ยนแปลงไปจากจุดสอบเทียบ} = \Delta t = 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\text{การขยายตัวตามปริมาตรของ Organic Solvent} = \alpha = 1 \times 10^{-3} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$$

$$\text{ปริมาตรเครื่องแก้ว (ml)} = V = 25 \text{ ml}$$

$$\text{ค่าการกระจายตัวแบบ Rectangular (k)} = \sqrt{3}$$

$$U_{\text{temp}} = (\alpha \times V \times \Delta t) / \sqrt{3}$$

$$= \frac{1 \times 10^{-3} \times 25 \times 2}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.028868 \text{ ml}$$

รวมค่าความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน $U_{\text{vol std}}$

$$\begin{aligned}
 U_{\text{vol sam}} &= \sqrt{(U_{\text{tempstd}})^2 + (U_{\text{vol 10 cal}})^2} \\
 &= \sqrt{0.028868^2 + 0.002654^2} \\
 &= 0.028989 \text{ ml}
 \end{aligned}$$

4.6 ค่าความไม่แน่นอนจากการทำ precision (U_{prec})

นำข้อมูลจากการหาความเที่ยง ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ มาหาค่าความไม่แน่นอน

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml	ความเข้มข้น 1.0 mg/ml	ความเข้มข้น 1.5 mg/ml
1	3.651	3.958	4.051
2	3.643	3.918	3.951
3	3.681	3.960	3.981
4	3.606	3.959	4.018
5	3.671	3.922	3.929
6	3.707	3.857	3.975
7	3.660	3.796	3.775
8	3.651	3.816	3.763
9	3.625	3.776	3.872
10	3.635	3.664	3.892
Mean	3.563	3.863	3.921
SD	0.029	0.099	0.096
RSD	0.00790	0.02561	0.02464

$$U_{\text{prec}} = \sqrt{\frac{(n1-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}_1}\right)^2 + (n2-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}_2}\right)^2 + (n3-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}_3}\right)^2}{n1+n2+n3-3}}$$

$$= \sqrt{\frac{(10-1)\left(\frac{0.029}{3.563}\right)^2 + (10-1)\left(\frac{0.099}{3.863}\right)^2 + (10-1)\left(\frac{0.096}{3.921}\right)^2}{10+10+10-3}}$$

$$= 0.019350$$

4.7 ค่าความไม่แน่นอนจากการทำซ้ำ (U_{repeat})

นำข้อมูลที่มีความเข้มข้น 1.0 mg/ml มาใช้ในการหาค่าความไม่แน่นอน

ครั้งที่	ความเข้มข้น 1.0 mg/ml
1	3.958
2	3.918
3	3.960
4	3.959
5	3.922
6	3.857
7	3.796
8	3.816
9	3.776
10	3.664
Mean	3.863
SD	0.099

$$U_{\text{re}} = \text{SD}/\sqrt{n}$$

$$= 0.099/\sqrt{10}$$

$$= 0.031307$$

4.8 ค่าความไม่แน่นอนจากความถ่วงจำเพาะ (U_{SG})

$$U_{SG} = \frac{SD}{\sqrt{3}}$$

$$SD = 0.00021$$

$$= \frac{0.00021}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.000121$$

7.5การประเมินค่าความไม่แน่นอนของการทดสอบ

แหล่งที่มา	Value(X)	U _x	RSU(U _x /X)	RSU ²
การชั่งสารมาตรฐาน(S)	10mg	0.000178	0.000018	0.0000000003
การชั่งสารตัวอย่าง (W)	833.3mg	0.000202	0.000000	0.0000000000
ปริมาตรที่ใช้เตรียมสารมาตรฐาน(Ds)	10ml	0.011804	0.001180	0.0000013933
ปริมาตรที่ใช้เตรียมสารมาตรฐาน(Dw)	25ml	0.028989	0.001160	0.0000013446
Purity ของสารมาตรฐาน (P)	0.997	0.001559	0.001564	0.0000024451
Precision(prec)	3.81%W/W	0.019350	0.005079	0.0000257936
Repeat (Re)	3.86%W/W	0.031307	0.008111	0.0000657822
Specific gravity(SG)	10ml	0.000121	0.000012	0.0000000001
				0.0000967593

