



รายงานโครงการวิจัย

วิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและการเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์  
สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็ง

Strongly Research Development Standard on Analytical and  
Degradation for Quality Control of Pesticide Formulation Products

หัวหน้าโครงการวิจัย

นางจิราพรรณ ทองหยอด

MRS. JIRAPAN THONGYORD

ปี พ.ศ. 2564



รายงานโครงการวิจัย

วิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและการเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์  
สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็ง

Strongly Research Development Standard on Analytical and  
Degradation for Quality Control of Pesticide Formulation Products

หัวหน้าโครงการวิจัย

นางจिरาพรรณ ทองหยอด

MRS. JIRAPAN THONGYORD

ปี พ.ศ. 2564

## คำปรารภ (Foreword หรือ Preface)

กรมวิชาการเกษตรเป็นหน่วยงานที่กำกับดูแลการขึ้นทะเบียนวัตถุอันตรายทางการเกษตรตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 และฉบับแก้ไขเพิ่มเติม ภารกิจหน้าที่การกำกับดูแลนั้นรวมถึงการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์ภายหลังการขึ้นทะเบียนเพื่อให้ผู้ประกอบการตระหนักในการรักษาคุณภาพผลิตภัณฑ์ ซึ่งส่วนหนึ่งที่ใช้ประกอบการพิจารณาขึ้นทะเบียน และภายหลังการขึ้นทะเบียน นั่นคือผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษ กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร ที่ต้องรับผิดชอบผลการทดสอบนั้น ให้มีความถูกต้องแม่นยำ ตรวจสอบย้อนกลับได้ ด้วยการขอการรับรองห้องปฏิบัติการให้เป็นไปตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025 (2017) ข้อกำหนดให้วิธีทดสอบต้องผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีก่อนทำการทดสอบ นอกจากนี้โครงการวิจัยยังสร้างความเข้มแข็งระหว่างภาครัฐและภาคเอกชน โดยศึกษาวิธีทดสอบร่วมกันเพื่อนำไปเป็นมาตรฐานวิธีการทดสอบของกรมวิชาการเกษตร นอกจากนี้โครงการวิจัยนี้ยังศึกษาผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรภายหลังการรับการขึ้นทะเบียน โดยศึกษาคุณภาพการสลายตัวของผลิตภัณฑ์ เพื่อให้ทราบปัจจัยที่ต้องระวังในการเก็บรักษาให้กับร้านค้าจำหน่ายผลิตภัณฑ์ และเพื่อเป็นข้อมูลให้กับหน่วยงานอื่นที่มีหน้าที่ควบคุมกำกับดูแลกฎหมายได้เฝ้าระวังคุณภาพผลิตภัณฑ์ที่วางจำหน่ายตามท้องตลาดเพื่อให้เกษตรกรได้ใช้ผลิตภัณฑ์ที่ดีมีประสิทธิภาพ

## สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ.....	5
ผู้วิจัย .....	6
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ .....	7
บทนำ.....	8
บทคัดย่อ.....	11
กิจกรรมที่ 1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช	12
กิจกรรมที่ 2 การศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช	41
กิจกรรมที่ 3 การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช	58
บทสรุปและข้อเสนอแนะ.....	71
บรรณานุกรม.....	72
ภาคผนวก .....	76

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยวิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและการเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็งเสร็จสมบูรณ์ได้ โดยคณะผู้วิจัยขอขอบคุณการสนับสนุนจากสำนักงานคณะกรรมการส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม (สกสว.) และคณะกรรมการพิจารณาการวิชาการเกษตร รวมถึงห้องปฏิบัติการภาคเอกชนที่ให้ความร่วมมือในการวิจัยครั้งนี้ นอกจากนี้ คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ นางสาวพนิดา ไชยยันต์บุรณ์ ผู้เชี่ยวชาญด้านวิเคราะห์และทดสอบ ที่ได้ให้ข้อคิดเห็น คำแนะนำ และแนวทางการจัดทำงานวิจัย ทำให้โครงการวิจัยดังกล่าวสมบูรณ์ด้วยดี ท้ายนี้ ขอขอบพระคุณ ผู้อำนวยการกองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร ผู้อำนวยการกลุ่มบริหารโครงการวิจัย หัวหน้ากลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุมีพิษ การเกษตร และสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 8 ที่ให้ความช่วยเหลือในการทำงานวิจัยจนสำเร็จลุล่วงด้วยดี และคำแนะนำทุกท่านซึ่งไม่ได้เอ่ยนามในที่นี้

จิระ

นางจิราพรรณ ทองหยอด

โครงการวิจัยวิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและการเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็ง

## ผู้วิจัย

**หัวหน้าโครงการวิจัย** นางจิราพรรณ ทองหยอด

### หัวหน้าการทดลองและคณะ

นางพินิตนันต์ สรววยเอียด

นางสาวดวงรัตน์ วิชาสินี

นายพิเชษฐ์ ทองละเอียด

นายอิสริยะ สืบพันธุ์ดี

นางสาวภัทรฤทัย คมนันธุ์

นางสาวพนิดา มงคลวุฒิกุล

นางสาวสุกัญญา คำคง

นางสาวศศิมา มั่งนิมิตร์

นายอนุชา ผลไสว

นายฉลองรัตน์ หมื่นขวา

นางสาวทัศนีย์ อัญญพรพงษ์

นางนงพงา โอลเสน

นางเนาวรัตน์ ตั้งมั่นคงวรกุล

นางสาวสุธินี สาสีลัง

นางสาวเบญจมาศ ใจแก้ว

นางพรศิริ สายะพันธ์

นางสาวบังอร แสนคาน

นายสาคร นิยมสัตย์

นายวิษณุ แจ้งใบ

นางสาวฉันทนันท์ แซ่จำ

นางสาววัชรพร ศรีสว่างวงศ์

นางสรัญญา ช่วงพิมพ์

นางสาวสาวิตรี เขมวงศ์

นางอรพิน หนูทอง

นายนิกร โคตรสมบัติ

นางเกษสิริ ฉันทพิริยะพูน

นางสาวประไพ หงษา

นางมณฑาทิพย์ อรุณวารากรณ์

นายอิทธิพล บังพรม

นางสุภาพร บังพรม

นางนาตยา จันทร์ส่อง

นายจารุพงศ์ ประสพสุข

นางสาวปริยานุช สายสุพรรณ

## คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

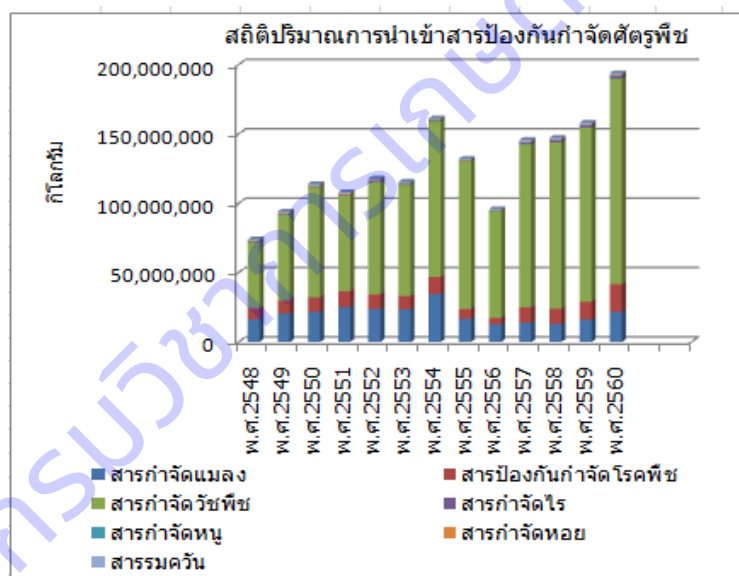
CIPAC	Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited
AOAC	Association of official Analytical Chemist
FAO	Food and Agriculture Organization
SOPs	Standard Operation Procedure
AI	Active ingredient

กรมวิชาการเกษตร

## บทนำ

### 1. ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย

ประเทศไทยส่วนใหญ่ประกอบอาชีพเกษตรกรรมคิดเป็นร้อยละ 31.7 (สำนักงานสถิติแห่งชาติ, มีนาคม 2561) เกษตรกรมีการใช้สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเพิ่มขึ้นทุกปีตามความต้องการของประชากรที่มีปริมาณเพิ่มขึ้น ซึ่งเห็นได้จากรายงานสรุปสถิติการนำเข้าวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตร ปี พ.ศ. 2548-2560 (สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร, 2560) แสดงดังภาพที่ 1 และในปี พ.ศ. 2560 มีปริมาณการนำเข้าสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช 197,758,809.67 กิโลกรัม คิดเป็นมูลค่า 27,363,341,691.27 บาท เพื่อเพิ่มผลผลิตทางการเกษตรให้เพียงพอต่อความต้องการของประชากรที่เพิ่มขึ้น แต่เกษตรกรก็ยังประสบปัญหาสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่มีราคาแพง และไม่ได้มาตรฐาน มีการปลอมเลขทะเบียนวัตถุดิบอันตราย ปริมาณสารสำคัญไม่เป็นไปตามที่ระบุไว้บนฉลาก เมื่อเกษตรกรนำผลิตภัณฑ์ไปใช้แล้วจึงไม่สามารถป้องกันกำจัดศัตรูพืชได้อย่างเต็มประสิทธิภาพ ทำให้เกษตรกรต้องใช้สารในปริมาณที่มากขึ้น ส่งผลต่อสุขภาพผู้บริโภคที่อาจได้รับปริมาณสารพิษตกค้างมากเกินไป



ภาพที่ 1 สถิติการนำเข้าวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตร ปี พ.ศ. 2548-2560

จากปริมาณนำเข้าผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเพิ่มขึ้นทุกปี กรมวิชาการเกษตรจึงให้ความสำคัญกับการขึ้นทะเบียนวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตร และควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ให้ได้มาตรฐาน ซึ่งผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชมีการควบคุมคุณภาพตามมาตรฐานขององค์การอาหารและการเกษตรแห่งสหประชาชาติ (Food and Agriculture Organization of the United Nations: FAO) และมีวิธีทดสอบตาม คอแลบบอเรทีฟ อินเทอร์เน็ต เนชั่นแนล เพสตีไซด์ แอนาไลติคอล เคานซิล ลิมิเต็ด (Collaborative International Pesticides Analytical Council : CIPAC Method) แต่เนื่องจากวิธีมาตรฐานดังกล่าวยังไม่ครอบคลุมสารสำคัญครบทุกชนิดของผลิตภัณฑ์ที่ขอยื่นเพื่อการขึ้นทะเบียน ดังนั้นวิธีทดสอบที่ใช้ในห้องปฏิบัติการจึงต้องสร้างมาตรฐานการทดสอบ โดยการทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method Validation) สำหรับวิธีที่ดัดแปลงจากวิธีมาตรฐาน หรือ ทวนสอบวิธี (Method Verification) สำหรับวิธีที่ปฏิบัติตามวิธีมาตรฐาน เพื่อให้ผลการทดสอบมีความ



นำเชื่อถือตามหลักสากล ISO/IEC 17025 (2017) ตามข้อ 7 (7.2) ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตรทำการตรวจสอบความใช้ได้ และนำวิธีที่ผ่านการทดสอบไปตรวจสอบผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเพื่อขอขึ้นทะเบียนนำเข้า ผลิต และส่งออก และตัวอย่างที่สุ่มเก็บจากโรงงานผลิต จากร้านค้าจำหน่ายผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ส่งตัวอย่างมาให้กับห้องปฏิบัติการจากสำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร ทำให้ผลการทดสอบมีความถูกต้อง น่าเชื่อถือ สำหรับห้องปฏิบัติการส่วนภูมิภาค (สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1-8) ทำการตรวจสอบความใช้ได้ผลิตภัณฑ์ที่วางจำหน่ายตามท้องตลาดในแต่ละพื้นที่รับผิดชอบ เพื่อการกำกับดูแลคุณภาพผลิตภัณฑ์ให้ครอบคลุมทั่วทุกภาคของประเทศไทย อีกทั้งห้องปฏิบัติการยังสามารถนำไปใช้ในการทดสอบเพื่อขอการรับรองความสามารถหรือขอขยายขอบข่ายของห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 (2017) การได้รับการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการสามารถเพิ่มขีดความสามารถการแข่งขันและลดการกีดกันทางการค้าระหว่างประเทศ นอกจากนี้การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธียังนำไปศึกษาวิธีการตรวจวิเคราะห์ร่วมกัน (Collaborative Study) ระหว่างห้องปฏิบัติการของภาครัฐและภาคเอกชน เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่เป็นมาตรฐานเดียวกัน และจัดทำเป็นมาตรฐานการทดสอบ (Standard Operation Procedure : SOPs) ในระดับประเทศ งานวิจัยนี้จึงสอดคล้องกับกลยุทธ์ของกรมวิชาการเกษตรด้านการวิจัยและพัฒนาระบบมาตรฐานการตรวจสอบคุณภาพพืช ปัจจัยการผลิต และผลิตภัณฑ์ ที่มุ่งให้มีมาตรฐานการทดสอบที่น่าเชื่อถือยอมรับได้ในระดับประเทศและในระดับสากล

นอกจากนี้วิธีมาตรฐานได้นำไปตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช เพื่อศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์จากการสลายตัวของสารสำคัญ (สารออกฤทธิ์) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ได้แก่ ฟেন্টโฮเอต (phenthoate) เบนอิมิล (benomyl) และ โพรเฟโนฟอส (profenofos) ซึ่งสาร phenthoate และ profenofos เป็นสารกำจัดแมลง กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต (Organophosphate) จากข้อมูล Metabolic Pathway of Agrochemical (Terry, 1999) กล่าวว่า phenthoate สามารถสลายตัวด้วยแสงแดด มีค่าความเข้มข้นของสารลดลงครึ่งหนึ่ง ( $DT_{50}$ ) ใช้เวลา 15 ชั่วโมง และ profenofos สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ในสารละลายต่างที่ค่าพีเอช 9 มีค่าความเข้มข้นของสารลดลงครึ่งหนึ่ง ( $DT_{50}$ ) ใช้เวลา 5.7 ชั่วโมง และจากตัวอย่างที่สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร ส่งมาทดสอบกับห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร พบว่า ข้อมูลปี 2559-2560 ผลิตภัณฑ์ profenofos ผิดมาตรฐานร้อยละ 61.9 สำหรับ benomyl เป็นสารป้องกันกำจัดโรคพืช กลุ่มเบนซิมิดาโซล (benzimidazole) สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ในสารละลายที่ค่าพีเอช 5-7 มีค่าความเข้มข้นของสารลดลงครึ่งหนึ่ง ( $DT_{50}$ ) ใช้เวลา 3.5-1.5 และน้อยกว่า 1 ชั่วโมง ตามลำดับ ในรูปของสารละลายบางชนิด benomyl สามารถเปลี่ยนรูปเป็นอีกสารหนึ่งคือ carbendazim ได้ ดังนั้นปัจจัยต่างๆ อาทิ เช่น แสงแดด ความชื้น ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) อาจทำให้สารสำคัญในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเปลี่ยนแปลงไปไม่เป็นไปตามข้อกำหนดของ FAO ที่ระบุว่าอายุการเก็บผลิตภัณฑ์อยู่ได้ 2 ปี หลังจากการผลิต ข้อมูลการเสื่อมสภาพของสารสำคัญในผลิตภัณฑ์สามารถนำไปให้คำแนะนำกับเกษตรกรและร้านค้าจำหน่ายผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ในเรื่องการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ในสภาพที่เหมาะสมไม่เสื่อมสภาพได้ง่าย

## 2. โครงการวิจัยมีวัตถุประสงค์ ดังนี้

1. เพื่อทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารสำคัญในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช
2. เพื่อสร้างความเข้มแข็งของวิธีทดสอบด้วยการศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ของห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐและเอกชนให้เป็นมาตรฐานเดียวกันในระดับประเทศ
3. เพื่อศึกษาระยะเวลาการสลายตัวของสารสำคัญในผลิตภัณฑ์ รวมถึงสมบัติทางเคมีและทางกายภาพที่มีผลต่อการสลายตัวของสารสำคัญ โดยทำการเปรียบเทียบการเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้องกับอุณหภูมิ 54 องศาเซลเซียส

**3. วิธีการวิจัย** โดยทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation) ให้มีความถูกต้องในการวิเคราะห์ปริมาณสารสำคัญ (สารออกฤทธิ์) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 20 ผลิตภัณฑ์ ที่จัดอยู่ในกลุ่มสารกำจัดแมลง สารกำจัดวัชพืช และสารป้องกันกำจัดโรคพืช โดยตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) และเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatography : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิดไดโอดอาร์เรย์ (Diode array) หรือยูวี-วาริเอเบิล ดีเทคเตอร์ (UV-Variable Detector) พารามิเตอร์ที่ใช้ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอ้างอิงตามเอกสารคอแลบอเรทีฟ อินเตอร์เนชันแนล เพสตีไซด์ แอนาไลติคอล เคานซิล ลิมิเต็ด (Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited : CIPAC 3807) โดยตรวจสอบพารามิเตอร์ความจำเพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity), ความเป็นเส้นตรง (Linearity), ช่วงของการวัด (Working range), ความแม่นยำ (Accuracy), ความเที่ยง (Precision), ความคงทนของวิธี (Ruggedness/Robustness) รวมทั้งคำนวณค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty) เพื่อการสอบกลับได้ของผลการวิเคราะห์ และเมื่อได้ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง และน่าเชื่อถือ ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตรได้ศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ระหว่างห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐร่วมกับห้องปฏิบัติการภาคเอกชน เพื่อจัดทำเป็นมาตรฐานการทดสอบ (Standard Operation Procedure : SOPs) ในระดับประเทศ รวมถึงศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช โดยศึกษาการสลายตัวของสารสำคัญด้วยการเปรียบเทียบการเก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิห้องกับอุณหภูมิที่ 54 องศาเซลเซียส รวมทั้งพิจารณาสมบัติทางเคมี และทางกายภาพปัจจัยอื่นๆร่วมด้วย

## บทคัดย่อ

โครงการวิจัยวิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและการเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็ง มุ่งเน้นการควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ทั้งก่อนและหลังการขึ้นทะเบียน โดยการพัฒนาวีธิตดสอบให้เหมาะสมกับเครื่องมือที่ทันสมัย มีสมรรถนะการวิเคราะห์สูง การควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ดำเนินการตามมาตรฐานขององค์การอาหารและการเกษตรแห่งสหประชาชาติ และมีวิธีทดสอบตาม CIPAC Method แต่วิธีมาตรฐานดังกล่าวยังไม่ครอบคลุมสารสำคัญครบทุกชนิดของผลิตภัณฑ์ที่ขอยื่นเพื่อการขึ้นทะเบียน ดังนั้นวิธีทดสอบที่ใช้ในห้องปฏิบัติการจึงต้องสร้างมาตรฐานการทดสอบ โดยการทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี จำนวน 20 วิธี ด้วยเทคนิค HPLC และ GC-FID ทำการศึกษาาร่วมกันของวิธี จำนวน 2 วิธี ด้วยเทคนิค GC-FID ซึ่งการตรวจสอบความใช้ได้ดำเนินการตาม Eurachem โดยทดสอบค่า Specification/Selectivity, Working range/Linearity, Accuracy, Precision, Robustness/Ruggedness และ Uncertainty พบว่า ทั้ง 20 วิธีผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ตามเกณฑ์ของ AOAC และการศึกษาาร่วมกันของวิธี chlorothalonil สูตร TC WP SC จำนวน 8 ห้องปฏิบัติการ ametryn สูตร WG WP SC พบ precision มีค่า HORRAT อยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับ 0.5-2.0 สำหรับการศึกษการสลายตัวของสาร phenthoate, benomyl, profenofos ในระยะเวลา 18 เดือน พบว่าอุณหภูมิ 54 องศาเซลเซียสมีผลต่อการสลายตัวของสารทั้ง phenthoate และ profenofos ระยะเวลา 3 เดือน ที่อุณหภูมิปกติค่อยๆมีแนวโน้มการสลายตัวจนกระทั่งต่ำกว่าเกณฑ์ระยะเวลา 12 เดือน สำหรับ benomyl ที่อุณหภูมิ 54 องศาเซลเซียสมีผลต่อการสลายตัว ระยะเวลา 6 เดือน จนถึง 18 เดือน ไม่ค่อยมีการเปลี่ยนแปลง

## Abstracts

Strongly Research Development Standard on Analytical and Degradation for Quality Control of Pesticide Formulation Products focus on quality control of product before and after registration with developing test method to suitable for modern tools, performance highly. The quality control is compliance to FAO Specifications and CIPAC Method, those are not cover to analysis all products. Therefore, the testing method used in the laboratories have to establish testing standard by checking of 20 methods using HPLC and GC-FID. The collaborative study checking of 2 methods using GC-FID. For method validation according to Eurachem by parameters of Specification/Selectivity, Working range/Linearity, Accuracy, Precision, Robustness/Ruggedness and Uncertainty, the result that all 20 methods passing to AOAC criteria. The result of the collaborative study of chlorothalonil (TC WP SC) from 8 laboratories and ametryn (WG WP SC), the precision is evaluated by HORRAT with in the criteria of 0.5-2.0 range. For degradation for quality of phenthoate, benomyl, profenofos in period 18 months, the result at 54 °C has effect on the degradation of both phenthoate and profenofos over 3 month, at normal temperature of tendency to be below at 12 month, for benomyl decay 6 month, for 12 month rarely change.

## กิจกรรมที่ 1

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

The Method Validation of Analytical Method in Pesticide Products

### ชื่อผู้วิจัย

ทัศนีย์ อัญญาพรพงษ์ สุภัญญา คำคง พนิดา มงคลวุฒิกุล อีสริยะ สืบพันธุ์ดี พินิตนันต์ สรวายเอี่ยม  
ดวงรัตน์ วิลาลินี นงพงา โอลเสน สุธินี สาสีลัง ปรียานุช สายสุพรรณ สุภาพร บังพรม อธิธิพล บังพรม  
ประไพ หงษา นิกร โคตรสมบัติ สาวิตรี เขมวงค์ เนาวรัตน์ ตั้งมันคงวรกุล สาคร นียมสัตย์  
พรศิริ สายะพันธ์ เบญจมาศ ใจแก้ว วิษณุ แจ่มใบ บังอร แสนคาน วุฒราพร ศรีสว่างวงศ์ จารุพงศ์ ประสพสุข  
นาตยา จันทร์ส่อง เกษสิริ ฉันทพิริยะพูน อรพิน หนูทอง ณัฏนันท์ แซ่จำ สรัญญา ชวงพิมพ์  
Tassanee Atthapornpong Sukanya Khomkong Panida Mongkhonwuttikun Issariya Sueppandee  
Pinitnun Sruay-iam Duangrat Wilasinee Nongpanga Olsen Sutinee Saseelung  
Pariyanuch Saisuphan Supapron Bongprom Ittipon Bongprom Prapai Hongsa Nikorn Kotsombate  
Sawitri Khemvong Sawitri Khemvong Sakorn niyomsat Phonsiri Sayaphan Benjamard Jaikaew  
Witsanu Jangbai Bang-on Saenkahn Watcharapom Watcharapom Srisawangwong Jarupong Prasopsuk  
Nattaya Jansong Kedsiri Chantapiriyapoon Kedsiri Chantapiriyapoon Nuttanun Sae-Cham  
Saranya Choungpim

### คำสำคัญ

ตรวจสอบความใช้ได้, ไตรไซโคลาโซล, ไทอะมีทอกแซม, 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม, เพนดิเมทาลิน  
ครีซอกซิม-เมทิล, ฟลูซิลลาโซล, อีไทออน, บิวทาคลอร์, คาร์บาริล, อะบาเมกติน, อะลาคลอร์  
ไดอะซินอน, โพรฟีนอฟูส, โพรไทโอฟูส, พิริมิฟูส-เมทิล

### Key words

Method Validation, tricyclazole, thiamethoxam, 2,4-D-dimethylammonium, pendimethalin,  
kresoxim-methyl, flusilazole, ethion, butachlor, carbaryl, abamectin, alachlor, diazinon,  
profenofos, prothiofos, pirimiphos-methyl

## บทคัดย่อ

จากการศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ไตรไซคลาโซล ไทอะมีทอกแซม 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2 วิธี) เพนดิเมทาลิน ครีซอกซิม-เมทิล ฟลูซิลาโซล อีไทออน (2 วิธี) บิวทาคลอร์ (2 วิธี) คาร์บาริล อะบาเมกติน อะลาคลอร์ (2 วิธี) ไดอะซินอน (2 วิธี) โพรฟิโนฟอส โพรไทโอฟอส พิริมิฟอส-เมทิล จำนวน 20 วิธี มีวัตถุประสงค์เพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ที่พัฒนาวิธีขึ้นมาใหม่หรือดัดแปลงมาจากวิธีมาตรฐาน ให้เหมาะสมกับเครื่องมือในห้องปฏิบัติการ ด้วยเทคนิค High Performance Liquid Chromatography (HPLC) และเทคนิค Gas-Liquid Chromatography (GLC) ชนิด Flame Ionization detector (FID) ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม พบว่า ช่วงของการวัด (Working range) และค่าความเป็นเส้นตรง (linearity) อยู่ในช่วงการทดสอบได้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient, r) มากกว่า 0.990 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ทั้งแบบ Repeatability และ Within laboratory reproducibility ค่า HORRAT อยู่ในช่วง 0.3-1.1 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT อยู่ในช่วง 0.3 - 0.8 ค่า เกณฑ์การยอมรับ AOAC ค่า HORRAT เท่ากับ 0.3 - 1.3 ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy) จากค่าเปอร์เซ็นต์ recovery ของแต่ละความเข้มข้นอยู่ระหว่าง 98.0 - 101.7% เกณฑ์การยอมรับ AOAC อยู่ในช่วง 98-102% สำหรับ specificity ไม่มีการรบกวนของสารอื่น และประมาณค่าความไม่แน่นอนอยู่ในช่วง  $\pm 0.05$  % ถึง  $\pm 1.47$  % ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ตามลำดับ จากผลการทดสอบดังกล่าว แสดงให้เห็นว่าคุณลักษณะเฉพาะของวิธีเป็นไปตามเกณฑ์การยอมรับ ดังนั้นวิธีที่พัฒนานี้จึงมีความเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในการวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

## Abstracts

Method validation study of active ingredients in pesticide formulation products of tricyclazole, thiamethoxam, 2,4-D dimethylammonium (2 methods), pendimethalin, kresoxim-methyl, flusilazole, Ethion (2 methods), butachlor (2 methods), profenofos, prothiofos, carbaryl, abamectin, alachlor (2 methods) diazinon (2 methods), pirimiphos-methyl all of these were 20 methods. The objectives of this study are validated of method to appropriate with the instrument in laboratory which were developed and adapted from standard method by High Performance Liquid Chromatography technique and Gas-Liquid Chromatography technique with flame ionization detector within the appropriate condition. The results were found that the working concentration range and linearity range of these were in the working range of testing which has accepted with limit of the correlation coefficient ( $r \geq 0.990$ ). The precision of HORRAT values for repeatability and within laboratory reproducibility of the analytical substances were in the range of 0.3 - 1.1. The HORRAT values tested with robustness/ruggedness of the 2 active ingredients were in the range of 0.3 - 0.8 which were followed by the AOAC 0.3 - 1.3. The accuracy of this method was assessed by recovery studied. The percent recoveries of the

analytical substances were in the range of 98.0 – 101.7% considered an acceptance by the AOAC (98-102%). This specific method did not have interference from other substances. The measured uncertainty of all these are  $\pm 0.05\%$  to  $\pm 1.47\%$ , at 95% confidence level. As a result, it was the performance characteristics of this method according to the criteria. Therefore, the method development could be used to determine the active ingredients in pesticide formulation products with accuracy and precision.

## บทนำ (Introduction)

ประเทศไทยมีการใช้สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชกันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากเป็นประเทศเกษตรกรรม สารป้องกันกำจัดโรคพืชที่ผลิตขึ้นจึงนำมาใช้ประโยชน์ในการควบคุมและการทำลายศัตรูพืช เพื่อลดความเสียหายของผลิตผลการเกษตรที่เกษตรกรปลูก ปริมาณข้อมูลการนำเข้าสารกำจัดศัตรูพืชในระหว่างปี 2548-2560 พบว่า มีปริมาณนำเข้ามากกว่าสิบล้านกิโลกรัม และคิดเป็นมูลค่ามากกว่าพันล้านบาทในแต่ละปี (สำนักควบคุมพืชวัตถุ การเกษตร, 2555-2558) โดยปริมาณและมูลค่าการนำเข้าค่อนข้างสูง แสดงให้เห็นว่ามีการใช้สามารถป้องกันกำจัดศัตรูพืชเป็นจำนวนมาก ดังนั้นเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่มีคุณภาพและเกษตรกรนำไปใช้ได้อย่างมีประสิทธิภาพ การตรวจสอบผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชก่อนการนำเข้าประเทศจึงเป็นสิ่งสำคัญ ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุที่มีพิษการเกษตร กลุ่มวิจัยวัตถุที่มีพิษการเกษตร กองวิจัย พัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร เป็นหน่วยงานรับผิดชอบในการให้บริการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ทั้งการขึ้นทะเบียนนำเข้าและส่งออก รวมทั้งควบคุมคุณภาพตามพระบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ.2535 และฉบับแก้ไขเพิ่มเติม เพื่อให้ผลการวิเคราะห์มีความถูกต้องแม่นยำและเป็นที่น่าเชื่อถืออัน ห้องปฏิบัติ จึงจำเป็นต้องมีการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์หรือการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation) เพื่อให้มั่นใจว่าวิธีวิเคราะห์ที่ใช้อยู่ถูกต้องเหมาะสมที่จะนำไปใช้งานตรงตามวัตถุประสงค์ ซึ่งเป็นหนึ่งในข้อกำหนดตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 (2017) ได้กำหนดคุณลักษณะเฉพาะวิธีในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี คือ ช่วงของการวัด (Working Range) ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) ความเที่ยง (Precision) ความทนของวิธี (Robustness/Ruggedness) ความถูกต้อง (Accuracy) และความจำเพาะเจาะจง (Specificity) (EURACHEM Guide, 2014) แล้วนำมาประเมินด้วยวิธีทางสถิติว่าวิธีวิเคราะห์สามารถนำไปใช้งานได้หรือไม่

ในปี พ.ศ 2550 จิตตานันท์ และคณะ ได้กล่าวว่าการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุที่มีพิษการเกษตรกลุ่มไพรีทรอยด์ cyhalothrin ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m  $\times$  0.32 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 250  $^{\circ}$ C อุณหภูมิการฉีด 260  $^{\circ}$ C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 260  $^{\circ}$ C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 96.7 และ วิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร cyhalothrin ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.5 – 2.6 mg/ml



ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.5 – 1.5 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99950 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 97.770 97.160 และ 100.079 เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 93 - 103 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่าเฉลี่ย HORRAT เท่ากับ 1.77 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกันในการทดสอบ ได้ค่าเฉลี่ย HORRAT เท่ากับ 1.29 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช alpha- cyhalothrin ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

จิรพร และคณะ (2550) ได้รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัตถภูมิพิษการเกษตรกลุ่มสารกำจัดโรคพืช chlorothalonil สูตร WP และ SC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m x 0.32 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 240 °C อุณหภูมิการฉีด 270 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 270 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 98.41 และวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร chlorothalonil ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.2 – 2.5 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.5 – 1.5 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99990 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.4 1.0 และ 1.5 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 99.1 100.2 และ 100.5 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ได้ค่าเฉลี่ย HORRAT สูตร WP และ SC เท่ากับ 1.38 และ 1.47 ตามลำดับ การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกัน ได้ค่าเฉลี่ย HORRAT สูตร WP และ SC เท่ากับ 0.53 และ 0.45 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช chlorothalonil ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

จิราพรรณ และคณะ (2550) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัตถภูมิพิษการเกษตร carbosulfan ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด DB-17 (30 m x 0.25 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 250 °C อุณหภูมิการฉีด 260 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 260 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 86.24 และวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร carbosulfan ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.5 – 5.0 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง

(Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.5 – 5.0 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.997 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เมื่อพิจารณาจาก % recovery เฉลี่ย เท่ากับ 98.0 เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 92 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ได้ค่าเฉลี่ย HORRAT เท่ากับ 1.871 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช carbosulfan ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

ถาวร และคณะ (2550) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัวตมูมิพิซการเกษตรกลุ่มสารกำจัดวัชพืช ametryn ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m x 0.25 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 210 °C อุณหภูมิการฉีด 250 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 250 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 81.3 และวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร ametryn ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.5 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.25 – 2.5 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99970 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เมื่อพิจารณาจาก % recovery เฉลี่ย เท่ากับ 98.8 เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 92 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ได้ค่าเฉลี่ย HORRAT เท่ากับ 1.54 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ametryn ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

สำหรับในปี พ.ศ. 2555 พิเชษฐ และฉลองรัตน์ ได้กล่าวว่าการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัวตมูมิพิซการเกษตร propanil 36 %W/V EC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m x 0.32 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 220 °C อุณหภูมิการฉีด 250 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 250 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 95.8 และวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร propanil ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 2.5 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.2 – 1.5 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99980 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.4 1.0 และ 1.5 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 99.1 100.2 และ 100.5 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ความเข้มข้น 0.4 1.0 และ 1.5 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.568 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ



0.681 0.798 และ 0.590 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนคอลัมน์แคปิลารี ชนิด DB-1 ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.058 และ 1.324 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช propanil ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

จิตตานันท์ และยุพดี (2555) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร alpha-cypermethrin 10% W/V EC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m  $\times$  0.32 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 250  $^{\circ}$ C อุณหภูมิการฉีด 270  $^{\circ}$ C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 270  $^{\circ}$ C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 99.1 และวิธีทดสอบนี้ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร alpha-cypermethrin ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.21 – 3.21 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.42 – 1.67 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99992 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 98.96 100.36 และ 100.48 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.876 1.941 และ 1.780 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกันในการทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.599 1.805 และ 0.366 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช alpha-cypermethrin ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

จิราพรรณ และฉลองรัตน์ (2555) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร alachlor 48% W/V EC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m  $\times$  0.32 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 230  $^{\circ}$ C อุณหภูมิการฉีด 250  $^{\circ}$ C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 250  $^{\circ}$ C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 90.35 และวิธีทดสอบนี้ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร alachlor ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.10 – 4.00 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.25 – 2.00 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 1.00000 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 101.73 99.14 และ 98.69 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.184 0.182 และ 0.204 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่อง

หนึ่ง ใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกันในการทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.455 0.204 0.196 และ 0.381 0.170 0.314 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช alpha-cypermethrin ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

ดวงรัตน์ และมนัสนันท์ (2555) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร prochloraz 45 %W/V EC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m  $\times$  0.32 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 1.9 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 180  $^{\circ}$ C (2 min), 10  $^{\circ}$ C/min-280  $^{\circ}$ C (5 min) อุณหภูมิการฉีด 280  $^{\circ}$ C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 280  $^{\circ}$ C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 99.5 และวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร prochloraz ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.685 – 2.969 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 1.182 – 2.512 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99990 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 99.37 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.6526 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.8713 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.9742 และ 2.000 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช prochloraz ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

อนุชา และทัศนีย์ (2555) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร isoprocarb 50 %WG ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m  $\times$  0.32 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 1.9 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 200  $^{\circ}$ C อุณหภูมิการฉีด 250  $^{\circ}$ C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 250  $^{\circ}$ C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 99.5 และวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร isoprocarb ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.50 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.5 – 1.50 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99993 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 100.9 101.5 และ 101.0 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.549 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.225 การตรวจสอบค่า

Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนอุณหภูมิคอลัมน์ และเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.109 และ 0.758 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช isoprocarb ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

สำหรับในปี พ.ศ. 2556 จิตตานันท์ และสุกัญญา ได้กล่าวว่าการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร chlorpyrifos + cypermethrin 50+5% W/V EC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m  $\times$  0.25 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 190  $^{\circ}$ C, 10  $^{\circ}$ C/min-220  $^{\circ}$ C (2 min), 20  $^{\circ}$ C/min-260  $^{\circ}$ C (8 min) อุณหภูมิการฉีด 250  $^{\circ}$ C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 270  $^{\circ}$ C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่าการตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัล เกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน chlorpyrifos และ cypermethrin ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 98.2 และ 94.2 ตามลำดับ และวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร chlorpyrifos ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.418 – 5.235 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.418 – 3.141 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99996 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 1.232 2.054 และ 2.876 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 98.8 99.8 และ 101.9 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ความเข้มข้น 1.0 2.0 และ 3.0 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่าเท่ากับ 0.697 0.560 และ 0.628 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.594 0.526 และ 0.581 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกันในการทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.744 0.396 และ 0.505 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  สำหรับ cypermethrin มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.054 – 2.170 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.054 – 0.542 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99998 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.128 0.214 และ 0.300 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 99.0 99.4 และ 101.4 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ความเข้มข้น 0.1 0.2 และ 0.3 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่าเท่ากับ 0.347 0.449 และ 0.207 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.613 0.656 และ 0.565 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกันในการทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.386 0.188 และ 0.261 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช chlorpyrifos + cypermethrin ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

ทัศนีย์ และอนุชา (2556) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัวตุ่มมีพิษการเกษตร clomazone 48 % W/V EC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m × 0.32 mm (id.) 0.25 µm film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 210 °C อุณหภูมิการฉีด 250 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 250 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1 µl พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 99.6 และวิธีทดสอบนี้ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร clomazone ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.50 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.50 – 1.50 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99994 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 102.1 101.7 และ 101.5 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่าเท่ากับ 1.194 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.201 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง และเปลี่ยนอุณหภูมิคอลัมน์ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.748 และ 0.832 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช clomazone ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

มนัสนันท์ และพนิดา (2556) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัวตุ่มมีพิษการเกษตร pretilachlor ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m × 0.32 mm (id.) 0.25 µm film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 250 °C อุณหภูมิการฉีด 270 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 270 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1 µl พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 95.537 และวิธีทดสอบนี้ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร pretilachlor ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.3023 – 2.2686 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.3023 – 1.5124 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99998 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 99.33 98.44 และ 101.93 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่าเท่ากับ 0.467 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.889 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.336 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช pretilachlor ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

สำหรับในปี พ.ศ. 2557 อนุชา และทัศนีย์ ได้กล่าวว่าการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษ การเกษตร amitraz 20% W/V EC โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับ ชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m × 0.32 mm (id.) 0.25 µm film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 250 °C อุณหภูมิการฉีด 280 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 280 °C โหมดการฉีด Split ratio 100 : 1 ปริมาณการฉีด 1 µl วิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร amitraz ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 1.75 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.25 – 1.50 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99997 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เมื่อพิจารณาจาก % recovery เฉลี่ยเท่ากับ 100.9 เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (precision) ที่ความเข้มข้น 0.4 1.0 และ 1.5 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.424 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.262 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนอุณหภูมิคอลัมน์ที่ 250 °C เป็น 260 °C และเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.412 และ 0.760 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช amitraz ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

พนิดา และดวงรัตน์ (2557) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร bromacil 80 %WP โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m × 0.32 mm (id.) 0.25 µm film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 240 °C อุณหภูมิการฉีด 290 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 270 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1 µl วิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร bromacil ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.2 – 2.4 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.2 – 1.6 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99990 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 101.12 เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (precision) ที่ความเข้มข้น 0.4 1.0 และ 1.5 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.3891 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เฉลี่ย เท่ากับ 0.3911 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนอุณหภูมิคอลัมน์ และเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่ง ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.3844 และ 0.3589 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช bromacil ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

จิตตานันท์ และสุกัญญา (2557) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร dichlorvos 50% W/V EC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m × 0.25 mm (id.) 0.25 µm film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 120 °C(2



min), 10 °C/min-160 °C (1 min) อุณหภูมิการฉีด 250 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 250 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1 µl พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 96.3 และวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร dichlorvos ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.201 – 3.01 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.20 – 1.40 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99993 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.594 0.990 และ 1.583 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 101.2 101.7 และ 101.8 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (precision) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.457 0.908 และ 0.464 และ Intra-laboratory reproducibility ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.560 0.567 และ 0.676 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยน flow-rate จาก 2 ml/min เป็น 1.5 ml/min ใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกันในการทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.599 1.805 และ 0.366 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช dichlorvos ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

จิราพรรณ และฉลองรัตน์ (2557) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัวตุ่มมีพิษการเกษตร isoprothiolane โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m × 0.32 mm (id.) 0.25 µm film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 260 °C อุณหภูมิการฉีด 280 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 280 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1 µl พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 98.0 วิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร isoprothiolane ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 2.5 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.5 – 1.75 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99993 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เฉลี่ยเท่ากับ 101.1 เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (precision) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ของประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.14 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.91 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช isoprothiolane ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

พิเชษฐ์ และภัทรฤทัย (2557) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัวตุ่มมีพิษการเกษตร butachlor 60% W/V EC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m × 0.32 mm (id.) 0.25 µm film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 220 °C อุณหภูมิการฉีด 250 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 250 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1 µl พบว่า การ

ตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 94.7 วิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร butachlor ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 2.4 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.2 – 1.5 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99980 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.4 1.0 และ 1.5 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 99.47 99.33 และ 99.99 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (precision) ที่ความเข้มข้น 0.4 1.0 และ 1.5 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.414 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.392 0.631 และ 0.552 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนคอลัมน์อีกชนิดหนึ่งเป็น DB-1 ในการทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.600 และ 0.602 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช butachlor ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

สำหรับในปี พ.ศ. 2558 จิราพรรณ และคณะ ได้กล่าวว่าการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัวตุ่มมีพิษ การเกษตร hexazinone 25 %W/V SL ด้วยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatograph : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิดยูวี-วาริเอเบิล ดีเทคเตอร์ (UV-Variable Detector) ใช้คอลัมน์ C-18 มีอัตราส่วนของ สารเคลื่อนที่ Mobile phase อัตราส่วน water : acetonitrile เท่ากับ 50 : 50 V/V ความยาวคลื่น 254 nm อุณหภูมิคอลัมน์ 40 °C อัตราการไหล 1.0 ml/min ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l พบว่า การตรวจหาปริมาณที่แน่นอนของสารเทคนิคัลเกรด (Technical grade) เพื่อนำไปใช้แทนสารมาตรฐานในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐาน ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ 95.44 และวิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร hexazinone ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.001 – 0.250 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.05 – 0.150 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99997 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.06 0.10 และ 0.14 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 99.80 101.01 99.87 เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่าเท่ากับ 1.51 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.56 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนอัตราส่วนสารเคลื่อนที่เป็นอัตราส่วน water pH 3 ด้วย phosphoric acid : acetonitrile เท่ากับ 50: 50 %V/V ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.68 และ 1.35 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช hexazinone ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

การศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ ได้มีการพัฒนาการศึกษาพารามิเตอร์ให้มีความครบถ้วนยิ่งขึ้น และใช้สารมาตรฐานในการตรวจพิสูจน์ความถูกต้อง ในปี พ.ศ. 2559 ฉลองรัตน์ และคณะ รายงานว่าการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัวตุ่มมีพิษการเกษตร carbendazim และ tolclofos-methyl ซึ่ง carbendazim ใช้เทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatograph : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิดไดโอดอาร์เรย์ (Diode array detector) ใช้คอลัมน์ C-18 มีอัตราส่วนของ สารเคลื่อนที่ Mobile phase

อัตราส่วน water : methanol เท่ากับ 40 : 60 V/V ความยาวคลื่น 280 nm อุณหภูมิคอลัมน์ 45 °C อัตราการไหล 1.0 ml/min ปริมาณการฉีด 1 µl โดยใช้สารมาตรฐานในการตรวจพิสูจน์ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร carbendazim ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.001 – 0.200 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.001 – 0.200 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99996 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  ค่า Selectivity/Specificity ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ carbendazim การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.02 0.10 และ 0.14 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 99.9 99.4 100.0 เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ความเข้มข้น 0.05 0.1 และ 0.15 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่าเท่ากับ 0.874 1.066 1.028 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.028 0.799 และ 0.986 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนอัตราการไหลของสารเคลื่อนที่จาก 1.0 mg/ml เป็น 0.8 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.662 1.093 และ 1.102 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$

สำหรับ tolclofos-methyl ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m × 0.32 mm (id.) 0.25 µm film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 220 °C อุณหภูมิการฉีด 250 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 250 °C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1 µl โดยใช้สารมาตรฐานในการตรวจพิสูจน์ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร tolclofos-methyl ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.010 – 2.5 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.010 – 2.5 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99991 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  ค่า Selectivity/Specificity ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ tolclofos-methyl การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.2 1.0 และ 1.40 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 101.5 99.5 และ 99.5 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (precision) ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.498 0.325 0.504 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.498 0.325 และ 1.115 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนอุณหภูมิคอลัมน์จาก 220 °C เป็น 230 °C ในการทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.335 0.306 0.416 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช carbendazim และ tolclofos-methyl ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