$$U_C = C_{sam} \sqrt{RSD_s^2 + RSD_w^2 + RSD_p^2 + RSD_{Dw}^2 + RSD_{prec}^2 + RSD_{re}^2 + RSD_{SG}^2}$$

$$U_C = 3 \times \sqrt{0.000018^2 + 0.000003^2 + 0.001188^2 + 0.001564^2 + 0.005079^2 + 0.008111^2 + 0.0000121^2}$$

$$= 3.0 \times 0.0098366$$

$$= 0.0295099$$

$$U_E = 2 \times U_C$$

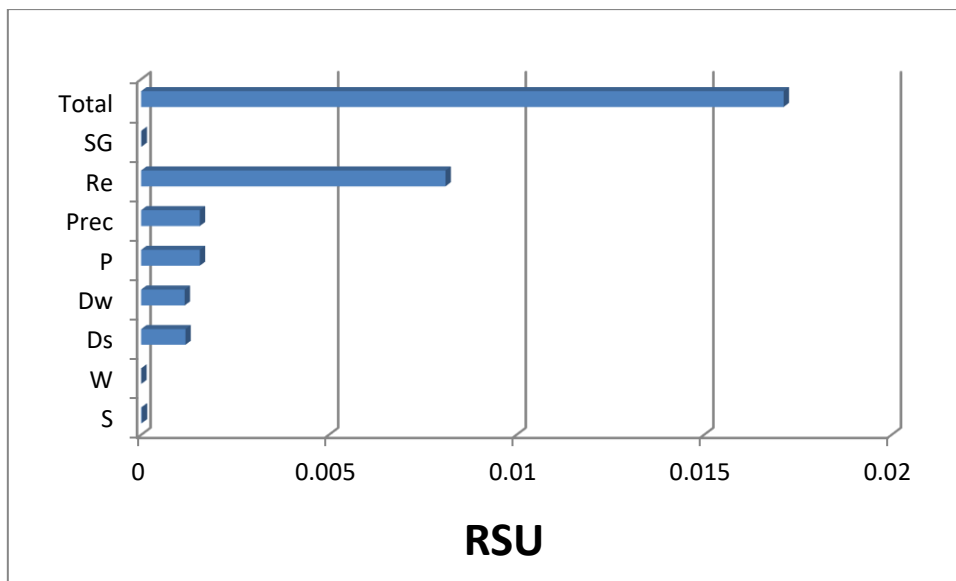
$$= 0.0590198$$

$$= 0.06$$

7.6 การรายงานค่าความไม่แน่นอนในการวัด

ปริมาณสารออกฤทธิ์ Deltramethrin = 3.0% W/V \pm 0.06 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