สุกัญญา และคณะ (2559) รายงานการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ด้วยวิธีโครมาโทกราฟีของสาร diuron และ cyhalofop-butyl ซึ่ง diuron ใช้เทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatograph : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิดไดโอดอาร์เรย์ (Diode array detector) ใช้คอลัมน์ C-18 มีอัตราส่วนของ สารเคลื่อนที่ Mobile phase อัตราส่วน water : methanol เท่ากับ 65 : 35 V/V ความยาวคลื่น 254 nm อุณหภูมิคอลัมน์ 40 °C อัตราการไหล 1.2 ml/min ปริมาณการฉีด 10 µl โดยใช้สารมาตรฐานในการตรวจพิสูจน์ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร diuron ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.03 – 0.15 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.03 – 0.15 mg/ml ได้ค่า Correlation



coefficient (r) เท่ากับ 0.99999 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  ค่า Selectivity/Specificity ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ diuron การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.05 0.10 และ 0.15 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 101.05 100.19 98.98 เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ที่ความเข้มข้น 0.05 0.10 และ 0.15 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่าเท่ากับ 1.452 1.578 และ 0.651 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.487 1.530 และ 1.006 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่งและอัตราการไหลของ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.344 1.367 และ 1.588 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$

สำหรับ cyhalofop-butyl ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด DB-5 (30 m  $\times$  0.32 mm (id.) 0.25  $\mu$ m film thickness) ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 ml/min อุณหภูมิคอลัมน์ที่ 270  $^{\circ}$ C อุณหภูมิการฉีด 280  $^{\circ}$ C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 280  $^{\circ}$ C โหมดการฉีด Split ratio 50 : 1 ปริมาณการฉีด 1  $\mu$ l โดยใช้สารมาตรฐานในการตรวจพิสูจน์ให้ผลการทดสอบปริมาณสาร cyhalofop-butyl ที่มีช่วงการวัด (Working range) ในช่วงความเข้มข้น 0.010 – 2.5 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.10 – 1.10 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99951 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า  $r \geq 0.995$  ค่า Selectivity/Specificity ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ cyhalofop-butyl การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ที่ความเข้มข้น 0.2 0.5 และ 0.80 mg/ml เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 98.18 99.36 และ 99.88 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (precision) ที่ความเข้มข้น 0.30 0.50 และ 0.90 mg/ml ประเมิน Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.353 0.250 0.210 และ Intra-laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.419 0.353 และ 0.261 การตรวจสอบค่า Robustness/Ruggedness ของวิธีการโดยการเปลี่ยนเครื่องมืออีกเครื่องหนึ่งและอัตราการไหลของแก๊สตัวพา ในการทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.708 0.585 0.391 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT  $\leq 2$  การประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ นำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช diuron และ cyhalofop-butyl ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

ดังนั้นงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ไตรไซคลาโซล (tricyclazole) ไทอะมีทอกแซม (thiamethoxam) 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2,4-D-dimethylammonium) ครีซอกซิม-เมทิล (kresoxim-methyl) คาร์บาริล (carbaryl) อะบาเมกติน (abamectin) ด้วยเทคนิค HPLC และ เพนดิเมทาลิน (pendimethalin) ฟลูซิลาโซล (flusilazole) อีไทออน (ethion) บิวทาคลอร์ (butachlor) ไดอะซินอน (diazinon) โพรฟีนอโฟส (profenofos) โพรไทโอโฟส (prothiofos) อะลาคลอร์ (alachlor) พิริมิโฟส-เมทิล (pirimiphos-methyl) ด้วยเทคนิค GC-FID เพื่อให้วิธีวิเคราะห์มีความถูกต้องเหมาะสมสามารถใช้เป็นวิธีทดสอบในห้องปฏิบัติการ และนำไปขอการรับรองตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 (2017) รวมทั้งเพิ่มสมรรถนะของห้องปฏิบัติการในการตรวจสอบวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางเกษตร

## ระเบียบวิธีการวิจัย (Research Methodology)

### กิจกรรมที่ 1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ประกอบด้วย 10 การทดลอง ดังนี้

**การทดลองที่ 1.1** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ไตรไซคลาโซล (tricyclazole) ไทอะมีทอกแซม (thiamethoxam) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2563-2564)

ปี 2563 : ไตรไซคลาโซล (tricyclazole)

ปี 2564 : ไทอะมีทอกแซม (thiamethoxam)

#### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัฏภูมิพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ

**การทดลองที่ 1.2** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2,4-D-dimethylammonium) เพนดิเมทาลิน (pendimethalin) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2563-2564)

ปี 2563 : 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2,4-D-dimethylammonium)

ปี 2564 : เพนดิเมทาลิน (pendimethalin)

#### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัฏภูมิพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ

**การทดลองที่ 1.3** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ครีซอกซิม-เมทิล (kresoxim-methyl) ฟลูซิลาโซล (flusilazole) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2563-2564)

ปี 2563 : ครีซอกซิม-เมทิล (kresoxim-methyl)

ปี 2564 : ฟลูซิลาโซล (flusilazole)

#### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัฏภูมิพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ

**การทดลองที่ 1.4** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ อีไธออน (ethion) บิวทาคลอร์ (butachlor) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนบน (2563-2564)

ปี 2563 : อีไธออน (ethion)

ปี 2564 : บิวทาคลอร์ (butachlor)

#### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1 (สวพ.1) กรมวิชาการเกษตร

**การทดลองที่ 1.5** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ คาร์บาริล (carbaryl) อะบาเมกติน (abamectin) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนล่าง (2563-2564)

ปี 2563 : คาร์บาริล (carbaryl)

ปี 2564 : อะบาเมกติน (abamectin)

### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 2 (สวพ.2) กรมวิชาการเกษตร

**การทดลองที่ 1.6** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ อะลาคลอร์ (alachlor) ไดอะซินอน (diazinon) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนบน (2563-2564)

ปี 2563 : อะลาคลอร์ (alachlor)

ปี 2564 : ไดอะซินอน (diazinon)

### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 3 (สวพ.3) กรมวิชาการเกษตร

**การทดลองที่ 1.7** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2,4-D-dimethylammonium) บิวทาคลอร์ (butachlor) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนล่าง (2563-2564)

ปี 2563 : 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2,4-D-dimethylammonium)

ปี 2564 : บิวทาคลอร์ (butachlor)

### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 4 (สวพ.4) กรมวิชาการเกษตร

**การทดลองที่ 1.8** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ โพรฟีโนฟอส (profenofos) โพรไทโอฟอส (prothiofos) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออก (2563-2564)

ปี 2563 : โพรฟีโนฟอส (profenofos)

ปี 2564 : โพรไทโอฟอส (prothiofos)

### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 (สวพ.6) กรมวิชาการเกษตร

**การทดลองที่ 1.9** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ไดอะซินอน (diazinon) พิริมิฟอส-เมทิล (pirimiphos-methyl) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนบน (2563-2564)

ปี 2563 : ไดอะซินอน (diazinon)

ปี 2564 : พิริมิฟอส-เมทิล (pirimiphos-methyl)

### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 7 (สวพ.7) กรมวิชาการเกษตร

**การทดลองที่ 1.10** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ อีไทออน (ethion) อะลาคลอร์ (alachlor) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนล่าง (2563-2564)  
ปี 2563 : อีไทออน (ethion)

ปี 2564 : อะลาคลอร์ (alachlor)

### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 8 (สวพ.8) กรมวิชาการเกษตร

### วิธีการดำเนินงานทดลองที่ 1.1-1.10

1. เครื่องมือไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatograph : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิด ไดโอดอาร์เรย์ (Diode array) หรือยูวี-วาริเอเบิล ดีเทคเตอร์ (UV-Variable Detector) และสอบเทียบเครื่องมือแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatograph: GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) และวัสดุอุปกรณ์ต่างๆที่ใช้ทดสอบการวิเคราะห์
2. ปรับตั้งภาวะเครื่องมือที่ต้องการใช้ทดสอบ ตามวิธีทดสอบที่ต้องการตรวจสอบพิสูจน์ทราบ โดยฉีดสารละลายมาตรฐานเข้าเครื่องหลายๆซ้ำ ให้ได้ค่า %RSD แตกต่างไม่เกิน 1%
3. ทดสอบความจำเพาะเจาะจง (Specification/Selectivity) โดยการทดสอบการรบกวนของตัวทำละลาย ด้วยการฉีดตัวทำละลายในภาวะที่ใช้ทดสอบ
4. ทดสอบความเป็นเส้นตรง (Linearity) โดยเตรียมสารละลายมาตรฐาน 6 ความเข้มข้นๆละ อย่างน้อย 2-3 ซ้ำ นำสารละลายฉีดเข้าเครื่องมือ นำข้อมูลสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นกับค่า response หรือพื้นที่ใต้พีค (area) เกณฑ์ยอมรับ CIPAC No.3807 Correlation coefficient (r)  $\geq$  0.990
5. ทดสอบช่วงของการวัด (Working range) จากช่วงความเป็นเส้นตรง โดยเตรียมสารละลายมาตรฐาน 6 ความเข้มข้นๆละ อย่างน้อย 2-3 ซ้ำ นำสารละลายฉีดเข้าเครื่องมือ นำข้อมูลสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นกับค่า response หรือพื้นที่ใต้พีค (area) เกณฑ์ยอมรับ CIPAC No.3807 Correlation coefficient (r)  $\geq$  0.990
6. ทดสอบความแม่นยำ (Accuracy)
  - 6.1 สร้างกราฟสารละลายมาตรฐานที่อย่างน้อย 3 ระดับความเข้มข้น จาก stock ของสารละลายมาตรฐาน
  - 6.2 เตรียมสารละลาย original sample ของผลิตภัณฑ์ อย่างน้อย 10 ซ้ำ
  - 6.3 เตรียม fortified sample ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง ความเข้มข้นๆละ อย่างน้อย 10 ซ้ำ
  - 6.4 ประเมินค่า accuracy จาก % recovery เกณฑ์ยอมรับตาม AOAC (2016)
7. ทดสอบความเที่ยง (Precision)
  - 7.1 สร้างกราฟสารละลายมาตรฐานที่อย่างน้อย 3 ระดับความเข้มข้น จาก stock ของสารละลายมาตรฐาน
  - 7.2 เตรียมสารละลายตัวอย่างผลิตภัณฑ์ ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง ความเข้มข้นๆละ อย่างน้อย 10 ซ้ำ
  - 7.3 ประเมินค่า precision โดยใช้ค่า HORRAT เกณฑ์ยอมรับ AOAC (2016) เท่ากับ 0.3-1.3
8. ทดสอบความคงทนของวิธี (Robustness/Ruggedness) โดย Robustness ดำเนินการทดสอบเช่นเดียวกับการทดสอบค่า precision แต่เปลี่ยนปัจจัยในการทดสอบบางประการ โดยทำการทดสอบอิทธิพลของปัจจัยในวิธี

ทดสอบที่อาจจะส่งผลต่อความคงทนของวิธีอย่างน้อย 2 ปัจจัย โดยออกแบบการทดลองทางสถิติแบบ Factorial Design of Experiment สำหรับ Ruggedness ทำการทดสอบโดยการเปลี่ยนเครื่อง/รุ่นของ เครื่องมือ หรือ เปลี่ยนผู้ทดสอบ และประเมินผลโดยใช้ค่า HORRAT เกณฑ์ยอมรับ AOAC (2016) เท่ากับ HORRAT 0.3-1.3

9. การหาค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty) ดำเนินการตาม Eurachem (2012)

9.1 เขียนขั้นตอนการวิเคราะห์ และสูตรที่ใช้การคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ ในตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร เพื่อพิจารณาแหล่งที่มาของความไม่แน่นอน

9.2 กำหนดแหล่งและองค์ประกอบต่างๆของความไม่แน่นอน แสดงในรูปแบบ fish bone diagram หรือ cause effect diagram

9.3 หาค่าความไม่แน่นอนขององค์ประกอบต่างๆ ดังนี้

9.3.1 องค์ประกอบที่ทำให้เกิดความไม่แน่นอนสุ่ม ( $u_A$ ) หรือ ความไม่แน่นอนแบบ A (Type A) คือ การประเมินค่าความไม่แน่นอนจากการวัดซ้ำๆ คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ได้แก่ ข้อมูลจากการทำ method validation ของวิธีนั้นๆ (RSD ที่แสดงความเที่ยงของวิธี)

9.3.2 องค์ประกอบที่ทำให้เกิดความไม่แน่นอนระบบ ( $u_B$ ) หรือ ความไม่แน่นอนแบบ B (Type B) คือ การประเมินค่าความไม่แน่นอนจากแหล่งต่างๆที่เกี่ยวข้อง ได้จาก specification ของเครื่องมือ ใ้รับรองการสอบเทียบเครื่องมือและวัสดุอุปกรณ์ต่างๆ และมาตรฐานอ้างอิงต่างๆ

9.3.3 คำนวณความไม่แน่นอนมาตรฐาน (Standardize the uncertainty:  $U_X$ ) สำหรับความไม่แน่นอนสุ่ม ค่าที่ได้ คือ ความไม่แน่นอนมาตรฐาน สำหรับความไม่แน่นอนระบบ เปลี่ยนค่าความไม่แน่นอนเหล่านั้นเป็นค่ามาตรฐาน ด้วยหารค่าที่บอกความเชื่อมั่นของการแจกแจงที่เหมาะสม (divisor: d) ได้แก่ การแจกแจงแบบสามเหลี่ยม (Triangle distribution) หารด้วยรากที่สองของ 6 การแจกแจงแบบสี่เหลี่ยม (Rectangular distribution) หารด้วยรากที่สองของ 3 การแจกแจงแบบปกติ (Normal distribution) หารด้วย 2 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% และหารด้วย 3 ที่ระดับความเชื่อมั่น 99 %

9.4 คำนวณค่าความไม่แน่นอนรวม (Calculate the combined standard :  $U_C$ ) โดยเปลี่ยนค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานเป็นความไม่แน่นอนสัมพัทธ์ก่อน แล้วจึงรวมค่าความไม่แน่นอนสัมพัทธ์ทั้งหมด โดยใช้ law of propagation จากนั้นเปลี่ยนความไม่แน่นอนสัมพัทธ์เป็นความไม่แน่นอนรวมมาตรฐาน

9.5 คำนวณค่าความไม่แน่นอนขยาย (Calculate the combined expanded :  $U_E$ ) โดยขยายความไม่แน่นอนมาตรฐานด้วยการคูณค่าที่บอกความเชื่อมั่น (coverage หรือ confidence factor: k) ที่ 95% ซึ่งค่า k ประมาณ 2

9.6 รายงานค่าความไม่แน่นอน (Reporting uncertainty) โดยรายงานความไม่แน่นอนในรูปของความไม่แน่นอนขยาย ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

### การบันทึกข้อมูล

ปริมาณสารออกฤทธิ์, ค่า Working range ของสารละลายมาตรฐาน 6 ความเข้มข้นๆละ 1-2 ซีซี, ค่า Linearity ของสารละลายมาตรฐาน 6 ความเข้มข้นๆละ 2-3 ซีซี, ค่า Accuracy ที่วิเคราะห์ได้จาก % recovery และ Precision, Robustness/Ruggedness ที่ได้จากการนำ %RSD ไปประเมินด้วยค่า HORRAT

## ผลการวิจัย (Results)

### 1. การตั้งสถานะของเครื่องตรวจวิเคราะห์

**การทดลองที่ 1.1** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ไตรไซคลาโซล (tricyclazole) ไทอะมีทอกแซม (thiamethoxam) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

#### สถานะเครื่อง HPLC (DAD/UV) สำหรับการตรวจวิเคราะห์ tricyclazole

คอลัมน์ : LiChrospher®100 (RP-8) ขนาด 4.0 x 250 มิลลิเมตร ภายในบรรจุด้วย Octylsilain bonded silica gel ขนาด 5 ไมโครเมตร

อัตราการไหล : 1.0 mL/min

เฟสเคลื่อนที่ : water : ACN (80:20)

อุณหภูมิคอลัมน์ : 30 °C

ความยาวคลื่น : 252 nm

ปริมาตรการฉีด : 10 µL

#### สถานะเครื่อง HPLC (DAD/UV) สำหรับการตรวจวิเคราะห์ thiamethoxam

คอลัมน์ : LiChroCART® 60 (RP-18) ขนาด 4.0 x 250 มิลลิเมตร ภายในบรรจุ bonded silica gel ขนาด 5 ไมโครเมตร

อัตราการไหล : 1.0 mL/min

เฟสเคลื่อนที่ : 0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> : Methanol (60:40)

อุณหภูมิคอลัมน์ : 40 °C

ความยาวคลื่น : 225 nm

ปริมาตรการฉีด : 1 µL

**การทดลองที่ 1.2** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2,4-D-dimethylammonium) เพนดิเมทาลิน (pendimethalin) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

#### สถานะเครื่อง HPLC (DAD/UV) สำหรับการตรวจวิเคราะห์ 2,4-dimethylammonium

คอลัมน์ชนิด : Zorbax SB-Phenyl ขนาดอนุภาค 3.5 µm ความยาว 150 มิลลิเมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 4.6 มิลลิเมตร

อัตราการไหล : 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที

เฟสเคลื่อนที่ : Acetonitrile : 0.5% Acetic acid (60:40)

อุณหภูมิคอลัมน์ : 30°C

ความยาวคลื่น : 280 นาโนเมตร

ปริมาตรการฉีด : 4 ไมโครลิตร

### สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ pendimethalin

คอลัมน์ชนิด	: Capillary ภายในเคลือบด้วย 5% phenyl-methylpolysiloxane (HP-5) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร ความยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม (film thickness) 0.25 ไมโครเมตร
อุณหภูมิ Injector	: 270 °C
อุณหภูมิ Oven	: 230 °C
อุณหภูมิ Detector	: 270 °C
Split ratio	: Split 50 : 1
แก๊สตัวพา	: แก๊สฮีเลียม (He <sub>2</sub> ) อัตราการไหล 2 มิลลิลิตรต่อนาที
ปริมาตรการฉีดสาร	: 1 ไมโครลิตร
แก๊สจุดเปลวไฟ	: แก๊สไฮโดรเจน (H <sub>2</sub> ) อัตราการไหล 45 มิลลิลิตรต่อนาที : Air อัตราการไหล 450 มิลลิลิตรต่อนาที
Make up gas	: แก๊สไนโตรเจน (N <sub>2</sub> ) อัตราการไหล 45 มิลลิลิตรต่อนาที

**การทดลองที่ 1.3** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ครีซอกซิม-เมทิล (kresoxim-methyl) ฟลูซิลลาโซล (flusilazole) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

### สภาวะเครื่อง UHPLC สำหรับการตรวจวิเคราะห์ kresoxim-methyl

Column	: LiChrospher 100 RP-18e (125 mm × 4 mm i.d., 5 µm)
Mobile phase	: Acetonitrile/0.5 M Sulphuric acid in water (60/40 v/v)
UV-detector	: 223 nm
Column temperature	: 35 °C
Injection volume	: 10 µl
Run time	: 8 min

### สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ flusilazole

คอลัมน์ชนิด	: Capillary คอลัมน์ภายในบรรจุด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane (HP-5) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร ความยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม 0.25 ไมโครเมตร
อุณหภูมิ injector	: 260 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิ oven	: 250 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิ detector	: 260 องศาเซลเซียส
Split ratio	: 50 : 1
Injection volume	: 1.0 ไมโครลิตร
ก๊าซตัวพา	: He อัตราการไหล 2 มิลลิลิตรต่อนาที



ก๊าซจุดเปลวไฟ	:	H <sub>2</sub>	อัตราการไหล	40	มิลลิลิตรต่อนาที
	:	Air	อัตราการไหล	450	มิลลิลิตรต่อนาที
Make up gas	:	N <sub>2</sub>	อัตราการไหล	40	มิลลิลิตรต่อนาที

**การทดลองที่ 1.4** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ไอโทอน (ethion) บิวทาคลอร์ (butachlor) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนบน

**การปรับตั้งสถานะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ ethion และ butachlor**

Column : Capillary column HP-Ultra 1, 25 m × 320 μm × 0.17 μm

Injection System

Injection:	Split Injection
Split Ratio:	50 : 1
Split Flow:	100 ml/min
Injection Volume:	1 μl

Detector: Flame Ionization

Temperature

Oven Temperature Program

Initial Temp	180 °C	hold	0 min
20 °C/ min	250 °C	hold	3 min
10 °C/ min	280 °C	hold	3 min

Injection : 260 °C

Detector : 260 °C

Gas Flow Rate

Helium	:	2	ml/min
Hydrogen	:	30	ml/min
Air	:	400	ml/min
Nitrogen	:	40	ml/min

**การทดลองที่ 1.5** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์คาร์บาร์ลิล (carbaryl) อะบาเมกติน (abamectin) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนล่าง

**สถานะเครื่อง HPLC-DAD สำหรับการตรวจวิเคราะห์ carbaryl**

Column : Poroshell 120 EC-C18 3.0x50 mm , 2.7 μm

Column temperature : 40°C

Mobile phase water : acetonitrile (55 : 45)

Diode Array Detector (DAD) : 280 nm

Flow rate : 0.5 ml/min



Injection volume : 1  $\mu$ l  
Run time : 9.0 min  
Time table : 3.00 min water : acetonitrile (55 : 45)  
3.10 min water : acetonitrile (10 : 90)  
6.00 min water : acetonitrile (10 : 90)  
6.10 min water : acetonitrile (55 : 45)  
8.00 min water : acetonitrile (55 : 45)  
Post time : 1.00 min

#### **สภาวะเครื่อง HPLC-DAD สำหรับการตรวจวิเคราะห์ abamectin**

Column : Poroshell 120 EC-C18 3.0x50 mm , 2.7  $\mu$ m  
Column temperature : 25°C  
Mobile phase water : acetonitrile (30 : 70)  
Diode Array Detector (DAD) : 245 nm  
Flow rate : 0.7 ml/min  
Injection volume : 1  $\mu$ l  
Run time : 10 min  
Time table : 5.00 min water : acetonitrile (30 : 70)  
5.10 min water : acetonitrile (90 : 10)  
8.00 min water : acetonitrile (90 : 10)  
8.10 min water : acetonitrile (30 : 70)  
10.00 min water : acetonitrile (30 : 70)  
Post time : 0.5 min