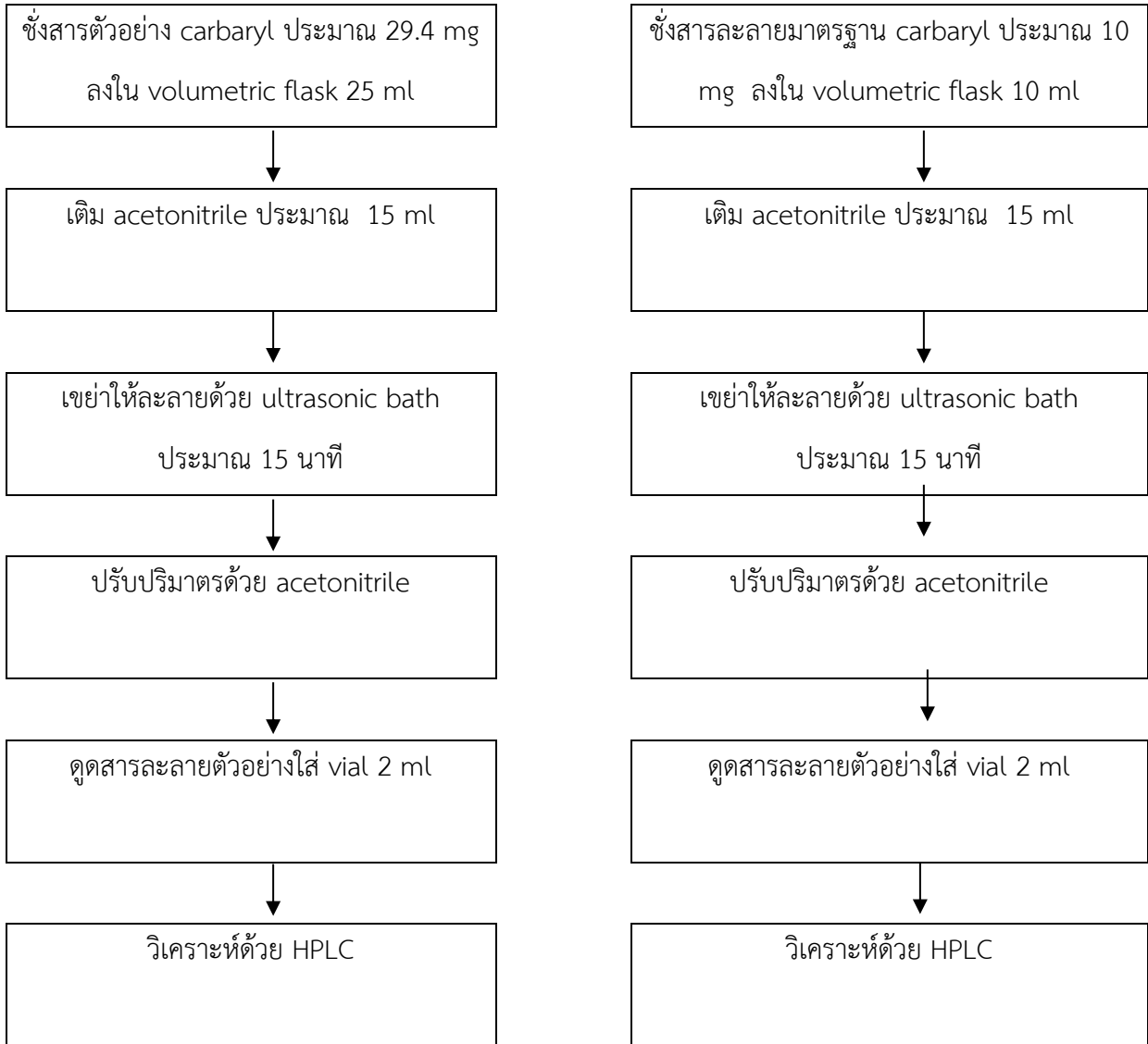
7.7 Histogram แสดงแหล่งที่มาของความไม่แน่นอน



การประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบการหาปริมาณ carbaryl ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทาง

การเกษตร

1 ขั้นตอนการวิเคราะห์



2 สูตรการคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ในตัวอย่าง

$$\text{carbaryl content} = \frac{H_w \times f \times D_w \times SG}{W \times D_s}$$