**การทดลองที่ 1.6** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์อะลาคลอร์ (alachlor) ไดอะซินอน (diazinon) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนบน

#### **สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์alachlor**

Column : Capillary Column HP-5 ภายในเคลือบด้วย 5% phenyl-Methyl siloxane , 30 m. X 0.32 mm. (ยาว 30 เมตร, ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.32 มิลลิเมตร), หนา (film thickness) 0.25 ไมโครเมตร ( $\mu$ m)  
Injection Volume : 1  $\mu$ l  
Split injection : Split ratio 50:1  
Oven Temperature : 240 °C  
Injector Temperature : 260 °C  
Detector Temperature: 260 °C

แก๊สตัวพา : Helium อัตราการไหล (Flow rate) 2.0 มิลลิลิตรต่อนาที

#### สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ diazinon

Column : Capillary Column HP-5 ภายในเคลือบด้วย 5% phenyl-Methyl siloxane , 30 m. X 0.32 mm. (ยาว 30 เมตร, ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.32 มิลลิเมตร), หนา (film thickness) 0.25 ไมโครเมตร ( $\mu\text{m}$ )

Injection Volume : 10  $\mu\text{l}$

Split injection : Split ratio 100:1

Oven Temperature : 190 °C

Injector Temperature : 260 °C

Detector Temperature: 260 °C

แก๊สตัวพา : Helium อัตราการไหล (Flow rate) 2.0 มิลลิลิตรต่อนาที

**การทดลองที่ 1.7** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2,4-D-dimethylammonium) บิวทาคลอร์ (butachlor) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนล่าง

#### สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ 2,4-D-dimethylammonium

Column : Eclipse XDB – C<sub>8</sub> 5  $\mu\text{m}$  4.6 x 150 mm.

flow rate : 1.0 ml/min

Mobile phase : acetonitrile : 0.5 % acetic acid (80 : 20)

Injection volume : 10  $\mu\text{l}$

Temperature : 40 °C

Detector : UV Detector 280 nm

Run Time : 6 min

#### สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ butachlor

Column : capillary, HP-1 (30m x 0.32mm ID, 0.25  $\mu\text{m}$  film thickness)

Gas flow rate : Helium (carrier gas) 15 ml/min, Hydrogen 40 ml/min,  
Air 400 ml/min

Split injection : Split ratio 50, Split flow 90 ml/min

Injection volume : 1  $\mu\text{l}$

Temperature : Oven 2500°C, Inlet 280 °C, Detector 2500 °C

Detector : Flame Ionization Detector

Run Time : 5 min

**การทดลองที่ 1.8** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์โพรฟีโนฟอส (profenofos) โพรไทโอฟอส (prothiofos) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออก

**สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ profenofos**

Column : DB-1701 (30 m x 320  $\mu$ m x 0.25  $\mu$ m)  
Carrier gas : Helium 2 ml/min  
Detector : FID  
Oven temperature : 220°C  
Injector temperature : 250 °C  
Detector temperature : 250 °C  
Split injector : split ratio 50:1  
Gas detector : hydrogen 40.0 ml/min  
: air 450 ml/min  
Make up gas : nitrogen 43.7 ml/min  
Injection volume : 1  $\mu$ l  
Run time : 16 min

**สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ prothiofos**

Column : capillary column : HP-5 , 5% Phenyl Methyl Siloxane  
(0°C-325°C) length 30 m x 0.32 mm (id) x 0.25  $\mu$ m  
Oven Temperature : 240 °C  
Injector Temperature : 250 °C  
Detector Temperature: 250 °C  
Split injection : split ratio 50 : 1  
Carrier gas : He 2.0 ml/min  
Gas detector : H<sub>2</sub> Flow : 40 ml/min  
Air Flow : 450 ml/min  
Make up flow N<sub>2</sub> : 43.7 ml/min  
Injection volume : 1  $\mu$ l  
Flow rate : 2 ml/min  
Run time : 5 min

**การทดลองที่ 1.9** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ไดอะซินอน (diazinon) ไพริมิฟอส-เมทิล (pirimiphos-methyl) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนบน

**การปรับตั้งสถานะเครื่อง diazinon และ pirimiphos-methyl**

Column	:	HP-5 (30m X 0.32mm (i.d) film thickness 0.25 µm)
Oven Tem.	:	240 °C
Injector Tem.	:	260 °C
Detector Tem.	:	260 °C
Split injection	:	Split ratio 100:1
Carrier gas	:	Helium 2.0 ml/min
Gas Detector	:	Hydrogen 30.0 ml/min
	:	Air 350.0 ml/min
Make up gas	:	Nitrogen 30.0 ml/min
Injection Vol.	:	1 µl
Flow rate	:	2 ml/min
Run Time	:	3 min

**การทดลองที่ 1.10** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์อีไทออน (ethion) อะลาคลอร์ (alachlor) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนล่าง

**สถานะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ ethion**

Capillary column	:	HP-1 (30m x 0.25 mm (i.d.) 0.25 µm film thickness
Oven temperature	:	260°C
Injector temperature	:	270°C
Detector temperature	:	270°C
Split injector	:	split ratio 50 : 1
Gas flow rate	:	Helium (carrier gas) 2.5 ml/min
	:	Hydrogen 40 ml/min
	:	Air 450 ml/min
	:	Nitrogen 45 ml/min
Injector volume	:	1 µl
Run time	:	4 min (RT = 2.173 min)

## สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ alachlor

Capillary column	: HP-1 (30m x 0.25 mm (i.d.) 0.25 $\mu$ m film thickness)
Oven temperature	: 240°C
Injector temperature	: 260°C
Detector temperature	: 260°C
Split injector	: split ratio 7.62 : 1
Gas flow rate	: Helium (carrier gas) 2 ml/min : Hydrogen 40 ml/min : Air 450 ml/min : Nitrogen 45 ml/min
Injector volume	: 1 $\mu$ l
Run time	: 3 min (RT = 1.604 min)

## 2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

### 2.1 เกณฑ์ยอมรับของการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

- ค่าความเฉพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity) โครมาโทแกรมของสารต้องไม่มีพีคอื่นรบกวน
- ค่าช่วงของการวัดและความเป็นเส้นตรง (working range/linearity/) ต้องได้ค่า correlation coefficient (r)  $\geq$  0.990 ตามเกณฑ์ยอมรับ CIPAC No.3807
- ความเที่ยง (Precision) และความคงทนของวิธีวิเคราะห์ (Robustness/Ruggedness) ต้องได้ค่า HORRAT เกณฑ์ยอมรับตามมาตรฐาน AOAC (2016) ต้องได้ค่าอยู่ในช่วง 0.3-1.3
- ค่าความแม่นยำ (Accuracy) เกณฑ์ยอมรับตามมาตรฐาน AOAC (2016) พิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10% ต้องได้ค่า %Recovery เท่ากับ 98-102 ปริมาณมากกว่า 1-10% ต้องได้ค่า %Recovery เท่ากับ 97-103

### 2.2 การตรวจสอบความเฉพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity)

การตรวจสอบความเฉพาะเจาะจง (Specificity) ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ tricyclazole, thiamethoxam, 2,4-D-dimethylammonium (2 การทดลอง), pendimethalin, kresoxim-methyl, flusilazole, ethion (2 การทดลอง), butachlor (2 การทดลอง), carbaryl, abamectin, alachlor (2 การทดลอง), diazinon (2 การทดลอง), profenofos, prothiofos, pirimiphos-methyl พบว่า โครมาโทแกรมของสารมาตรฐาน สารตัวอย่างทั้ง 2 ชนิด ตามลำดับการทดลอง และสารละลาย blank ไม่มีพีคอื่นใดมารบกวน ดังแสดงในภาพที่ 1-20 ภาคผนวก ก แสดงให้เห็นว่า วิธีวิเคราะห์ทั้ง 20 วิธี ไม่ตอบสนองต่อสารอื่น แต่จะตอบสนองเฉพาะเจาะจงต่อสารตัวอย่างแต่ละชนิด

2.3 ผลการตรวจสอบช่วงของการวัดและความเป็นเส้นตรง (working range/linearity/) การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ความคงทนของวิธีวิเคราะห์ (Robustness/Ruggedness) ความแม่นยำ (Accuracy) และค่าความไม่แน่นอน (Measurement Uncertainty) แสดงดังตารางที่ 1

**ตารางที่ 1** ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ด้วยเทคนิค HPLC และ GC-FID

Active ingredient	Range/Linearity (mg/ml)	Conc. mg/ml	Accuracy %Recovery	HORRAT repeat	HORRAT Within.	HORRAT Robust.	Uncer. (%W/W)
tricyclazole (2563)	0.06-0.16	0.08 0.1 0.12	98.2-100	0.49-1.08	0.62-0.98	0.62 เปลี่ยนอุณหภูมิ 0.65 เปลี่ยนอัตรา MP	75.42±1.18
Thiamethoxam (2564)	0.2-1.4	0.8 1.0 1.2	98.4-98.8	0.69-0.96	0.45-0.68	0.62 เปลี่ยนอุณหภูมิ 0.80 เปลี่ยนอัตรา MP 0.75 เปลี่ยนพร้อมกัน	25.39±0.67
2,4-D-dimethylammonium (2563)	0.4-1.4	0.08 0.1 0.12	99.0-100.9	0.35-0.45	0.30-0.31	0.36 เปลี่ยนอุณหภูมิ 0.32 เปลี่ยนอัตรา MP	85.00±0.85
Pendimethalin (2564)	0.1-1.5	0.8 1.0 1.2	99.1-100.0	0.31-0.36	0.32-0.36	0.34 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.44 เปลี่ยน Flow 0.41 เปลี่ยนพร้อมกัน	33.06±0.71
kresoxim-methyl (2563)	0.02 – 0.14	0.08 0.1 0.12	98.5-98.7	0.44-0.67	0.42-0.69	0.54 เปลี่ยนอุณหภูมิ 0.33 เปลี่ยนอัตรา MP	48.83±1.47
flusilazole (2564)	0.3 – 1.8	0.5 1.0 1.5	99.9-100.9	0.38-0.62	0.40-0.69	0.84 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.59 เปลี่ยน Flow 0.82 เปลี่ยนพร้อมกัน	40.32±0.45

ตารางที่ 1 (ต่อ) ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ด้วยเทคนิค

HPLC และ GC-FID

Active ingredient	Range/Linearity (mg/ml)	Conc. mg/ml	Accuracy %Recovery	HORRAT repeat	HORRAT Within.	HORRAT Robust.	Uncer. (%W/W)
ethion (2563)	0.1 – 2.0	0.5 1.0 1.5	100.0-100.2	0.33-0.36	0.31-0.32	0.42 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.39 เปลี่ยน Flow	50±0.73
butachlor (2564)	0.5 – 1.5	0.5 1.0 1.5	99.4-98.7	0.31-0.33	0.34-0.38	0.37 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.58 เปลี่ยน Flow 0.37 เปลี่ยนพร้อมกัน	60±0.82
carbaryl (2563)	0.1 – 1.0	0.25, 0.55, 0.85	98.0-99.0	0.34-0.83	0.45-0.81	0.36 เปลี่ยน Flow 0.32 เปลี่ยนอัตรา MP	84.91±0.30
abamectin (2564)	0.1 – 0.7	0.1, 0.4, 0.7	100.0-100.1	0.42-0.53	0.32-0.46	0.60 เปลี่ยน Flow 0.59 เปลี่ยนอัตรา MP 0.54 เปลี่ยนพร้อมกัน	1.83±0.05
alachlor (2563)	0.50–2.50	0.25, 1.0, 2.0	100.7-101.3	0.31-0.48	0.30-0.44	0.31 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.41 เปลี่ยน Flow	48.86±0.54
diazinon (2564)	0.25 – 2.50	0.25, 1.0, 2.0	99.9-100.8	0.45-0.63	0.60-0.73	0.56 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.58 เปลี่ยน Flow 0.52 เปลี่ยนพร้อมกัน	59.98±0.49
2,4-D- dimethylammonium (2563)	0.01–1.2	0.8 1.0 1.2	99.2-101.4	0.31-0.79	0.30-0.31	0.44 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.60 เปลี่ยนอัตรา MP	79.33±0.95
butachlor (2564)	0.05–1.2	0.8 1.0 1.2	99.2-100.6	0.48-0.56	0.53-0.61	0.55 เปลี่ยนคอลัมน์ 0.58 เปลี่ยนเครื่อง 0.69 เปลี่ยนพร้อมกัน	60.48±0.53
profenofos (2563)	0.10–2.0	0.8 1.0 1.2	99.8-100.6	0.45-0.61	0.48-0.58	0.10 เปลี่ยนอุณหภูมิ Det. 0.65 เปลี่ยนอุณหภูมิ col.	49.41±1.19
prothiofos (2564)	0.10–2.0	0.8 1.0 1.2	99.2-101.7	0.51-0.64	0.61-0.71	0.65 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.53 เปลี่ยน col. 0.75 เปลี่ยนพร้อมกัน	47.25±0.43
diazinon (2563)	0.25–2.5	0.5 1.0 1.5	99.9-100.7	0.43-1.07	0.37	0.52 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.41 เปลี่ยน Flow	60.79±0.73
pirimiphos-methyl (2564)	0.25–2.5	0.5 1.0 1.5	99.6-100.3	0.42-0.46	0.32-0.39	0.43 เปลี่ยนอุณหภูมิ col. 0.41 เปลี่ยน Flow 0.41 เปลี่ยนพร้อมกัน	50.55±0.74
ethion (2563)	0.10–2.5	0.4, 1.0, 2.0	100.0-100.3	0.32-0.41	0.30	0.36 เปลี่ยน Flow 0.47 เปลี่ยน col.	49.38±0.59
alachlor (2564)	0.10–2.5	0.8, 1.0, 1.2	99.0-100.1	0.32-0.45	0.30-0.66	0.32 เปลี่ยน Flow 0.31 เปลี่ยน col. 0.30 เปลี่ยนพร้อมกัน	48.05±0.38

## อภิปรายผล (Discussion)

จากการพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 20 วิธี ได้แก่ ไตรไซคลาโซล ไทอะมีโทกแซม 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2 วิธี) เพนดิเมทาลิน ครีซอกซิม-เมทิล ฟลูซิลาโซล อีไทออน (2 วิธี) บิวทาคลอร์ (2 วิธี) คาร์บาริล อะบาเมกติน อะลาคลอร์ (2 วิธี) ไดอะซินอน (2 วิธี) โพรฟีโนฟอส โพรไทโอฟอส ฟิริมโฟส-เมทิล ด้วยเทคนิค แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดแฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) และเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatography : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิดไดโอดอาร์เรย์ (Diode array) ให้ผลการทดสอบความจำเพาะเจาะจง (Specification/Selectivity) ซึ่งไม่มี peak ไตรบวงวนการวิเคราะห์ และให้ค่าช่วงของการวัด (Working range) การทดสอบความเป็นเส้นตรง (Linearity) ที่มีค่า correlation coefficient (r) เกณฑ์ยอมรับตาม CIPAC No.3807 ต้องมีค่า  $r \geq 0.990$  ความแม่นยำ (Accuracy) เกณฑ์ยอมรับตาม AOAC ค่า %Recovery อยู่ในช่วง 98-102% ความเที่ยง (Precision) ความคงทนของวิธี (Robustness/Ruggedness) ผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐาน AOAC (2016) มีค่า HORRAT อยู่ในช่วง 0.3-1.3 สำหรับค่าความไม่แน่นอนของการวัดที่เป็นสารสำคัญชนิดเดียวกัน ใช้เทคนิคการวิเคราะห์เหมือนกัน แต่แตกต่างกันที่การตั้งสภาวะเครื่อง ได้แก่ 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม อีไทออน อะลาคลอร์ ไดอะซินอน ซึ่งได้ค่าความไม่แน่นอนของการวัดไม่แตกต่างกัน

## สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ (Conclusion and Suggestion)

การตรวจสอบความใช้ได้ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรทั้ง 20 วิธี ได้ผ่านเกณฑ์การยอมรับของการตรวจสอบความใช้ได้ทุกพารามิเตอร์ ห้องปฏิบัติการสามารถนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานของการทดสอบและสามารถนำไปใช้ในการยื่นขอและขยายขอบข่ายการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC 17025 (2017) เพิ่มศักยภาพของหน่วยงานรัฐให้เป็นที่น่าเชื่อถือในระดับนานาชาติ



## กิจกรรมที่ 2

การศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช  
The Collaborative Study of Analytical in Pesticide Products

### ชื่อผู้วิจัย

พินิตนันต์ สรวายเอี่ยม พิเชษฐ์ ทองละเอียด สุกัญญา คำคง ภัทรฤทัย คมนันธุ์ นงพงา โอลเซน สุธินี สาสีลัง  
สุภาพร บังพรหม มณฑาทิพย์ อรุณวารากรณ์ ประไพ หงษา นิกร โคตรสมบัติ สาวิตรี เขมวงค์  
Pinitnun Sruay-iam Pichet Tongla-eard Sukanya Khomkong Phatruethai Kumnat  
Nongpanga Olsen Sutinee Saseelung Supapron Bongprom Montatip Arunwarakorn Prapai Hongsa  
Nikorn Kotsombate Sawitri Khemvong

### คำสำคัญ

การศึกษาร่วม, คลอโรทาโลนิล, อะเมทรีน

### Key words

Collaborative study, chlorothalonil, ametryn

### บทคัดย่อ

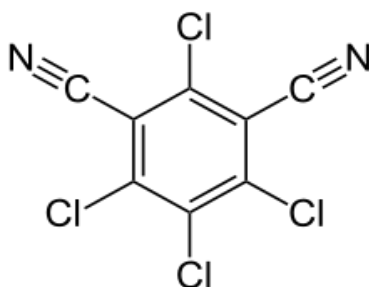
การศึกษาร่วม Collaborative study ในวิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช chlorothalonil และ ametryn เป็นการพัฒนาร่วมกันเพื่อศึกษาวิธีการทดสอบที่ดัดแปลงวิธีบางประการจากวิธีมาตรฐาน CIPAC Handbook โดยวิธีที่ทำการร่วมศึกษาใช้เทคนิค GC-FID ด้วยแคปิลารีคอลัมน์ HP-5 การศึกษาครั้งนี้ได้มีห้องปฏิบัติการที่สนใจเข้าร่วมทั้งภาครัฐและเอกชน 24 ห้องปฏิบัติการ โดยแบ่งเป็นการศึกษาวิธีวิเคราะห์ chlorothalonil จำนวน 8 ห้องปฏิบัติการ และการศึกษาวิธีวิเคราะห์ ametryn จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ จัดส่งวิธีวิเคราะห์ที่ได้ผ่านการทดสอบความถูกต้องของวิธีโดยห้องปฏิบัติการเดียว และผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช chlorothalonil จำนวน 3 สูตรความเข้มข้น คือ chlorothalonil 95 %TC, 75 %WP และ 50%W/V SC ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ametryn จำนวน 3 สูตรความเข้มข้น คือ ametryn 80 %WP, 80 %WG และ 50 %W/V SC รวม 6 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ขวดที่มีรหัสต่างกัน จากการศึกษาและประเมินผลโดยวิธีการทางสถิติคือ Cochran's test, Grubbs' test และ ANOVA พบว่าอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ซึ่งผลการทดสอบของทุกห้องปฏิบัติการอยู่ในช่วง 0.67-1.72 ตามเกณฑ์พิจารณาของ AOAC (2016) มีเกณฑ์ยอมรับอยู่ที่ 0.5-2.0 สรุปวิธีนี้เหมาะสมที่จะใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช chlorothalonil และ ametryn ซึ่งจะได้นำไปเผยแพร่เพื่อใช้เป็นวิธีวิเคราะห์แบบเดียวกันทั้งภาครัฐและเอกชนเพื่อให้ได้ผลวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐานเดียวกันต่อไป

## Abstracts

A collaborative study was conducted to determine the concentration of chlorothalonil and ametryn in pesticide formulations using our new developed method with gas chromatography (GC-FID; HP-5 column). The new method was optimized from CIPAC method. In the study, the results of data obtained from 24 laboratories (governmental laboratories and private laboratories). Eight laboratories were examined the chlorothalonil (6 samples), while another sixteen laboratories were investigated the ametryn (6 samples). The commercial formulations of chlorothalonil were chlorothalonil 95 %TC (2 codes), 75 %WP (2 codes) and 50%W/V SC (2 codes). Moreover, the concentrations of ametryn were ametryn 80 %WP (2 codes), 80 %WG (2 codes) and 50 %W/V SC (2 codes). All data were evaluated using the Cochran's test, Grubbs' test and ANOVA. In addition, the value of three tests was 0.67-1.72 which displayed the new effective method because the value was in the standard of AOAC 2016 (Association of Official Agricultural Chemists; 0.5-2.0). The conclusion, this method is suitable as a method for analysis pesticide products of chlorothalonil and ametryn which will be published for use as same analytical method for both government and companies to obtain the unique standard method.

## บทนำ (Introduction)

สารป้องกันกำจัดโรคพืชคลอโรธาโลนิล (chlorothalonil) เป็นสารกลุ่ม chloronitrile มีชื่อทางเคมีตาม IUPAC เป็น tetrachloroisophthalonitrile (Turner, 2017) มีสูตรโมเลกุล  $C_8Cl_4N_2$  น้ำหนักโมเลกุล 265.90  $g.mol^{-1}$  มีสูตรโครงสร้างดังนี้



chlorothalonil เป็นสารป้องกันกำจัดศัตรูพืชชนิดดูดซึมและเคลือบบนผิวออกฤทธิ์ป้องกันราน้ำค้างในพืชหลายชนิด โดยเฉพาะพืชตระกูลแตงที่มีสาเหตุจากเชื้อ *Pseudoperonospora cubensis* และโรคใบไหม้ในมันฝรั่งที่มีสาเหตุจากเชื้อ *Phytophthora infestant* การวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ chlorothalonil มีวิธีมาตรฐานตาม CIPAC Handbook Vol. K ด้วยเทคนิค GC-FID ซึ่งวิธีการตาม CIPAC ของเทคนิค GC ใช้ปริมาณสารมาตรฐานมากถึง 1 กรัม เติมสาร internal standard ในการทดสอบ ห้องปฏิบัติการจึงได้พัฒนาวิธีทดสอบเพื่อลดค่าใช้จ่ายในการใช้สารมาตรฐาน พร้อมทั้งเกิดความรวดเร็วในการทดสอบ โดยทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method validation) ให้มีความถูกต้องและได้ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ chlorothalonil (จिरพร และคณะ, 2550)

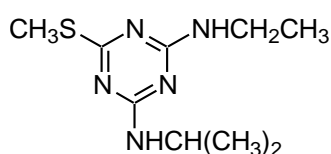
Ametryn มีลักษณะทางเคมีต่างๆดังนี้

Chemical name: N2-ethyl-N4-isopropyl-6-methylthio-1,3,5-triazine-2,4-diamine

Common name: ametryn

CAS RN: 834-12-8

Structure:



Molecular weight: 227.3

Empirical formula:  $C_9H_{17}N_5S$

Activity: Herbicide

คงสภาพในธรรมชาติและสถานะที่เป็นกรดและต่างอ่อนๆ เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยกรดแก่ pH 1 และต่างแก่ pH 13 และสลายตัวช้าๆ ด้วยแสง

วิธีวิเคราะห์หาสารออกฤทธิ์อะมีทริน (ametryn) ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร มีระบุไว้ใน CIPAC Handbook Volume H (Dobrat and Martijn, 1998) โดยวิธี Gas chromatography และใช้ Column glass ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ ametryn ในประเทศไทยมีการทดสอบด้วยวิธี Gas chromatography

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยเพื่อสร้างความเข้มแข็งของวิธีทดสอบด้วยการศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตรให้เป็นมาตรฐานเดียวกันในระดับประเทศ โดยห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุพิษทางการเกษตร กลุ่มวิจัยวัตถุพิษทางการเกษตร ได้จัดส่งวิธีทดสอบที่ต้องการสร้างมาตรฐาน ส่งสารมาตรฐาน และตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรไปยังห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทั้งภาครัฐและเอกชน โดยมีผู้สนใจเข้าร่วมในกิจกรรมของ chlorothalonil จำนวน 8 ห้องปฏิบัติการ และ ametryn จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ เป็นตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorothalonil จำนวน 3 สูตร 6 ตัวอย่าง ได้แก่ สารความเข้มข้นสูง (Technical material : TC) TC1, TC2 สารชนิดผงผสมน้ำ (Wettable powder : WP) WP1, WP2 สารแขวนลอยเข้มข้น (Suspension concentrate : SC) SC1, SC2 และตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ametryn โดยแบ่งเป็น 3 สูตรของผลิตภัณฑ์ สูตรละ 2 ตัวอย่าง รวม 6 ตัวอย่าง สารชนิดผงผสมน้ำ (Wettable powder : WP) WP1, WP2 สารชนิดเม็ดผสมน้ำ (Water dispersible granules : WG) WG1, WG2 สารแขวนลอยเข้มข้น (Suspension concentrate : SC) SC1, SC2 นำผลที่ได้จากห้องปฏิบัติการมาประเมินผลโดยใช้สถิติที่เหมาะสมตาม Guidelines for Collaborative Study Procedures To Validate Characteristics of a Method of Analysis

การทำ Collaborative study จัดเป็น multi – laboratory method validation เป็นการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ที่สมบูรณ์และน่าเชื่อถือที่สุดซึ่งต้องมีการดำเนินการตามขั้นตอน (protocol) ที่นานาชาติยอมรับส่งผลให้วิธีวิเคราะห์ที่ผ่านการทำ collaborative study มีความน่าเชื่อถือและเป็นที่ยอมรับในระดับนานาชาติ เมื่อวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารสำคัญในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ดัดแปลงจากวิธีมาตรฐาน CIPAC Method หรือวิธีทดสอบที่พัฒนาขึ้นเอง ได้ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้เรียบร้อยแล้ว วิธีทดสอบนั้นจะมีความถูกต้องและแม่นยำ และเพื่อให้วิธีทดสอบนั้นเป็นวิธีมาตรฐานระดับชาติ ได้รับความน่าเชื่อถือในระดับนานาชาติ จึงต้องจัดทำการศึกษาาร่วมกัน (Collaborative Study) ของวิธีทดสอบระหว่างห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐและเอกชน

ในปี พ.ศ. 2547 จิรพร และวินัย ได้กล่าวว่าการเข้าร่วมการศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) พัฒนาวิธีวิเคราะห์ pyridaben โดยวิธี HPLC ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ด้วยคอลัมน์ RP-18 มีสารละลายเคลื่อนที่ acetonitrile : water อัตรา 25:75 (V/V) อัตราการไหล 1.0 ml/min และความยาวคลื่น 240 nm โดยมีบริษัท Nissan Chemical Industries Ltd, Japan เป็นผู้ทำโครงการนี้จัดส่งสาร pyridaben จำนวน 3 สูตร 5 ตัวอย่าง ให้กับห้องปฏิบัติการ 21 ประเทศ ซึ่งแต่ละห้องปฏิบัติการต้องดำเนินการทดลองซ้ำกันสองวัน (Within laboratory reproducibility) ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุพิษ

การเกษตร กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร เป็นลำดับที่ 11 ผลการศึกษาปริมาณสาร pyridaben เฉลี่ยของทั้งสองวันดังนี้ Tech, WP75, WP20-1, WP20-1, SC-20 ได้ค่าเฉลี่ย 991.8, 774.0, 204.9, 203.1 และ 203.8 g/kg ซึ่งค่าที่ได้ไม่แตกต่างกัน เมื่อเทียบกับค่าเฉลี่ยของทั้ง 21 ห้องปฏิบัติการ ได้ค่า Tech, WP75, WP20-1, WP20-1, SC-20 เท่ากับ 994.0, 751.7, 206.0, 204.8 และ 207.0 g/kg ตามลำดับ โดยพิจารณาจากค่าสถิติด้วย Cochran's test และ Grubbs' test ของทั้ง 21 ห้องปฏิบัติการ ห้องปฏิบัติการที่ 17 และ 18 ของสูตร Tech และ SC20 ถูกตัดออกไม่นำมาคำนวณ ดังนั้น ข้อมูลที่ใช้ในการประเมินค่าทางสถิติแต่ละสูตรไม่เท่ากัน และผลการประเมินค่าคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์ระหว่างห้องปฏิบัติการ (reproducibility, RSD) ของ Tech, WP75, WP20-1, WP20-1, SC-20 เท่ากับ 0.38, 0.54, 0.89, 0.61 และ 0.92 ตามลำดับ ซึ่งน้อยกว่าค่าที่ได้จากการคำนวณ Horwitz's Value เกณฑ์กำหนดน้อยกว่า 2.0 2.1 2.5 2.5 และ 2.5 ตามลำดับ จากนั้น JAPAC จะนำเสนอในที่ประชุม CIPAC ต่อไป

นอกจากนี้ จีรพร และวินัย (2547) ยังได้รายงานการเข้าร่วมการศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) พัฒนาวิธีวิเคราะห์ oxydemeton-methyl โดยเทคนิค Gradient HPLC ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ด้วยคอลัมน์ RP-18 มีสารละลายเคลื่อนที่ water : acetonitrile อัตราการไหล 2.0 mL/min และความยาวคลื่น 220 nm โดยมีบริษัท Bayer AG เป็นผู้ทำโครงการนี้ จัดส่งสาร oxydemeton-methyl จำนวน 3 สูตร 5 ตัวอย่าง ให้กับห้องปฏิบัติการ 19 ประเทศ ซึ่งแต่ละห้องปฏิบัติการต้องดำเนินการทดลองซ้ำกันสองวัน (Within laboratory reproducibility) ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุมีพิษการเกษตร กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร เป็นลำดับที่ 19 ผลการศึกษาปริมาณสาร oxydemeton-methyl เฉลี่ยของทั้งสองวันดังนี้ VL50, EC250, EC250 blau, SL100 blau, SL50 ได้ค่าเฉลี่ย 489.8, 229.6, 244.4, 103.6 และ 500.0 g/kg ซึ่งค่าที่ได้ไม่แตกต่างกัน เมื่อเทียบกับค่าเฉลี่ยของทั้ง 20 ห้องปฏิบัติการ ได้ค่า VL50, EC250, EC250 blau, SL100 blau, SL50 เท่ากับ 489.8, 228.1, 244.0, 103.6 และ 498.8 g/kg ตามลำดับ และผลการประเมินค่าคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์ระหว่างห้องปฏิบัติการ (reproducibility, RSD) ของ VL50, EC250, EC250 blau, SL100 blau, SL50 เท่ากับ 1.58, 2.10, 1.47, 1.69 และ 1.80 ตามลำดับ พิจารณาจากค่าสถิติด้วย Cochran's test และ Grubbs' test ซึ่งอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้เมื่อเทียบ Horwitz's Value จากนั้น JAPAC จะนำเสนอในที่ประชุม CIPAC ต่อไป

จิตตานันท์ และคณะ (2554) รายงานการเข้าร่วมการศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) พัฒนาวิธีวิเคราะห์ flumioxazin โดยวิธี HPLC ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ด้วยคอลัมน์ RP-18 มีสารละลายเคลื่อนที่ acetonitrile : water อัตรา 50:50 (V/V) อัตราการไหล 1 mL/min และความยาวคลื่น 288 nm โดยมีบริษัท Sumitomo Chemical Co; Ltd เป็นผู้ทำโครงการนี้ จัดส่งสาร Flumioxazin จำนวน 2 สูตร 5 ตัวอย่าง ให้กับห้องปฏิบัติการ 15 ประเทศ ซึ่งแต่ละห้องปฏิบัติการต้องดำเนินการทดลองซ้ำกันสองวัน (Within laboratory reproducibility) ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุมีพิษการเกษตร กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร เป็นลำดับที่ 15 ผลการศึกษาพบว่า ค่า linearity check ได้ค่า correlation เท่ากับ 1.00000 และปริมาณสาร flumioxazin เฉลี่ยของทั้งสองวันดังนี้ Tech-1, Tech-2, Tech-3, WP-1, WP-2 ได้ค่าเฉลี่ย 993.12, 995.40, 993.15, 526.93 และ 511.98 g/kg ซึ่ง

ค่าที่ได้ไม่แตกต่างกัน เมื่อเทียบกับค่าเฉลี่ยของทั้ง 15 ห้องปฏิบัติการ ได้ค่า Tech-1, Tech-2, Tech-3, WP-1, WP-2 เท่ากับ 992.47, 992.60, 992.84, 512.14 และ 515.88 g/kg ตามลำดับ และผลการประเมินค่าคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์ระหว่างห้องปฏิบัติการ (reproducibility,RSD) ของ Tech-1, Tech-2, Tech-3, WP-1, WP-2 เท่ากับ 0.633, 0.755, 1.022, 2.619 และ 0.775 ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้เมื่อเทียบ Horwitz's Value เกณฑ์กำหนดน้อยกว่า 2.0 ยกเว้น WP-1 พิจารณาจากค่าสถิติด้วย Cochran's test และ Grubbs' test ของทั้ง 15 ห้องปฏิบัติการ ไม่พบข้อมูลที่เป็น outlier ค่า RSD มีค่าเกินเกณฑ์กำหนด แสดงว่าสาเหตุเกิดจากตัวอย่างไม่เป็นเนื้อเดียวกัน

ดวงรัตน์ และณัญญา (2555) รายงานการเข้าร่วมการศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) พัฒนาริธีวิเคราะห์ cyprodinil โดยวิธี HPLC ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ด้วยคอลัมน์ Inertsil ODS-2 มีสารละลายเคลื่อนที่ 1% V/V aqueous trifluoroacetic acid : acetonitrile อัตรา 60:40 (V/V) อัตราการไหล 1.2 ml/min และความยาวคลื่น 254 nm โดยมีบริษัท Syngenta Crop Protection AG (Switzerland) เป็นผู้ทำโครงการนี้ จัดส่งสาร cyprodinil จำนวน 3 สูตร 5 ตัวอย่าง ให้กับห้องปฏิบัติการ 19 ประเทศ ซึ่งแต่ละห้องปฏิบัติการต้องดำเนินการทดลองซ้ำกันสองวัน (Within laboratory reproducibility) ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุมีพิษการเกษตร กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร เป็นลำดับที่ 8 ผลการศึกษาปริมาณสาร cyprodinil เฉลี่ยของทั้งสองวันดังนี้ Tech-1, Tech-2, EC-1, WG-1, WG-2 ได้ค่าเฉลี่ย 990.4, 992.8, 295.6, 741.6 และ 497.6 g/kg ซึ่งค่าที่ได้ไม่แตกต่างกัน เมื่อเทียบกับค่าเฉลี่ยของทั้ง 19 ห้องปฏิบัติการ ได้ค่า Tech-1, Tech-2, EC-1, WG-1, WG-2 เท่ากับ 992.6, 992.1, 295.5, 744.6 และ 501.1 g/kg ตามลำดับ และผลการประเมินค่าคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์ระหว่างห้องปฏิบัติการ (reproducibility,RSD) ของ Tech-1, Tech-2, EC-1, WG-1, WG-2 เท่ากับ 0.90, 1.46, 1.98, 1.41 และ 1.72 ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้เมื่อเทียบ Horwitz's Value เกณฑ์กำหนดน้อยกว่า 2.0 พิจารณาจากค่าสถิติด้วย Cochran's test และ Grubbs' test ของทั้ง 19 ห้องปฏิบัติการ ไม่พบข้อมูลที่เป็น outlier

พนิดา และณัญญา (2558) รายงานการเข้าร่วมการศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) พัฒนาริธีวิเคราะห์ clothianidin โดยวิธี HPLC ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ด้วยคอลัมน์ Zorbax Eclipse XDB-C18 มีสารละลายเคลื่อนที่ acetonitrile: water: phosphoric acid อัตรา 150:850:1 (V/V) อัตราการไหล 1.1 ml/min และความยาวคลื่น 269 nm โดยมีบริษัท หน่วยงานกลางด้านวัตถุมีพิษของประเทศญี่ปุ่น (JAPAC) ร่วมกับ Sumitomo Chemical Co; Ltd เป็นผู้ทำโครงการนี้ จัดส่งสาร clothianidin จำนวน 5 สูตร 6 ตัวอย่าง ให้กับห้องปฏิบัติการ 19 ประเทศ ซึ่งแต่ละห้องปฏิบัติการต้องดำเนินการทดลองซ้ำกันสองวัน (Within laboratory reproducibility) ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุมีพิษการเกษตร กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร เป็นลำดับที่ 14 ผลการศึกษาปริมาณสาร clothianidin เฉลี่ยของทั้งสองวันดังนี้ TC, WG, SC, GR, SG-1, SG-2 ได้ค่าเฉลี่ย 999.9, 504.4, 188.4, 9.97, 166.8 และ 449.3 g/kg ซึ่งค่าที่ได้ไม่แตกต่างกัน เมื่อเทียบกับค่าเฉลี่ยของทั้ง 19 ห้องปฏิบัติการ ได้ค่า TC, WG, SC, GR, SG-1, SG-2 เท่ากับ 989.07, 502.57, 187.09, 9.86, 169.76 และ 470.65 g/kg ตามลำดับ และผลการประเมินค่าคลาดเคลื่อนสัมพัทธ์ระหว่างห้องปฏิบัติการ (reproducibility,RSD) ของ TC, WG, SC, GR, SG-1,



SG-2 เท่ากับ 1.050, 1.282, 1.842, 1.916, 2.182 และ 1.467 ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้เมื่อเทียบ Horwitz's Value เกณฑ์กำหนดน้อยกว่า 2.0 พิจารณาจากค่าสถิติด้วย Cochran's test และ Grubbs' test ของทั้ง 19 ห้องปฏิบัติการ ไม่พบข้อมูลที่เป็น outlier

ดังนั้นการศึกษาร่วมกันของวิธี (collaborative study) ครั้งนี้เพื่อให้ได้วิธีที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ chlorothalonil และ ametryn เป็นที่ยอมรับของผู้ที่เกี่ยวข้องทุกภาคส่วน และนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานของห้องปฏิบัติการในส่วนของกรมวิชาการเกษตร และส่วนของบริษัทเอกชนต่อไป

## ระเบียบวิธีการวิจัย (Research Methodology)

**กิจกรรมที่ 2** การศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

**การทดลองที่ 2.1** การศึกษาร่วมกันในวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์คลอโรทาโรนิล (chlorothalonil)

อะมีทริน (ametryn) ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร (ปีเริ่มต้น 2563 – สิ้นสุด 2564)

ปี 2563 : คลอโรทาโรนิล (chlorothalonil)

ปี 2564 : อะมีทริน (ametryn)

### วิธีการดำเนินงาน

#### 1. การรับสมัครเข้าร่วม

จัดทำหนังสือเชิญเข้าร่วม พร้อมส่งแบบตอบรับการเข้าร่วมไปยังห้องปฏิบัติที่สนใจการศึกษาร่วมกัน (collaborative study) ทั้งในส่วนราชการและเอกชน

#### 2. ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneity test)

ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่าง โดยสุ่มตัวอย่างแบบ random ในแต่ละสูตรของผลิตภัณฑ์ ตัวอย่างละ 10 ขวด ตรวจสอบวิเคราะห์หาปริมาณ chlorothalonil และ ametryn โดยทดสอบแบบสุ่มขวดละ 2 ซ้ำ นำผลที่ได้มาทดสอบความแตกต่างระหว่างตัวอย่าง (between sample variation) โดยใช้สถิติ One-way ANOVA (Analysis of Variance) ค่า F ที่คำนวณได้ต้องน้อยกว่า F critical ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

#### 3. การทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์โดยห้องปฏิบัติการเดียว

เลือกวิธีที่มีการทดสอบที่มีความถูกต้องโดยผ่านการตรวจสอบความใช้ได้เรียบร้อยแล้วของห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุเคมีพิษ กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตรได้จัดทำขึ้น

3.1 การหาความเข้มข้นของ chlorothalonil โดยวิธี Gas chromatography มี condition ดังนี้

Capillary column	:	HP-5 (30m×0.25mm (i.d.) film thickness 0.32 μm)
Oven temperature	:	240°C
Injector temperature	:	270°C
Detector temperature	:	270°C



Split injection	:	Split ratio 50:1
Carrier gas	:	Helium 2.0 ml/min
Gas detector	:	Hydrogen 40.0 ml/min
	:	Air 400.0 ml/min
Make up gas	:	Nitrogen 40.0 ml/min
Injection volume	:	1 $\mu$ l
Run time	:	4 min

### 3.2 การหาความเข้มข้นของ ametryn โดยวิธี Gas chromatography มี condition ดังนี้

Capillary column	:	HP-5 (30 m x 0.32 mm (i.d.) film thickness 0.25 $\mu$ m)
Oven temperature	:	210 °C
Injector temperature	:	250 °C
Detector temperature	:	250 °C
Split injector	:	Split ratio 50:1
Carrier gas	:	Helium 2.0 ml/min
Gas detector	:	Hydrogen 40.0 ml/min
	:	Air 400.0 ml/min
Make up gas	:	Nitrogen 40.0 ml/min
Injection volume	:	1 $\mu$ l
Run time	:	5 min

### 4. การส่งตัวอย่างทดสอบและเอกสารวิธีวิเคราะห์ให้ห้องปฏิบัติการ

ส่งตัวอย่างวิธีวิเคราะห์ คำแนะนำ แบบรายงานผล และแบบสอบถามรายละเอียดเกี่ยวกับการตรวจวิเคราะห์ เพื่อใช้ในการติดต่อกับผู้ดำเนินการ ส่งทางไปรษณีย์ลงทะเบียน โดยแต่ละห้องปฏิบัติการจะได้รับตัวอย่าง 3 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ขวดที่มีรหัสต่างกัน โดยไม่ทราบว่ทั้ง 2 ขวดเป็นตัวอย่างเดียวกัน

### 5. การทดสอบความคงตัว (Stability test)

เมื่อครบกำหนดที่ให้แต่ละห้องปฏิบัติการส่งผลการวิเคราะห์กลับมาแล้ว ดำเนินการคัดเลือกตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน เป็นตัวแทนในการทดสอบการคงตัวของตัวอย่าง โดยสุ่มตัวอย่างมา 5 ขวด ทำการวิเคราะห์หลังจากวันที่ครบกำหนดการส่งผล ทำการวิเคราะห์ขวดละ 2 ซ้ำ และนำผล

วิเคราะห์ที่ได้มาเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้สถิติ t-test ค่า t จะต้องน้อยกว่า t critical ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

## 6. การประเมินทางสถิติ (Statistic evaluation of results) (AOAC, 2016)

6.1. ทวนสอบข้อมูลผลการวิเคราะห์และข้อมูลต่างๆ จากทางห้องปฏิบัติการที่ได้ส่งกลับมา โดยศึกษาข้อมูลในแบบรายงานผลและแบบสอบถามรายละเอียดเกี่ยวกับการตรวจวิเคราะห์ของแต่ละห้องปฏิบัติการ เพื่อกำจัดผลวิเคราะห์ที่ไม่ถูกต้อง หรือผลวิเคราะห์ที่เห็นได้ชัดว่าไม่น่าเชื่อถือ ออกก่อนนำไปประมวลผลทางสถิติ เพื่อให้มั่นใจว่าได้ข้อมูลที่ต้องการและน่าเชื่อถือมาใช้ในการประเมินผล

6.2. การทดสอบค่าสุดต่าง (Outliers test) โดยข้อมูลที่มีค่าแตกต่างกันทั้งมากและน้อย จากข้อมูลในชุดเดียวกันที่ทำให้สงสัยว่าเป็นข้อมูลที่ไม่อยู่ในกลุ่มเดียวกัน จะถูกนำมาทดสอบค่าสุดต่าง โดยสถิติ Cochran's test และ Grubbs' test ดำเนินการตาม Guidelines for Collaborative Study Procedures To Validate Characteristics of a Method of Analysis

6.2.1. ทดสอบค่าสุดต่างของห้องปฏิบัติการเดียว (within-laboratory outliers test) ผลวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการที่มีความแตกต่างของค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ของคู่เดียวกันมากที่สุดเมื่อเทียบกับผลวิเคราะห์ของคู่ตัวอย่างเดียวกันจากห้องปฏิบัติการอื่นๆ จะถูกนำมาทดสอบค่าสุดต่างหรือไม่โดยใช้สถิติ Cochran's test

$$C = \frac{(D_{\max}^2) \times 100}{(\sum D_i^2)}$$

เมื่อ  $D_{\max}$  = ค่าแตกต่างของคู่ตัวอย่างที่มีค่าสูงสุด

$D_i$  = ค่าแตกต่างของคู่ตัวอย่างที่ i เมื่อ  $i = 1, 2, 3, \dots, n$

เปรียบเทียบค่า C ที่คำนวณได้กับค่าวิกฤตในตาราง ที่ระดับ  $P = 2.5\%$  (1-tail) เมื่อ L คือ จำนวนห้องปฏิบัติการ หรือจำนวนคู่ของตัวอย่างเดียวกัน ถ้าค่าที่คำนวณได้มากกว่าค่าวิกฤตแสดงว่ามีความแตกต่างของผลวิเคราะห์ตัวอย่างนั้น ถือว่าค่าที่สงสัยนั้นเป็น outlier ให้ตัดค่าผลวิเคราะห์คู่ตัวอย่างนั้นออก