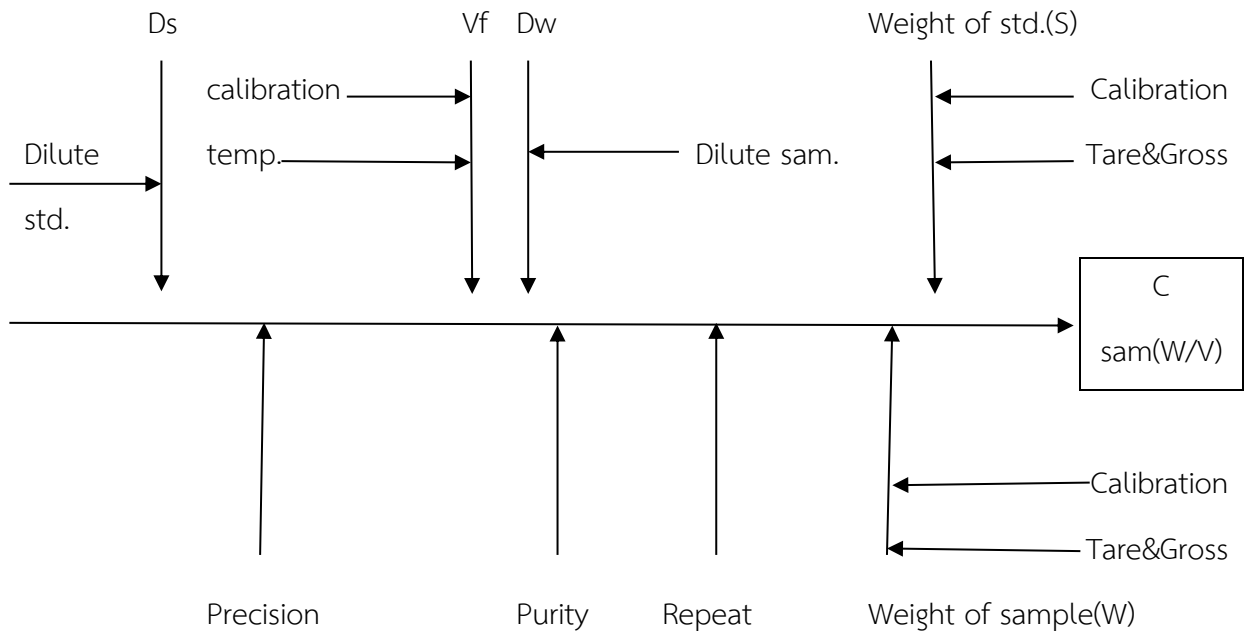
เมื่อ

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

โดยที่

- S = น้ำหนักของ carbaryl ในสารละลายมาตรฐาน
- P = เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของสารมาตรฐาน carbaryl
- H_s = พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของ carbaryl ในสารละลายมาตรฐาน
- w = น้ำหนักของสารตัวอย่าง
- H_w = พื้นที่ใต้พีค หรือ ความสูงพีคของ carbaryl ในสารละลายตัวอย่าง
- D_w = ความเจือจางของตัวอย่าง
- D_s = ความเจือจางของสารมาตรฐาน
- SG = ค่าความถ่วงจำเพาะ(ถ.พ.)

3 แผนภูมิแกงปลาแสดงแหล่งของความไม่แน่นอน



4 แหล่งของความไม่แน่นอน

4.1 ความไม่แน่นอนจากการชั่งสารมาตรฐาน(U_s)

4.1.1 U_{pre} : จากการทำให้ daily check

ซ้ำที่	น้ำหนัก (g)
1	10.001
2	9.9998
3	9.9999
4	10.0001
5	9.9999
6	10.0001
7	9.9999
8	9.9998
9	9.9999
10	10.0000
Mean	9.99995
SD	0.000118

$$\begin{aligned} \text{ค่า } U_{pre} &= \text{SD} \\ &= 0.000118 \text{ g} \end{aligned}$$

4.1.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบเครื่องชั่ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %
ที่ 0.0100 g ค่า Uncertainty จากการสอบเทียบเครื่องชั่ง (a) = 0.000088 ml

$$\begin{aligned} \text{ค่าการกระจายตัว (k)} &= 2 \quad (\text{ที่ระดับความเชื่อมั่น 95\%}) \\ U_{cal} &= \frac{a}{2} = \frac{0.000088}{2} \\ &= 0.000044\text{g} \end{aligned}$$

4.1.3 รวมค่า Uncertainty จากการชั่งสารมาตรฐาน

$$\begin{aligned}
 U_w &= \sqrt{(U_{\text{calgross}})^2 + (U_{\text{pregross}})^2 + (U_{\text{caltaer}})^2 + (U_{\text{pretare}})^2} \\
 &= \sqrt{(0.000044)^2 + (0.000118)^2 + (0.000044)^2 + (0.000118)^2} \\
 &= 0.000178\text{g}
 \end{aligned}$$

4.2 ความไม่แน่นอนจากการชั่งสารตัวอย่าง(U_w)

4.2.1 U_{pre} : จากการทำ daily check

ซ้ำที่	น้ำหนัก (g)
1	10.001
2	9.9998
3	9.9999
4	10.0001
5	9.9999
6	10.0001
7	9.9999
8	9.9998
9	9.9999
10	10.0000
Mean	9.99995
SD	0.000118

$$\begin{aligned}
 \text{ค่า } U_{\text{pre}} &= \text{SD} \\
 &= 0.000118 \text{ g}
 \end{aligned}$$

4.2.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบเครื่องชั่ง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