## 6.2.2. ทดสอบค่าสุดต่างระหว่างห้องปฏิบัติการ (inter-laboratory outliers test)

### 6.2.2.1 ค่าสงสัยมีค่าเดียว (single Grubbs' test)

คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลทั้งหมด (S) คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลเมื่อไม่มีค่าต่ำสุดของข้อมูล ( $S_L$ ) และเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลเมื่อไม่มีค่าสูงสุดของข้อมูล ( $S_H$ ) คำนวณค่าร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ลดลงดังนี้

$$G_L = 100 \times [1 - (S_L/S)]$$

$$G_H = 100 \times [1 - (S_H/S)]$$

เมื่อ  $G_L$  เท่ากับร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ลดลงเมื่อไม่มีค่าต่ำสุดของข้อมูล

เมื่อ  $G_H$  เท่ากับร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ลดลงเมื่อไม่มีค่าสูงสุดของข้อมูล

เปรียบเทียบค่า  $G_L$ ,  $G_H$  ที่คำนวณได้กับตารางค่าวิกฤติในตาราง Grubbs' test ที่จำนวน  $L$  ข้อมูล  
ถ้าค่า  $G$  สูงกว่าค่าวิกฤติที่  $P = 2.5\%$  (2-tail) แสดงว่าค่าที่สงสัยเป็น outlier

#### 6.2.2.2 ค่าสงสัยมี 2 ค่า (double Grubbs' test)

คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลทั้งหมด ( $S$ ) คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลเมื่อไม่มีค่าต่ำสุด 2 ค่าของข้อมูล ( $S_{2L}$ ) และเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลเมื่อไม่มีค่าสูงสุด 2 ของข้อมูล ( $S_{2H}$ ) และเมื่อไม่มีค่าต่ำสุดและสูงสุดของข้อมูล ( $S_{HL}$ ) คำนวณค่า  $G_{2L}$ ,  $G_{2H}$ , และ  $G_{HL}$  ตามสูตรดังนี้

$$G_{2L} = 100 \times [1 - (S_{2L}/S)]$$

$$G_{2H} = 100 \times [1 - (S_{2H}/S)]$$

$$G_{HL} = 100 \times [1 - (S_{HL}/S)]$$

เมื่อ  $G_L$  เท่ากับร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ลดลงเมื่อไม่มีค่าต่ำสุดของข้อมูล

เมื่อ  $G_H$  เท่ากับร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ลดลงเมื่อไม่มีค่าสูงสุดของข้อมูล

เมื่อ  $G_{HL}$  เท่ากับร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ลดลงเมื่อไม่มีค่าต่ำและค่าสูงสุดของข้อมูล

เปรียบเทียบค่า  $G_L$ ,  $G_H$  และ  $G_{HL}$  ที่คำนวณได้กับตารางค่าวิกฤติในตาราง Grubbs' test ที่จำนวน  $L$  ข้อมูล ถ้าค่า  $G$  สูงกว่าค่าวิกฤติที่  $P = 2.5\%$  (2-tail) แสดงว่าค่าที่สงสัยเป็น outlier

#### 6.2.3 คำนวณความเที่ยงของวิธี (precision)

นำข้อมูลที่เหลือจากการตัดค่าสุดต่างออกทั้ง Cochran's test และ Grubbs' test แล้วนำไปคำนวณค่าทางสถิติอื่นๆ โดยการคำนวณ

$$\text{Repeatability standard deviation; } S_r = (\sum d_i^2 / 2L)^{1/2}$$

เมื่อ  $d_i$  = ความต่างของผลวิเคราะห์ของคู่ตัวอย่างเดียวกัน

$L$  = จำนวนห้องปฏิบัติการ (หรือจำนวนคู่ของตัวอย่างเดียวกัน)

$$\text{Repeatability relative standard deviation; } \%RSD_r = \frac{S_r \times 100}{\text{mean}}$$

$$\text{Repeatability limit; } r = 2.8 S_r$$

$$\text{Reproducibility standard deviation; } S_R = \{(S_d^2 + S_r^2)/2\}^{1/2}$$

$$\text{เมื่อ } S_d^2 = \frac{\sum (T_i - T)^2}{2(L - 1)}$$

$T_i$  = ผลรวมค่าของคู่ของตัวอย่าง  $i$  ของแต่ละห้องปฏิบัติการ

$T$  = ค่าเฉลี่ยของค่า  $T_i$  ของทุกห้องปฏิบัติการ

$L$  = จำนวนห้องปฏิบัติการ (หรือจำนวนคู่ของตัวอย่างเดียวกัน)

Reproducibility relative standard deviation;  $\%RSD_R = \frac{(S_R \times 100)}{\text{Mean}}$

#### 6.2.4. HORRAT

โดยค่า HORRAT คือ อัตราส่วนระหว่าง ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Deviation,  $\%RSD_R$ ) ค่า Horwitz's equation ( $\%RSD_{\text{Horwitz}}$ ) เกณฑ์ยอมรับ 0.5-2.0

### ผลการวิจัย (Results)

#### 1. การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneity testing)

ผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorothalonil และ ametryn โดยสุ่มตัวอย่างมา 5 ขวด ทำการวิเคราะห์ขวดละ 2 ซ้ำ นำผลมาทดสอบความแตกต่างระหว่างตัวอย่าง โดยใช้สถิติ One-way ANOVA นำค่า F-value ที่ได้เทียบกับค่า F-critical แสดงดังตารางที่ 1

**ตารางที่ 1** แสดงผลการทดสอบค่าความแปรปรวนของ chlorothalonil และ ametryn ในการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

ชื่อสามัญ	ลักษณะสูตร	F-value	F-critical (p=0.05)
chlorothalonil	95 %min.Tech	0.22	3.02
	75 %WP	0.97	3.02
	50 %W/V SC	0.04	3.02
ametryn	80 %WP	0.13	4.41
	80 %WG	0.48	4.41
	50 %W/V SC	1.64	4.41

#### 2. การทดสอบความคงตัว (Stability test)

ผลวิเคราะห์หาการคงตัวของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorothalonil และ ametryn โดยสุ่มตัวอย่างมา 5 ขวด ทำการวิเคราะห์ขวดละ 2 ซ้ำ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่าง ด้วยสถิติ t-test เทียบกับค่า t-critical พบว่าค่า t น้อยกว่าค่าของ t-critical แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างมีความคงตัวตลอดช่วงเวลาที่ดำเนินงานวิจัย แสดงดังตารางที่ 2

**ตารางที่ 2** แสดงผลการทดสอบความคงตัวของ chlorothalonil และ ametryn

ชื่อสามัญ	ลักษณะสูตร	t-value	t-critical (p=0.05)
chlorothalonil	95 %min.Tech	0.82	2.07
	75 %WP	0.90	2.07
	50 %W/V SC	0.39	2.07
ametryn	80 %WP	1.42	2.05
	80 %WG	0.43	2.05
	50 %W/V SC	0.46	2.05

3. การประเมินทางสถิติ (Statistic evaluation of results)

3.1 ทวนสอบข้อมูลผลการวิเคราะห์และข้อมูลต่างๆ จากทางห้องปฏิบัติการที่ได้ส่งกลับมา โดยศึกษาข้อมูลในแบบรายงานผลและแบบสอบถามรายละเอียดเกี่ยวกับการตรวจวิเคราะห์ของแต่ละห้องปฏิบัติการ ไม่พบข้อมูลที่คิดว่าเป็นการรายงานผิด แสดงดังตารางที่ (ตารางที่ 3-4)

**ตารางที่ 3** ผลการทดสอบปริมาณ chlorothalonil ของห้องปฏิบัติการ 8 แห่ง

Lab code	ปริมาณสารออกฤทธิ์ (W/W)				ปริมาณสารออกฤทธิ์ (W/W)				ปริมาณสารออกฤทธิ์ (W/W)				
		TC-1		TC-2		WP-1		WP-2		SC-1		SC-2	
1	Day1	101.11	101.53	100.56	100.56	76.02	74.21	73.08	74.82	36.91	39.63	39.41	39.04
	Day2	97.12	102.17	94.35	100.62	73.34	73.48	73.87	73.43	39.41	39.04	39.41	39.04
2	Day1	99.10	99.24	98.84	98.45	74.32	74.36	74.06	74.17	39.37	39.33	39.45	39.30
	Day2	98.21	99.22	100.50	98.39	74.64	74.00	73.84	75.10	39.05	39.33	39.32	39.16
3	Day1	96.62	96.71	96.13	96.68	73.39	74.17	74.13	73.68	38.20	38.17	38.58	39.48
	Day2	96.62	96.26	95.96	94.99	73.22	73.45	74.02	73.26	39.02	38.75	38.76	39.08
4	Day1	97.31	97.60	97.89	97.01	72.87	74.03	73.67	72.41	38.94	38.60	37.45	38.66
	Day2	96.92	97.22	97.78	98.12	72.90	73.08	72.79	72.94	39.28	38.89	38.79	38.64
5	Day1	96.00	95.23	95.44	95.52	75.10	74.94	74.91	74.41	39.16	39.01	39.90	39.16
	Day2	94.48	95.57	94.89	94.25	74.43	74.86	74.69	74.75	39.14	39.91	39.37	40.29
6	Day1	96.26	97.22	96.29	96.26	75.58	76.03	75.83	76.23	39.50	39.11	39.43	38.96
	Day2	95.57	95.53	96.01	95.43	76.39	75.75	75.82	75.33	38.19	38.80	38.95	38.88
7	Day1	95.19	95.18	94.62	94.38	75.69	75.34	75.53	75.82	39.98	40.48	39.95	39.79
	Day2	95.00	95.23	94.81	95.38	74.64	75.49	74.86	75.88	40.26	40.65	39.48	39.74
8	Day1	95.28	101.46	100.88	97.59	75.29	76.24	71.08	74.99	38.60	38.19	39.06	38.83
	Day2	100.96	101.31	101.22	100.15	75.47	76.61	77.55	76.33	40.34	40.10	38.04	38.52

**ตารางที่ 4** ผลการทดสอบปริมาณ ametryn ของห้องปฏิบัติการ 16 แห่ง

Lab code	ปริมาณสารออกฤทธิ์ (W/W)		ปริมาณสารออกฤทธิ์ (W/W)		ปริมาณสารออกฤทธิ์ (W/W)	
	WP1	WP2	WG1	WG2	SC1	SC2
1	79.672	78.592	79.358	45.765	45.765	45.765
2	79.494	78.841	79.774	45.891	45.891	45.891
3	78.383	78.159	78.777	45.615	45.615	45.615
4	81.879	82.423	82.160	47.482	47.482	47.482
5	80.487	79.903	80.311	46.694	46.694	46.694
6	80.355	80.328	79.814	45.936	45.936	45.936
7	79.348	79.547	79.329	45.862	45.862	45.862
8	81.587	81.250	81.352	47.276	47.276	47.276
9	79.558	80.436	81.636	46.644	46.644	46.644
10	80.324	80.254	80.394	46.480	46.480	46.480
11	79.607	80.754	79.920	46.085	46.085	46.085
12	80.239	79.829	79.134	46.573	46.573	46.573
13	83.743	86.143	85.507	48.798	48.798	48.798
14	81.146	81.112	80.372	46.837	46.837	46.837
15	81.120	81.475	83.698	45.754	45.754	45.754
16	80.768	78.592	80.711	46.075	46.075	46.075

3.2 การทดสอบค่าสุดต่าง (Outliers test) โดยข้อมูลที่มีค่าแตกต่างกันทั้งมากและน้อยจากข้อมูลในชุดเดียวกันที่ทำให้สงสัยว่าเป็นข้อมูลที่ไม่อยู่ในกลุ่มเดียวกัน จะถูกนำมาทดสอบค่าสุดต่าง โดยสถิติ Cochran's test และ Grubbs' test แสดงดังตารางที่ 5-6

**ตารางที่ 5** ผลการทดสอบค่า Outlier โดย Cochran's test outliers และ Grubbs' test outliers ของการทดสอบ chlorothalonil สูตร TC, WP และ SC ทั้ง 8 ห้องปฏิบัติการ

ชนิดตัวอย่าง	จำนวนห้องปฏิบัติการทั้งหมด	Cochran's test outliers	Grubbs' test outliers
TC-1	8	2	0
TC-2	8	2	0
WP-1	8	1	0
WP-2	8	1	0
SC-1	8	1	0
SC-2	8	0	0

ตารางที่ 6 ผลการทดสอบค่า Outlier โดย Cochran's test outliers และ Grubbs' test outliers ของการทดสอบ ametryn สูตร WP, WG และ SC ทั้ง 16 ห้องปฏิบัติการ

ชนิดตัวอย่าง	จำนวนห้องปฏิบัติการทั้งหมด	Cochran's test outliers	Grubbs' test outliers
WP1	16	1	0
WP2	16	1	0
WG1	16	0	0
WG2	16	0	1
SC1	16	1	0
SC2	16	1	0

3.3 การหาความเที่ยงของวิธี (precision) โดยนำข้อมูลที่เหลือจากการตัดค่าสุดต่างออกทั้ง Cochran's test และ Grubbs' test แล้วนำไปคำนวณค่าทางสถิติ โดยพิจารณาค่า HORRAT เกณฑ์ยอมรับ 0.5-2.0 (ตารางที่ 7-8)

ตารางที่ 7 ผลการประเมินความค่า Precision และ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของ chlorothalonil

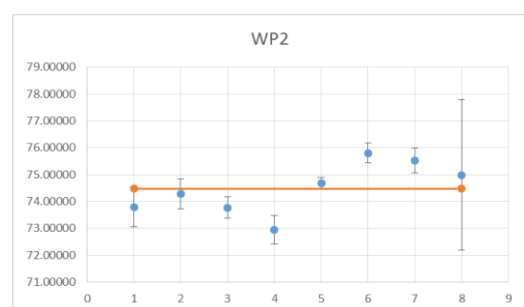
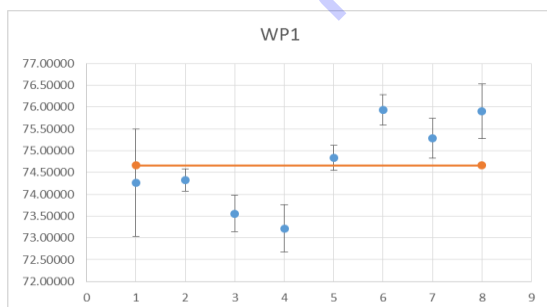
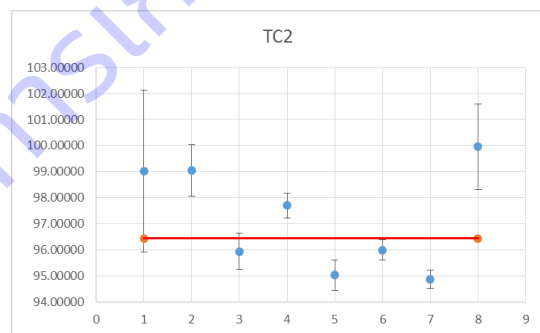
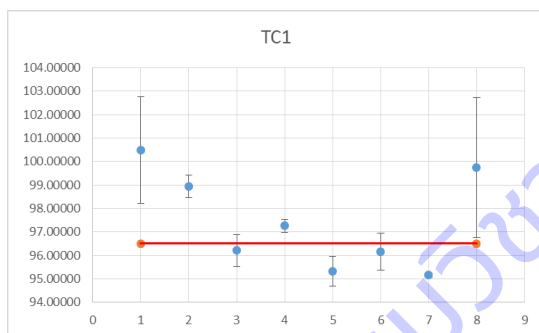
สถิติที่ใช้ทดสอบ	ชนิดตัวอย่าง					
	TC-1	TC-2	WP-1	WP-2	SC-1	SC-2
Total mean of AI (W/W%)	96.50	96.43	74.72	74.40	39.22	39.12
L	8	8	8	8	8	8
$S_r = (\sum d_i^2 / 2L)^{1/2}$	0.86	0.98	0.69	0.80	0.73	0.56
$S_R = \{(S_d^2 + S_r^2) / 2\}^{1/2}$	2.89	3.33	2.21	2.11	1.27	1.04
$RSD_r \% = (S_r * 100) / \text{mean}$	0.89	1.01	0.92	1.08	2.03	1.52
$RSD_R \% = (S_R * 100) / \text{mean}$	3.00	3.45	2.96	2.83	3.23	2.65
PRSD <sub>R</sub> %	2.01	2.01	2.09	2.09	2.30	2.30
HORRAT	1.49	1.72	1.42	1.35	1.40	1.15

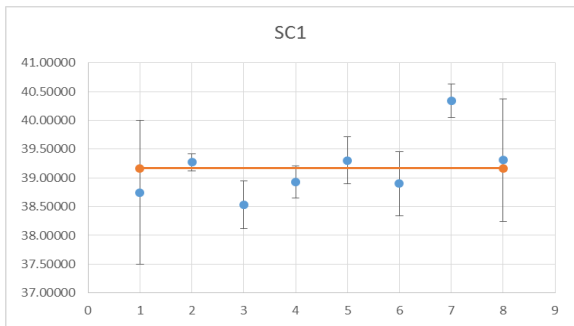


ตารางที่ 8 ผลการประเมินความค่า Precision และ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของ ametryn

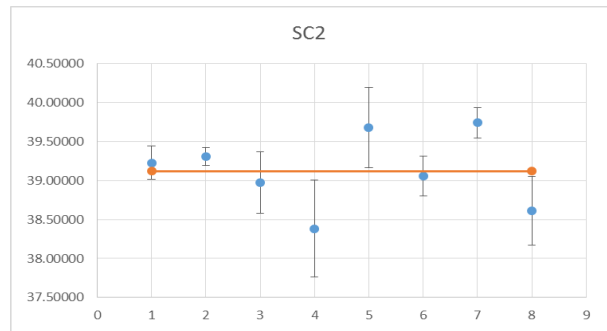
สถิติที่ใช้ทดสอบ	ชนิดตัวอย่าง					
	WP1	WP2	WG1	WG2	SC1	SC2
Total mean, X (wt%)	80.5	80.6	80.8	80.1	46.5	46.5
L	16	16	16	16	16	16
$S_r = (\sum d^2 / 2L)^{1/2}$	1.16	0.83	1.10	1.40	0.73	0.56
$S_R = \{(S_d^2 + S_r^2) / 2\}^{1/2}$	1.25	1.28	1.91	1.40	0.82	0.70
$RSD_r\% = (S_r * 100) / \text{mean}$	1.44	1.03	1.26	1.75	1.57	1.21
$RSD_R\% = (S_R * 100) / \text{mean}$	1.55	1.60	2.37	1.75	1.77	1.51
RSD%	2.0680	2.0680	2.0680	2.0680	2.2191	2.2191
PRSD <sub>R</sub> %	2.07	2.07	2.06	2.07	2.24	2.24
HORRAT	0.75	0.77	1.15	0.85	0.79	0.67

นำข้อมูลจากตารางที่ 7-8 ทุกห้องปฏิบัติการมาทำเป็นกราฟการเบี่ยงเบนมาตรฐานจากค่าเฉลี่ย

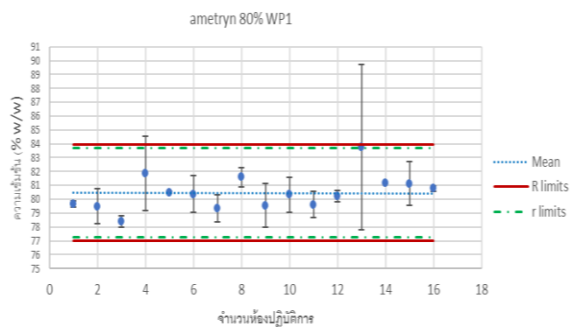




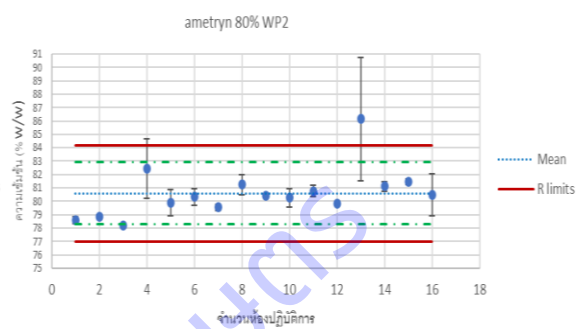
รูปที่ 5 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ยของ SC-1



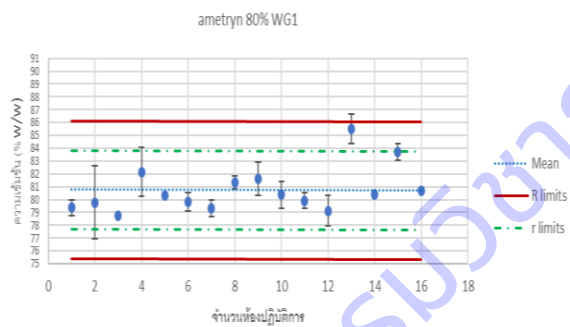
รูปที่ 6 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ยของ SC-2



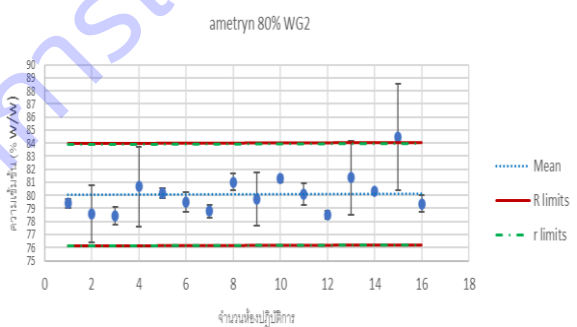
รูปที่ 7 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WP1



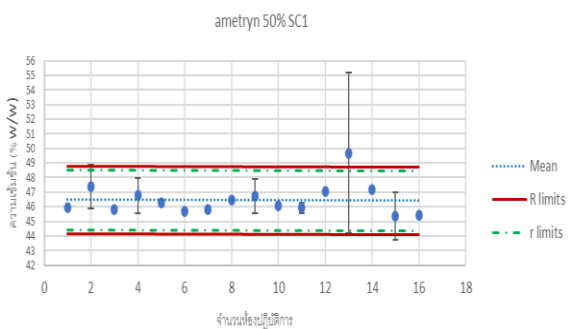
รูปที่ 8 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WP2



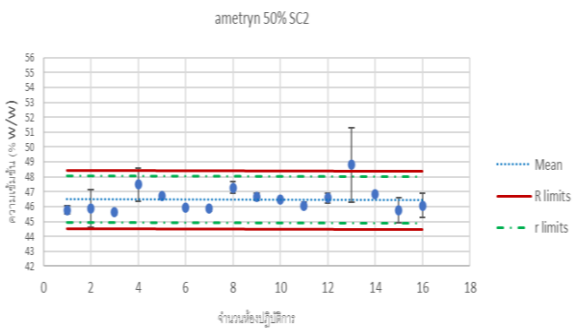
รูปที่ 9 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WG1



รูปที่ 10 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WG2



รูปที่ 11 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ SC1



รูปที่ 12 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ SC2

## อภิปรายผล (Discussion)

การศึกษาร่วมกันในวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร คลอโรทาโลนิล chlorothalonil และ ametryn เป็นการทดสอบด้วยวิธี Gas Chromatography ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้ในปัจจุบันจึงมีการคัดเลือกให้เป็นวิธีที่ใช้ศึกษาในครั้งนี้โดยมีห้องปฏิบัติการที่สนใจเข้าร่วมทั้งหมด 24 ห้องปฏิบัติการ แบ่งเป็น chlorothalonil 8 ห้องปฏิบัติการ และ ametryn 16 ห้องปฏิบัติการ ตัวอย่างที่เตรียมนั้นมีความเป็นเนื้อเดียวกันได้ทดสอบโดยสถิติ One-way ANOVA พบว่าค่า F น้อยกว่าค่าของ F-critical แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกันเพียงพอที่จะใช้ประเมินผลการทดสอบวิธีวิเคราะห์

การศึกษาพบว่า chlorothalonil มีค่าต่างสุด outlier เมื่อใช้สถิติ Cochran's test ในตัวอย่าง TC-1, TC-2, WP-1, WP-2 และ SC-1 ตัวอย่างละ 2, 2, 1, 1 และ 1 ห้องปฏิบัติการ ในส่วนของ ametryn ตัวอย่าง WP1, WP2, SC1 และ SC2 ตัวอย่างละ 1 ห้องปฏิบัติการ และมีค่าต่างสุด outlier เมื่อใช้สถิติ Grubbs' test พบว่า chlorothalonil ในตัวอย่าง TC-1, TC-2, WP-1, WP-2 และ SC-1 ไม่พบ Outlier ในส่วนของ ametryn ตัวอย่าง WG2 1 ห้องปฏิบัติการ ความเที่ยง (precision) ของวิธีจะแสดงด้วยค่า HORRAT ซึ่งผลการทดสอบของทุกห้องปฏิบัติการอยู่ในช่วง 0.67-1.72 ตามเกณฑ์พิจารณาของ AOAC, 2016 (George and Latimer, 2016) มีเกณฑ์ยอมรับอยู่ที่ 0.5-2.0

## สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ (Conclusion and Suggestion)

การศึกษาร่วมกันของวิธีทดสอบมีบางห้องปฏิบัติการที่ให้ผลการทดสอบเป็น Outlier ซึ่งตั้งข้อสังเกตในการทดสอบควรมีการทดสอบเบื้องต้นก่อนการทดสอบจริงด้วยการจัดเตรียมสารมาตรฐานและตัวอย่างให้ผู้ร่วมวิจัยในปริมาณมากพอที่จะทำการทดสอบเบื้องต้น

การประเมินผลการศึกษาร่วมกันในวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ให้ผลการทดสอบความเที่ยง (precision) ระหว่างห้องปฏิบัติการอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ นั้นแสดงว่าวิธีดังกล่าวเป็นวิธีที่เหมาะสมที่จะใช้ในการวิเคราะห์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorothalonil และ ametryn เนื่องจากค่าต่างๆที่ได้จากการประเมินเป็นไปตามมาตรฐานสากลที่กำหนดไว้

การศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ เป็นการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ที่น่าเชื่อถือ ที่นานาชาติยอมรับ ทำให้ภาครัฐและภาคเอกชนสามารถนำวิธีไปใช้ทดสอบในห้องปฏิบัติการได้อย่างน่าเชื่อถือ

### กิจกรรมที่ 3

การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช  
The Research on the Quality of Pesticide Products

#### ชื่อผู้วิจัย

อนุชา ผลไสว ฉลองรัตน์ หมื่นขวา ภัทรฤทัย คมนันธุ์ ศศิมา มั่งนิมิตร ประไพ หงษา เกษสิริ ฉันทพิริยะพูน  
Anucha Phonswai Chalongrat Muenkhwa Phatruethai Kumnat Sasima Mungnimitr  
Prapai Hongsa Kedsiri Chantapiriyapoon

#### คำสำคัญ

การเสื่อมสภาพ, สารกำจัดแมลง, สารป้องกันกำจัดโรคพืช, โพรฟิโนฟอส, เบนโนมิล, เฟนโทเอต

#### Key words

Degradation, Insecticide, Fungicide, profenofos, benomyl, phenthoate

#### บทคัดย่อ

ศึกษาการเสื่อมสภาพผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลง phenthoate, profenofos และสารป้องกันกำจัดโรคพืช ที่สภาวะอุณหภูมิห้อง 21.0-39.5 องศาเซลเซียส และเก็บที่สภาวะอุณหภูมิสูง 54 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 เดือน ในระยะเวลาทุก 3 เดือน ทำการวิเคราะห์หาปริมาณสารสำคัญ สิ่งเจือปน และสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ปริมาณน้ำเจือปน ความเป็นกรด และค่าพีเอช ตามมาตรฐาน FAO-Specifications โดยศึกษาจำนวนตัวอย่างละ 3 แหล่งต่อชนิดสาร (S1,S2,S3) พบว่าที่สภาวะอุณหภูมิห้องปริมาณสาร phenthoate ลดลงต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐานตั้งแต่เดือนที่ 3 จำนวน 2 ตัวอย่าง สำหรับ benomyl ในระยะเวลา 18 เดือน ปริมาณสารสำคัญอยู่ในเกณฑ์มาตรฐาน 2 ตัวอย่าง และ profenofos สารสำคัญลดลงต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐานในระยะเวลา 15 เดือนทั้ง 3 ตัวอย่าง เปรียบเทียบกับผลการทดสอบที่สภาวะอุณหภูมิสูง 54 องศาเซลเซียส พบว่า ปริมาณสาร phenthoate ปริมาณสารสำคัญลดลงต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐานในระยะเวลา 6 เดือน ทั้ง 3 ตัวอย่าง สำหรับ benomyl ปริมาณสารสำคัญลดลงต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐานในระยะเวลา 6 เดือน จำนวน 2 ตัวอย่าง และ profenofos ปริมาณสารสำคัญลดลงต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐานในระยะเวลา 6 เดือน จำนวน 2 ตัวอย่าง ซึ่ง phenthoate และ profenofos ที่สภาวะอุณหภูมิสูงสลายตัวอย่างรวดเร็วจนกระทั่งถึงเดือนที่ 18 เหลือปริมาณสารสำคัญเพียง 2-3 %W/V

## Abstracts

The Study on degradation of insecticides as phenthoate and profenofos and fungicides as benomyl at room temperature in the range at 21.0°C -39.5 °C and higher temperature at 54 °C was continuously examined within 18 months and testing 3 month per times. The determination on active substance, impurity and physical properties such as water content , acidity, pH value was performed according to FAO Specifications. The study on number of 3 sample per source per substance (S1,S2,S3). The result was found that at room temperature the phenthoate content was lower than the standard criteria from the 3 month for 2 samples, for benomyl during 18 months as 2 sample within the standard criteria and profenofos content was lower than the standard criteria from the 15 month for 3 samples when compare with higher temperature at 54 °C. The result was found that phenthoate content was lower than the standard criteria from the 6 month for 3 samples, for benomyl content was lower than the standard criteria from the 6 month for 2 samples and profenofos content was lower than the standard criteria from the 6 month for 2 samples which phenthoate and profenofos that high temperatures it decomposes rapidly until the 18th month, leaving only 2-3 %W/V of the active substance.

## บทนำ (Introduction)

ในการผลิตผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ผู้ประกอบการต้องควบคุมคุณภาพการผลิตให้เป็นไปตาม มาตรฐานขององค์การอาหารและการเกษตรนานาชาติ (FAO) โดยตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์กำหนดรายการทดสอบปริมาณสารสำคัญ คุณสมบัติทางกายภาพ และการคงสภาพของผลิตภัณฑ์ ที่กำหนดสภาวะเร่งอุณหภูมิที่  $54 \pm 2$  องศาเซลเซียส เวลาบ่ม 14 วัน ผลการทดสอบดังกล่าวจะเทียบเท่าอายุของการเก็บรักษาที่สภาวะอุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ปี แต่สภาพของสภาวะการเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องของแต่ละเขตภูมิอากาศมีความแตกต่างกันของอุณหภูมิและความชื้น ซึ่งอาจส่งผลกระทบต่ออายุการเก็บรักษาของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชในแต่ละพื้นที่แตกต่างกัน ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ได้แก่ เฟนโทเอต (phenthoate) เบนอิมิล (benomyl) และ โพรฟีโนฟอส (profenofos) ซึ่งสาร phenthoate และ profenofos เป็นสารกำจัดแมลง กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต (Organophosphate) จากข้อมูล Metabolic Pathway of Agrochemical (1999) กล่าวว่า phenthoate สามารถสลายตัวด้วยแสงแดด มีค่าความเข้มข้นของสารลดลงครึ่งหนึ่ง ( $DT_{50}$ ) ใช้เวลา 15 ชั่วโมง และ profenofos สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ในสารละลายต่างที่ค่าพีเอช 9 มีค่าความเข้มข้นของสารลดลงครึ่งหนึ่ง ( $DT_{50}$ ) ใช้เวลา 5.7 ชั่วโมง และจากตัวอย่างที่สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร ส่งมาทดสอบกับห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุพิษทางการเกษตร พบว่า ข้อมูลปี 2559-2560 ผลิตภัณฑ์ profenofos ผิดมาตรฐานร้อยละ 61.9 สำหรับ benomyl เป็นสารป้องกันกำจัดโรคพืช กลุ่มเบนซิมิดาโซล (benzimidazole) สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ในสารละลายที่ค่าพีเอช 5.7-9 มีค่าความเข้มข้นของสารลดลงครึ่งหนึ่ง ( $DT_{50}$ ) ใช้เวลา

3.5 1.5 และน้อยกว่า 1 ชั่วโมง ตามลำดับ ในรูปของสารละลายบางชนิด benomyl สามารถเปลี่ยนรูปเป็นอีกสารหนึ่งคือ carbendazim ได้ ดังนั้นปัจจัยต่างๆ อาทิเช่น แสงแดด ความชื้น ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) อาจทำให้สารสำคัญในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเปลี่ยนแปลงไปไม่เป็นไปตามข้อกำหนดของ FAO ที่ระบุว่าอายุการเก็บผลิตภัณฑ์อยู่ได้ 2 ปี หลังจากการผลิต ข้อมูลการเสื่อมสภาพของสารสำคัญในผลิตภัณฑ์สามารถนำไปให้คำแนะนำกับเกษตรกรและร้านค้าจำหน่ายผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ในเรื่องการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ในสภาพที่เหมาะสมไม่เสื่อมสภาพได้ง่าย

กฤษณา และคณะ (2539) รายงานการเสื่อมสภาพของสารในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช โดยการศึกษาตัวอย่างจากการขึ้นทะเบียน จำนวน 11 ชนิด ได้แก่ alachlor 48 %W/V EC, butachlor 5%GR, butachlor 60 %W/V EC, carbaryl 85% WP, captan 50% WP, carbendazim 50% WP, carbendazim 50% W/V F chlorpyrifos 40 %W/V EC, chlorpyrifos 20 %W/V EC, chlorpyrifos 25% WP, chlorpyrifos 5% GR, cypermethrin 35 %W/V EC, cypermethrin 25 % W/V EC, cypermethrin 10 %W/V EC, dimethoate 40% W/V EC , malathion 83% W/V EC, malathion 57% W/V EC, metalaxyl 25% WP และ monocrotophos 69% W/V SL Tech. รวมทั้งสิ้น จำนวน 184 ตัวอย่าง โดยดำเนินการวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ และทดสอบทางกายภาพ ได้แก่ ปริมาณน้ำ ค่าพีเอช (pH) การทดสอบสภาพการเกิดอิมัลชัน การกระจายตะกอนแขวนลอย การเปียกน้ำ ขนาดอนุภาค วิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ด้วยเทคนิค GC-FID ได้แก่ อะลาคลอร์ (alachlor), บิวทาคลอร์ (butachlor), แคปแทน (captan), ไดเมโทเอต (dimethoate), เมทาแลกซิล (metalaxyl), มาลาไทออน (malathion) วิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ด้วยเทคนิค HPLC-UV ได้แก่ คาร์บาซิล (carbaryl), คาร์เบนดาซิม (carbendazim), คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos), ไซเพอร์เมทริน (cypermethrin), โมโนโครโทฟอส (monocrotophos) ผลการวิเคราะห์ พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการทดสอบการคงสภาพ ที่  $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 14 วัน ตามมาตรฐาน FAO กำหนดเก็บตัวอย่างในสภาพจริงได้นานกว่า 2 ปี ได้แก่ อะลาคลอร์ (alachlor), บิวทาคลอร์ (butachlor), แคปแทน (captan), คาร์บาซิล (carbaryl), คาร์เบนดาซิม (carbendazim), คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos), ไซเพอร์เมทริน (cypermethrin) และ เมทาแลกซิล (metalaxyl) ผลิตภัณฑ์ที่สภาพจริงเก็บได้ไม่ถึง 2 ปี ได้แก่ ไดเมโทเอต (dimethoate) (16 ตัวอย่าง) โมโนโครโทฟอส (monocrotophos) (30 ตัวอย่าง) สำหรับ มาลาไทออน (malathion) (11 ตัวอย่าง) ไม่เกิน 3 เดือน การเสื่อมสภาพมี 2 ลักษณะ คือปริมาณสารออกฤทธิ์ต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐาน และไม่ผ่านการทดสอบทางกายภาพการคงสภาพอิมัลชัน และการกระจายตะกอนแขวนลอย จากผลการทดลองสรุปว่าการเสื่อมสภาพของสารในผลิตภัณฑ์ทั้งคุณภาพทางเคมี และทางกายภาพ มีแนวโน้มสอดคล้องต่อกัน

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะศึกษาอุณหภูมิการเก็บที่อุณหภูมิห้องของประเทศไทยที่ผลิตภัณฑ์วางจำหน่ายเปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่สูง 54 องศาเซลเซียส ว่ามีผลต่อการเร่งปฏิกิริยาเคมีได้รวดเร็วอย่างไรที่จะส่งผลต่อการสลายตัวของสาร

## ระเบียบวิธีการวิจัย (Research Methodology)

### กิจกรรมที่ 3 การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

การทดลองที่ 3.1 การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงเฟนโทเอต (phenthoate) (2563-2564)

#### วิธีการดำเนินงาน

1. จัดเตรียมเครื่องมือและอุปกรณ์ โดยการสอบเทียบเครื่องมือ GC Chromatograph (GC) ที่มีตัวตรวจจับชนิด (Flame Ionization Detector : FID) จัดซื้อและสอบเทียบอุปกรณ์ที่เก็บข้อมูลอุณหภูมิพร้อมสายเชื่อมต่อโปรแกรมเพื่อลงในคอมพิวเตอร์ (Data Logger) จัดซื้อคอลัมน์ชนิด HP-5 หรือเทียบเท่า และสารเคมี วัสดุอุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ให้พร้อมใช้งาน
2. จัดซื้อตัวอย่างผลิตภัณฑ์ phenthoate จากบริษัทผู้ผลิตหรือนำเข้าเพื่อการขอขึ้นทะเบียน ได้แก่ ชนิดสูตร Emulsifiable Concentrate (EC) ที่มีความเข้มข้น 50%W/V EC ซึ่งต้องทราบวันที่ผลิตที่แน่นอน และตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่นำมาทำการศึกษจะต้องเป็นตัวอย่างที่ผลิตขึ้นใหม่ๆ ไม่เป็นผลิตภัณฑ์เก่าหรือผลิตไว้นานแล้ว โดยเก็บตัวอย่างไม่น้อยกว่า 3 แหล่งผลิต ซึ่งเป็นแหล่งผลิตจาก basic producer และแหล่งอื่นๆ
3. ทำการบันทึกข้อมูลพื้นฐานของตัวอย่างผลิตภัณฑ์ phenthoate ได้แก่ แหล่งผลิต บริษัทนำเข้า บริษัทจำหน่าย ชื่อสามัญ ชื่อการค้า วันที่ผลิต ชนิดของสูตร และความเข้มข้น เป็นต้น
4. ทำการทดสอบคุณภาพทางเคมี กายภาพ ได้แก่ ปริมาณสารออกฤทธิ์ phenthoate ความเป็นกรด ปริมาณน้ำ เริ่มต้นและทดสอบการคงสภาพของผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิ  $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 14 วัน ตามข้อกำหนดของ FAO-Specifications (2016) บันทึกผลการวิเคราะห์
5. ตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ phenthoate ด้วยวิธี GC-FID โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง อย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่สภาวะเร่งอุณหภูมิ  $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  บันทึกผลการวิเคราะห์
6. ตรวจวิเคราะห์ปริมาณน้ำ (Water content) โดยใช้เครื่อง Karl Fisher Titrator ตามวิธี MT 30.5 CIPAC J โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง อย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่สภาวะเร่งอุณหภูมิ  $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  บันทึกผลการวิเคราะห์
7. ตรวจวิเคราะห์ความเป็นกรด-ด่าง (Acidity/Alkalinity) โดยใช้เครื่อง Auto Titrator ตามวิธี MT 191 CIPAC L โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง อย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่สภาวะเร่งอุณหภูมิ  $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  บันทึกผลการวิเคราะห์
8. บันทึกอุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิตู้อบที่เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ใช้วิเคราะห์คุณภาพทางเคมีและทางกายภาพด้วยอุปกรณ์ Data Logger
9. รวบรวมข้อมูลผลการวิเคราะห์ และจัดทำแผนภูมิควบคุม (Control Chart) อ้างอิงตามเกณฑ์ค่าความคลาดเคลื่อนของ เอฟ เอ โอ (FAO-Specification, 2016) เปรียบเทียบข้อมูลทางสถิติด้วย t-test และสรุปผลการทดลอง



## - การบันทึกข้อมูล

1. น้ำหนักสารมาตรฐานและน้ำหนักตัวอย่างของ phenthoate
2. เปอร์เซ็นต์ความเป็นกรด ปริมาณน้ำ
3. อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิตู้อบ

## สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัสดุพืชการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ

**การทดลองที่ 3.2** การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดโรคพืชเบนอไมล์ (benomyl)  
(2563-2564)

## วิธีการดำเนินงาน

1. จัดเตรียมเครื่องมือและอุปกรณ์ โดยการสอบเทียบเครื่องมือ High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ที่มีตัวตรวจจับชนิด Diode array detector (DAD) จัดซื้อและสอบเทียบอุปกรณ์ที่เก็บข้อมูลอุณหภูมิพร้อมสายเชื่อมต่อโปรแกรมเพื่อลงในคอมพิวเตอร์ (Data Logger) จัดซื้อคอลัมน์ชนิด C18 หรือเทียบเท่า และสารเคมี วัสดุ อุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ให้พร้อมใช้งาน
2. จัดซื้อตัวอย่างผลิตภัณฑ์ benomyl จากบริษัทผู้ผลิตหรือนำเข้าเพื่อการขอขึ้นทะเบียน ได้แก่ สูตร Wettable Powders (WP) ที่มีความเข้มข้น 50 %WP ซึ่งต้องทราบวันที่ผลิตที่แน่นอน และตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่นำมาทำการศึกษจะต้องเป็นตัวอย่างที่ผลิตขึ้นใหม่ๆ ไม่เป็นผลิตภัณฑ์เก่าหรือผลิตไว้นานแล้ว
3. ทำการบันทึกข้อมูลพื้นฐานของตัวอย่างผลิตภัณฑ์ benomyl ได้แก่ แหล่งผลิต บริษัทนำเข้า บริษัทจำหน่าย ชื่อสามัญ ชื่อการค้า วันที่ผลิต ชนิดของสูตร และความเข้มข้น เป็นต้น
4. ทำการทดสอบคุณภาพทางเคมี และกายภาพเริ่มต้น และทดสอบการคงสภาพของผลิตภัณฑ์ โดยนำตัวอย่างอบที่อุณหภูมิ  $54 \pm 2$  °C เป็นเวลา 14 วัน ตามข้อกำหนด FAO-Specifications จากนั้นนำตัวอย่างออกจากตู้อบเพื่อทดสอบคุณภาพทางเคมี และกายภาพอีกครั้ง บันทึกผลการวิเคราะห์
5. ตรวจวิเคราะห์ทางเคมี โดยวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ benomyl ตามวิธี CIPAC D โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง อย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิ  $5^{\circ}\text{C}$  บันทึกผลการวิเคราะห์
6. ตรวจวิเคราะห์ค่าพีเอช (pH) โดยใช้เครื่อง pH meter ตามวิธี MT 75.3 CIPAC J โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง อย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิ  $5^{\circ}\text{C}$  บันทึกผลการวิเคราะห์
7. บันทึกอุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิตู้เย็นที่เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ใช้วิเคราะห์คุณภาพทางเคมีและทางกายภาพด้วยอุปกรณ์ Data Logger
8. รวบรวมข้อมูลผลการวิเคราะห์ และจัดทำแผนภูมิควบคุม (Control Chart) อ้างอิงตามเกณฑ์ค่าความคลาดเคลื่อนของ เอฟ เอ โอ (FAO-Specification, 2016) และสรุปผลการทดลอง

## การบันทึกข้อมูล

1. น้ำหนักสารมาตรฐานและน้ำหนักตัวอย่างของ benomyl

- ค่าพีเอช (pH)
- อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิตู้อบ

### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัสดุพืชการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ

**การทดลองที่ 3.3** การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงโพฟีโนฟอส (profenofos) (2563-2564)

### วิธีการดำเนินงาน

- จัดเตรียมเครื่องมือและอุปกรณ์ โดยการสอบเทียบเครื่องมือ GC Chromatograph (GC) ที่มีตัวตรวจจับชนิด (Flame Ionization Detector : FID) จัดซื้อและสอบเทียบอุปกรณ์ที่เก็บข้อมูลอุณหภูมิพร้อมสายเชื่อมต่อโปรแกรมเพื่อลงในคอมพิวเตอร์ (Data Logger) จัดซื้อแคปิลารีคอลัมน์ชนิด HP-5 หรือเทียบเท่า และสารเคมีวัสดุ อุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ให้พร้อมใช้งาน