ที่ 99.9999 g ค่า Uncertainty จากการสอบเทียบเครื่องชั่ง (a) = 0.00016 g

ค่าการกระจายตัว (k) = 2 (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%)

$$U_{cal} = \frac{a}{2} = \frac{0.00016}{2}$$
$$= 0.00008 \text{ g}$$

4.2.3 รวมค่า Uncertainty จากการชั่งสารมาตรฐาน

$$U_w = \sqrt{(U_{calgross})^2 + (U_{pregross})^2 + (U_{caltaer})^2 + (U_{pretare})^2}$$
$$= \sqrt{(0.00008)^2 + (0.000118)^2 + (0.00008)^2 + (0.000118)^2}$$
$$= 0.000202 \text{ g}$$

4.3 ความไม่แน่นอนจากความบริสุทธิ์ (purity) ของสารมาตรฐาน (U_p)

ความไม่แน่นอนของ Purity ของสารมาตรฐานมีลักษณะการกระจายแบบ rectangular

$$\text{Purity} = 99.99 \%$$

$$\text{หรือ} = 0.9999 \pm 0.0001$$

$$U_p = \frac{0.0001}{\sqrt{3}} = 0.000058$$

4.4 ความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน (U_{DS})

4.4.1 ความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบ $U_{vol cal}$

Volumetric flask 10 ml มีค่า Uncertainty = ± 0.0060 มีการกระจายแบบ triangular

$$U_{vol10cal} = \frac{0.0060}{\sqrt{6}} = 0.002449$$

4.4.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ตามอุณหภูมิ

U_{temp}

$$\text{ช่วงอุณหภูมิ (°C) ที่เปลี่ยนแปลงไปจากจุดสอบเทียบ} = \Delta t = 2 \text{ °C}$$

$$\text{การขยายตัวตามปริมาตรของ Organic Solvent} = \alpha = 1 \times 10^{-3} \text{ °C}^{-1}$$

$$\text{ปริมาตรเครื่องแก้ว (ml)} = v = 10 \text{ ml}$$

$$\text{ค่าการกระจายตัวแบบ Rectangular (k)} = \sqrt{3}$$

$$\begin{aligned} U_{\text{temp}} &= (\alpha \times v \times \Delta t) / \sqrt{3} \\ &= \frac{1 \times 10^{-3} \times 10 \times 2}{\sqrt{3}} \\ &= 0.011547 \text{ ml} \end{aligned}$$

รวมค่าความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน $U_{\text{vol std}}$

$$\begin{aligned} U_{\text{vol std}} &= \sqrt{(U_{\text{temp std}})^2 + (U_{\text{vol 10 cal}})^2} \\ &= \sqrt{0.002449^2 + 0.011547^2} \\ &= 0.011804 \text{ ml} \end{aligned}$$

4.5 ความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารตัวอย่าง U_{DW}

4.5.1 ความไม่แน่นอนจากการสอบเทียบ $U_{\text{vol cal}}$

Volumetric flask 25 ml มีค่า Uncertainty = ± 0.0065 มีการกระจายแบบ triangular

$$U_{\text{vol 10 cal}} = \frac{0.0065}{\sqrt{6}} = 0.002654$$

4.5.2 ค่าความไม่แน่นอนจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ตามอุณหภูมิ

U_{temp}

$$\text{ช่วงอุณหภูมิ(°C)ที่เปลี่ยนแปลงไปจากจุดสอบเทียบ} = \Delta t = 2 \text{ °C}$$

$$\text{การขยายตัวตามปริมาตรของ Organic Solvent} = \alpha = 1 \times 10^{-3} \text{ °C}^{-1}$$

$$\text{ปริมาตรเครื่องแก้ว (ml)} = v = 25 \text{ ml}$$

$$\text{ค่าการกระจายตัวแบบ Rectangular (k)} = \sqrt{3}$$

$$\begin{aligned} U_{\text{temp}} &= (\alpha \times v \times \Delta t) / \sqrt{3} \\ &= \frac{1 \times 10^{-3} \times 25 \times 2}{\sqrt{3}} \\ &= 0.028868 \text{ ml} \end{aligned}$$

รวมค่าความไม่แน่นอนจากปริมาตรในการเตรียมสารมาตรฐาน $U_{vol\ std}$

$$\begin{aligned}
 U_{vol\ sam} &= \sqrt{(U_{tempstd})^2 + (U_{vol\ 10\ cal})^2} \\
 &= \sqrt{0.028868^2 + 0.002654^2} \\
 &= 0.028989\ ml
 \end{aligned}$$

4.6 ค่าความไม่แน่นอนจากการทำ precision (U_{prec})

นำข้อมูลจากการหาความเที่ยง ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ มาหาค่าความไม่แน่นอน

ครั้งที่	ความเข้มข้น 0.5 mg/ml	ความเข้มข้น 1.0 mg/ml	ความเข้มข้น 1.5 mg/ml
1	85.139	85.118	84.237
2	85.280	86.612	85.808
3	86.066	85.324	86.506
4	84.532	86.742	85.480
5	85.658	85.134	85.431
6	85.574	86.872	85.541
7	85.161	85.552	85.114
8	84.009	86.425	85.113
9	84.926	85.245	84.978
10	85.116	88.835	85.006
Mean	85.128	85.886	85.321
SD	0.604	0.709	0.597
RSD	0.00709	0.00825	0.00699

$$U_{prec} = \sqrt{\frac{(n1-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}1}\right)^2 + (n2-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}2}\right)^2 + (n3-1)\left(\frac{SD}{\bar{X}3}\right)^2}{n1+n2+n3-3}}$$

$$= \sqrt{\frac{(10-1)\left(\frac{0.604}{85.128}\right)^2 + (10-1)\left(\frac{0.709}{85.886}\right)^2 + (10-1)\left(\frac{0.597}{85.321}\right)^2}{10+10+10-3}}$$

$$= 0.007443$$

4.7 ค่าความไม่แน่นอนจากการทำซ้ำ (U_{RE})

นำข้อมูลที่มีความเข้มข้น 1.0 mg/ml มาใช้ในการหาค่าความไม่แน่นอน

ครั้งที่	ความเข้มข้น 1.0 mg/ml
1	85.118
2	86.612
3	85.324
4	86.742
5	85.134
6	86.872
7	85.552
8	86.425
9	85.245
10	88.835
Mean	85.886
SD	0.709

$$U_{re} = SD/\sqrt{n}$$

$$= 0.709/\sqrt{10}$$

$$= 0.224205$$

4.8 ค่าความไม่แน่นอนจากความถ่วงจำเพาะ (U_{SG})

$$U_{SG} = \frac{SD}{\sqrt{3}}$$

$$SD = 0.00021$$

$$= \frac{0.00021}{\sqrt{3}}$$

$$= 0.000121$$

7.5 การประเมินค่าความไม่แน่นอนของการทดสอบ

แหล่งที่มา	Value(X)	U_x	$RSU(U_x/X)$	RSU^2
การชั่งสารมาตรฐาน(S)	10 mg	0.000178	0.000018	0.0000000003
การชั่งสารตัวอย่าง (W)	25 mg	0.000202	0.000000	0.0000000000
ปริมาตรที่ใช้เตรียมสารมาตรฐาน(Ds)	10 ml	0.011804	0.001180	0.0000013933
ปริมาตรที่ใช้เตรียมสารมาตรฐาน(Dw)	25 ml	0.028989	0.001160	0.0000013446
Purity ของสารมาตรฐาน (P)	0.999	0.000058	0.000058	0.0000000034
Precision(perc)	85.45 %W/W	0.007443	0.000087	0.0000000076
Repeat (Re)	85.89 %W/W	0.224225	0.002611	0.0000068153
ΣRSU^2				0.0000095645

$$U_C = C_{sam} \sqrt{RSDs^2 + RSDw^2 + RSDp^2 + RSDDw^2 + RSDprec^2 + RSDre^2 + RSDSG^2}$$

$$U_C = 85 \times \sqrt{0.000018^2 + 0.000003^2 + 0.001188^2 + 0.001564^2 + 0.005079^2 + 0.008111^2 + 0.0000121^2}$$

$$= 85 \times 0.003093$$

$$= 0.262875$$

$$U_E = 2 \times U_C$$

$$= 0.502750$$

$$= 0.50$$

7.6 การรายงานค่าความไม่แน่นอนในการวัด

ปริมาณสารออกฤทธิ์ Carbaryl = 85% W/W \pm 0.50 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

7.7 Histogram แสดงแหล่งที่มาของความไม่แน่นอน