- จัดซื้อตัวอย่างผลิตภัณฑ์ profenofos จากบริษัทผู้ผลิตหรือนำเข้าเพื่อการขอขึ้นทะเบียน ได้แก่ ชนิดสูตร Emulsifiable Concentrate (EC) ที่มีความเข้มข้น 50%W/V EC ซึ่งต้องทราบวันที่ผลิตที่แน่นอน และตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่นำมาทำการศึกษาจะต้องเป็นตัวอย่างที่ผลิตขึ้นใหม่ๆ ไม่เป็นผลิตภัณฑ์เก่าหรือผลิตไว้นานแล้ว

- ทำการบันทึกข้อมูลพื้นฐานของตัวอย่างผลิตภัณฑ์ profenofos ได้แก่ แหล่งผลิต บริษัทนำเข้า บริษัทจำหน่าย ชื่อสามัญ ชื่อการค้า วันที่ผลิต ชนิดของสูตร และความเข้มข้น เป็นต้น

- ทำการทดสอบคุณภาพทางเคมี และกายภาพเริ่มต้น และทดสอบการคงสภาพของผลิตภัณฑ์ โดยนำตัวอย่างอบที่อุณหภูมิ  $54 \pm 2$  °C เป็นเวลา 14 วัน ตามข้อกำหนด FAO-Specifications จากนั้นนำตัวอย่างออกจากตู้อบเพื่อทดสอบคุณภาพทางเคมี และกายภาพอีกครั้ง บันทึกผลการวิเคราะห์

- ตรวจวิเคราะห์ทางเคมี โดยวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ profenofos ตามวิธี CIPAC H โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง อย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิ  $5^{\circ}\text{C}$  บันทึกผลการวิเคราะห์

- ตรวจวิเคราะห์ค่าพีเอช (pH) โดยใช้เครื่อง ตามวิธี MT 75.3 CIPAC J โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง อย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิ  $5^{\circ}\text{C}$  บันทึกผลการวิเคราะห์

- บันทึกอุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิตู้เย็นที่เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ใช้วิเคราะห์คุณภาพทางเคมีและทางกายภาพด้วยอุปกรณ์ Data Logger

- รวบรวมข้อมูลผลการวิเคราะห์ และจัดทำแผนภูมิควบคุม (Control Chart) อ้างอิงตามเกณฑ์ค่าความคลาดเคลื่อนของ เอฟ เอ โอ (FAO-Specification, 2016) และสรุปผลการทดลอง

### การบันทึกข้อมูล

- น้ำหนักสารมาตรฐานและน้ำหนักตัวอย่างของ profenofos
- ค่าพีเอช (pH)
- อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิตู้อบ

## สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 (สวพ.6) กรมวิชาการเกษตร

## ผลการวิจัย (Results)

**การทดลองที่ 3.1** การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงเฟนโทเอต (phenthoate) (2563-2564)

- ผลการบันทึกข้อมูลอุณหภูมิห้องของสถานที่เก็บรักษาผลิตภัณฑ์ของสาร phenthoate โดยแสดงช่วงละ 3 เดือน จากทั้งหมด 18 เดือน พบว่าอุณหภูมิตลอดการทดสอบอยู่ในช่วง 21.6–37.7 องศาเซลเซียส
- ทดสอบการคงสภาพตาม FAO กำหนดในการขึ้นทะเบียนผลิตภัณฑ์จะต้องทำการอบในสภาวะอุณหภูมิที่  $54 \pm 2$  °C เวลา 14 วัน และทำการตรวจสอบปริมาณ phenthoate หลังอบ ต้องผ่าน 95% ของปริมาณสาร phenthoate ก่อนอบ แสดงผลดังตารางที่ 1

**ตารางที่ 1** ผลการวิเคราะห์ปริมาณสาร phenthoate ในตัวอย่างเริ่มต้นและสภาวะอุณหภูมิที่  $54 \pm 2$  องศาเซลเซียส เวลา 14 วันตาม FAO-Specifications

รายการทดสอบ (เกณฑ์ยอมรับ)	ตัวอย่าง S1		ตัวอย่าง S2		ตัวอย่าง S3	
	เริ่มต้น	สภาวะอุณหภูมิ $54 \pm 2$ °C, 14 วัน	เริ่มต้น	สภาวะอุณหภูมิ $54 \pm 2$ °C, 14 วัน	เริ่มต้น	สภาวะอุณหภูมิ $54 \pm 2$ °C, 14 วัน
phenthoate (47.5-52.5%)	51.0	49.7	49.0	47.2	49.4	48.3
Water content (<0.5%)	0.36	0.33	0.19	0.22	0.41	0.17
Acidity (<0.2%)	0.05	0.04	0.03	0.05	0.04	0.04

**หมายเหตุ** เกณฑ์กำหนดหลังอบอุณหภูมิ  $54 \pm 2$  °C เป็นเวลา 14 วัน ต้องไม่น้อยกว่า 95%ของ AI. ก่อนอบ

3. ผลิตภัณฑ์ phenthoate ที่ผ่านการตรวจสอบสมบัติตามเกณฑ์กำหนดขึ้นทะเบียนแล้วนำมาทำการศึกษาการเก็บรักษาที่สภาวะอุณหภูมิห้องของประเทศไทย (สถานที่ทำการทดลอง) และในสภาวะอุณหภูมิที่  $54 \pm 2$  °C ผลการทดสอบดังตารางที่ 2

**ตารางที่ 2** ผลการทดสอบปริมาณสาร phenthoate ปริมาณน้ำเจือปน และความเป็นกรด ระยะเวลา 18 เดือน

ลำดับ/ แหล่ง ผลิต	รายการ ทดสอบ	3 เดือน ธันวาคม 2562		6 เดือน มีนาคม 2563		9 เดือน มิถุนายน 2563	
		อุณหภูมิห้อง (21.6– 37.7°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)	อุณหภูมิห้อง (21.6– 37.7°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)	อุณหภูมิห้อง (21.6– 37.7°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)
		S1	% A.I.	47.6	45.1	49.7	44.9
	Water content	0.32	0.22	0.33	0.26	0.33	0.33
	Acidity	0.05	0.16	0.11	0.39	0.16	0.54
S2	% A.I.	46.0	38.7	45.8	33.6	43.7	15.0
	Water content	0.16	0.27	0.19	0.40	0.23	0.63
	Acidity	0.10	0.32	0.04	0.56	0.04	0.61
S3	% A.I.	47.0	43.0	47.0	37.5	45.8	32.8
	Water content	0.56	0.55	0.70	0.54	0.55	0.56
	Acidity	0.03	0.02	0.05	0.42	0.10	0.28

**ตารางที่ 2** ผลการทดสอบปริมาณสาร phenthoate ปริมาณน้ำเจือปน และความเป็นกรด ระยะเวลา 18 เดือน (ต่อ)

ลำดับ/ แหล่ง ผลิต	รายการ ทดสอบ	12 เดือน กันยายน 2563		15 เดือน ธันวาคม 2563		18 เดือน มีนาคม 2564	
		อุณหภูมิห้อง (21.6– 37.7°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)	อุณหภูมิห้อง (21.6– 37.7°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)	อุณหภูมิห้อง (21.6– 37.7°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)
S1	% A.I.	49.2	47.1	48.1	33.1	49.3	40.4
	Water content	0.33	0.33	0.38	0.49	0.42	0.49
	Acidity	0.16	0.54	0.39	0.33	0.19	0.36
S2	% A.I.	44.3	15.0	43.8	7.4	42.8	3.3
	Water content	0.26	0.63	0.30	0.58	0.33	0.63
	Acidity	0.06	0.61	0.18	0.50	0.13	0.56
S3	% A.I.	44.9	28.5	41.6	27.9	41.5	18.6
	Water content	0.72	0.79	0.72	1.22	0.72	1.22
	Acidity	0.04	0.81	0.43	2.36	0.36	2.48

**การทดลองที่ 3.2** การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดโรคพืชเบนโนมิล (benomyl) (2563-2564)

- ผลการบันทึกข้อมูลอุณหภูมิห้องของสถานที่เก็บรักษาผลิตภัณฑ์ของสาร benomyl โดยแสดงช่วงละ 3 เดือน จากทั้งหมด 18 เดือน พบว่าอุณหภูมิตลอดการทดสอบอยู่ในช่วง 21.6–37.7 องศาเซลเซียส
- ทดสอบการคงสภาพตาม FAO กำหนดในการขึ้นทะเบียนผลิตภัณฑ์จะต้องทำการอบในสภาวะอุณหภูมิที่ 54±2 °C เวลา 14 วัน และทำการตรวจสอบปริมาณ benomyl หลังอบ ต้องผ่าน 95% ของปริมาณสาร phenthoate ก่อนอบ แสดงผลดังตารางที่ 1

**ตารางที่ 1** ผลการวิเคราะห์ปริมาณสาร benomyl ในตัวอย่างเริ่มต้นและสภาวะอุณหภูมิที่  $54\pm 2$  องศาเซลเซียส เวลา 14 วันตาม FAO-Specifications

รายการทดสอบ (เกณฑ์ยอมรับ)	ตัวอย่าง S1		ตัวอย่าง S2		ตัวอย่าง S3	
	เริ่มต้น	สภาวะอุณหภูมิ $54\pm 2$ °C, 14 วัน	เริ่มต้น	สภาวะอุณหภูมิ $54\pm 2$ °C, 14 วัน	เริ่มต้น	สภาวะอุณหภูมิ $54\pm 2$ °C, 14 วัน
benomyl (47.5-52.5%)	51.0	51.0	51.9	51.5	50.4	50.1
pH (5-8)	6.3	7.1	5.9	6.4	5.4	5.8

**หมายเหตุ** เกณฑ์กำหนดหลังอบอุณหภูมิ  $54\pm 2$  °C เป็นเวลา 14 วัน ต้องไม่น้อยกว่า 95%ของ AI. ก่อนอบ

3. ผลิตภัณฑ์ benomyl ที่ผ่านการตรวจสอบสมบัติตามเกณฑ์กำหนดขึ้นทะเบียนแล้วนำมาทำการศึกษารักษาที่สภาวะอุณหภูมิห้องของประเทศไทย (สถานที่ทำการทดลอง) และในสภาวะอุณหภูมิที่  $54\pm 2$  °C เกณฑ์กำหนดสารสำคัญ 47.5-52.5 %W/V และค่าพีเอช 5-8 ผลการทดสอบดังตารางที่ 2

**ตารางที่ 2** ผลการทดสอบปริมาณสาร benomyl และ pH ของผลิตภัณฑ์ benomyl ช่วงเวลาละ 3 เดือน ระยะเวลา 18 เดือน

ลำดับ/ แหล่งผลิต	รายการ ทดสอบ	3 เดือน ธันวาคม 2562		6 เดือน มีนาคม 2563		9 เดือน มิถุนายน 2563	
		อุณหภูมิห้อง ( $26-36.5^{\circ}\text{C}$ )	สภาวะเร่ง ( $54\pm 2^{\circ}\text{C}$ )	อุณหภูมิห้อง ( $26-36.5^{\circ}\text{C}$ )	สภาวะเร่ง ( $54\pm 2^{\circ}\text{C}$ )	อุณหภูมิห้อง ( $26-36.5^{\circ}\text{C}$ )	สภาวะเร่ง ( $54\pm 2^{\circ}\text{C}$ )
S1	% A.I.	51.6	49.3	51.2	31.8	51.0	34.1
	ค่า pH	7.1	7.6	8.1	8.1	8.3	7.2
S2	% A.I.	52.4	49.7	53.6	40.5	53.8	24.1
	ค่า pH	6.4	6.8	7.4	7.4	7.4	7.9
S3	% A.I.	51.2	49.5	51.7	51.5	51.5	49.2
	ค่า pH	5.9	6.3	6.9	6.8	7.4	6.5

**ตารางที่ 2** (ต่อ) ผลการทดสอบปริมาณสาร benomyl และ pH ระยะเวลา 18 เดือน

ลำดับ/ แหล่ง ผลิต	รายการ ทดสอบ	12 เดือน กันยายน 2563		15 เดือน ธันวาคม 2563		18 เดือน มีนาคม 2564	
		อุณหภูมิห้อง (26-36.5 <sup>0</sup> C)	สภาวะเร่ง (54±2 <sup>0</sup> C)	อุณหภูมิห้อง (26-36.5 <sup>0</sup> C)	อุณหภูมิห้อง (26-36.5 <sup>0</sup> C)	อุณหภูมิห้อง (26-36.5 <sup>0</sup> C)	สภาวะเร่ง (54±2 <sup>0</sup> C)
		S1	% A.I.	47.0	41.4	43.1	43.1
	ค่า pH	8.2	6.6	7.9	7.9	8.1	7.1
S2	% A.I.	50.1	28.7	52.6	52.6	51.9	30.2
	ค่า pH	7.5	6.5	7.7	7.7	7.6	7.0
S3	% A.I.	49.8	49.2	50.2	50.2	51.0	45.0
	ค่า pH	7.3	5.8	7.4	7.4	7.4	6.6

**การทดลองที่ 3.3** การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงโพรฟีนอโฟส (profenofos) (2563-2564)

- ผลการบันทึกข้อมูลอุณหภูมิห้องของสถานที่เก็บรักษาผลิตภัณฑ์ของสาร benomyl โดยแสดงช่วงละ 3 เดือน จากทั้งหมด 18 เดือน พบว่าอุณหภูมิตลอดการทดสอบอยู่ในช่วง 21.0–39.5 องศาเซลเซียส
- ทดสอบการคงสภาพตาม FAO กำหนดในการขึ้นทะเบียนผลิตภัณฑ์จะต้องทำการอบในสภาวะอุณหภูมิที่ 54±2 °C เวลา 14 วัน และทำการตรวจสอบปริมาณ profenofos หลังอบ ต้องผ่าน 95% ของปริมาณสาร profenofos ก่อนอบ แสดงผลดังตารางที่ 1

**ตารางที่ 1** ผลการวิเคราะห์ปริมาณสาร profenofos ในตัวอย่างเริ่มต้นและสภาวะอุณหภูมิที่ 54±2 องศาเซลเซียส เวลา 14 วันตาม FAO-Specifications

รายการทดสอบ (เกณฑ์ยอมรับ)	ตัวอย่าง S1		ตัวอย่าง S2		ตัวอย่าง S3	
	เริ่มต้น	สภาวะอุณหภูมิ 54±2 °C, 14 วัน	เริ่มต้น	สภาวะอุณหภูมิ 54±2 °C, 14 วัน	เริ่มต้น	สภาวะอุณหภูมิ 54±2 °C, 14 วัน
profenofos (47.5-52.5%)	48.7	43.2	48.9	47.2	49.0	47.9
pH (3-7)	3.3	2.8	3.3	3.3	3.8	3.1

**หมายเหตุ** เกณฑ์กำหนดหลังอบอุณหภูมิ 54±2 °C เป็นเวลา 14 วัน ต้องไม่น้อยกว่า 95%ของ A.I. ก่อนอบ



3. ผลิตภัณฑ์ profenofos ที่ผ่านการตรวจสอบสมบัติตามเกณฑ์กำหนดขึ้นทะเบียนแล้วนำมาทำการศึกษาการเก็บรักษาที่สภาวะอุณหภูมิห้องของประเทศไทย (สถานที่ทำการทดลอง) และในสภาวะอุณหภูมิที่  $54 \pm 2$  °C เกณฑ์กำหนดสารสำคัญ 47.5-52.5 %W/V และค่าพีเอช 3-7 ผลการทดสอบดังตารางที่ 2

**ตารางที่ 2** ผลการทดสอบปริมาณสาร profenofos และ pH ของผลิตภัณฑ์ ระยะเวลา 18 เดือน

ลำดับ/ แหล่ง ผลิต	รายการ ทดสอบ	3 เดือน 7/04/63		6 เดือน 6/07/63		9 เดือน 4/10/63	
		อุณหภูมิห้อง (26-36.5°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)	อุณหภูมิห้อง (26-36.5°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)	อุณหภูมิห้อง (26-36.5°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)
		S1	% A.I.	49.2	43.2	48.1	39.4
	ค่า pH	3.0	2.8	2.8	2.7	2.8	2.7
S2	% A.I.	49.6	47.2	48.0	47.4	47.9	47.4
	ค่า pH	4.5	3.3	2.9	3.0	2.9	3.1
S3	% A.I.	48.7	47.9	48.6	48.5	48.5	47.9
	ค่า pH	3.8	3.1	3.3	2.9	3.3	2.9

**ตารางที่ 2 (ต่อ)** ผลการทดสอบปริมาณสาร profenofos และ pH ระยะเวลา 18 เดือน

ลำดับ/ แหล่ง ผลิต	รายการ ทดสอบ	12 เดือน 30/12/63		15 เดือน 31/03/64		18 เดือน 29/06/64	
		อุณหภูมิห้อง (26-36.5°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)	อุณหภูมิห้อง (26-36.5°C)	อุณหภูมิห้อง (26-36.5°C)	อุณหภูมิห้อง (26-36.5°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)
		S1	% A.I.	47.7	35.6	43.5	28.3
	ค่า pH	2.8	2.7	2.8	2.6	2.8	2.7
S2	% A.I.	47.6	47.4	47.0	40.7	47.0	42.6
	ค่า pH	2.9	3.0	2.8	2.9	2.9	3.0
S3	% A.I.	47.8	47.5	47.0	45.4	49.1	44.9
	ค่า pH	3.3	2.9	3.0	2.7	3.3	2.9

## อภิปรายผล (Discussion)

การศึกษาการสลายตัวของสาร เบนโทเอต เบนโนมิล และโพรฟิโนฟอสที่เก็บไว้อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิ 54 °C สรุปได้ดังนี้

1. ปริมาณสารเบนโทเอตในผลิตภัณฑ์สูตร 50 %W/V EC ถ้าเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 21-38 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ในช่วง 3-18 เดือน และถ้าเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 54 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ใน 3 เดือน

2. สารเบนโนมิลในผลิตภัณฑ์สูตร 50 % WP ถ้าเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 26-35 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ในช่วง 18 เดือน และถ้าเก็บรักษาอุณหภูมิ 54 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ในช่วง 6-15 เดือน

3. สารโพรฟิโนฟอสในผลิตภัณฑ์สูตร 50 %W/V EC ถ้าเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 21-39.5 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ใน 15 เดือน และถ้าการเก็บที่อุณหภูมิ 54 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ในช่วง 3-15 เดือน

FAO-Specifications ที่บอด้วยอย่างอุณหภูมิ 54 °C เป็นเวลา 14 วัน สารเบนโทเอตและสารเบนโนมิล ผ่านเกณฑ์มาตรฐาน ซึ่งจากผลการทดสอบดำเนินการในประเทศไทยเป็นเขตร้อนชื้น และจากผลการทดลองพบว่า ความร้อน และปริมาณน้ำที่ปนเปื้อนในผลิตภัณฑ์มีผลต่อการสลายตัวของสาร ส่งผลทำให้สารสลายตัวได้

สำหรับสารโพรฟิโนฟอสตัวอย่างที่ 1 (S1) ไม่ผ่านเกณฑ์มาตรฐานตาม FAO-Specifications ได้ค่า 43.2 %W/V นั้น โดยเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องอยู่ได้ไม่เกิน 12 เดือน แต่ในสภาวะอุณหภูมิสูง 54 °C ปริมาณสารสำคัญลดลงเหลือ 43.5 %W/V ทั้งนี้ แสดงว่าอุณหภูมิสูงมีผลต่อสารสำคัญและชนิดสารปรุงแต่งได้แก่สารคงสภาพที่ใช้ในการผลิตสูตรผสมของตัวอย่างนั้นอาจไม่เหมาะสม สารคงสภาพช่วยชะลอการเกิดปฏิกิริยาต่างๆทำให้สารสลายตัวได้ยากขึ้น

## สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ (Conclusion and Suggestion)

การเสื่อมสภาพของสารสำคัญในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเบนโทเอต เบนโนมิล และโพรฟิโนฟอส จะเสื่อมสภาพได้เร็วขึ้นตามการเก็บรักษาในอุณหภูมิที่สูงขึ้น โดยช่วงระยะเวลาขึ้นอยู่กับสูตรผสมของแต่ละแหล่งผลิตร่วมด้วย การศึกษาสามารถให้คำแนะนำกับร้านค้าในข้อระวังการเก็บให้หลีกเลี่ยงความร้อนและแสงแดด อีกทั้งเป็นข้อมูลให้หน่วยงานที่มีหน้าที่กำกับดูแลโดยตรงของกรมวิชาการเกษตรได้เฝ้าระวังตัวอย่างดังกล่าวที่วางจำหน่ายตามท้องตลาด

## บทสรุปและข้อเสนอแนะ

โครงการวิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและการเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็งได้ดำเนินการวิจัยทั้งหมด 3 กิจกรรม ดังนี้

กิจกรรมที่ 1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 20 วิธี ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) จำนวน 12 วิธี และเทคนิคเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatography : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิด DAD หรือ VWD จำนวน 8 วิธี วิธีการทดสอบดำเนินการตามมาตรฐาน Eurachem (2014) ซึ่งทุกวิธีได้ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC ทุกพารามิเตอร์ ดังนั้นวิธีที่ได้สามารถนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานในห้องปฏิบัติการได้ นอกจากนี้ยังสามารถใช้ยื่นขอการรับรองหรือต่ออายุใบรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC 17025 (2017) ได้

กิจกรรมที่ 2 การศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ได้ดำเนินการศึกษาร่วมกัน 2 วิธี ได้แก่ คลอโรทาโลนิลและอะมีทริน โดยได้ร่วมศึกษาวิธีกับภาครัฐและเอกชนจำนวน 24 ห้องปฏิบัติการ ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) โดยคลอโรทาโลนิล จำนวน 8 ห้องปฏิบัติการ และอะมีทริน จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ เมื่อนำผลการทดสอบประเมินค่าทางสถิติทางสถิติตาม AOAC (2016) พบว่าวิธีทั้งสองมีค่าความถูกต้องอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ ซึ่งวิธีทั้งสองนี้สามารถนำมาเป็นวิธีมาตรฐานห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐและเอกชนได้

กิจกรรมที่ 3 การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของสารเพนโทเอต เบนอิมิล และโพรฟิโนฟอส ชนิดสารละ 3 แห่่ง ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) โดยเปรียบเทียบปริมาณสารสำคัญที่เก็บตัวอย่างอุณหภูมิห้องกับอุณหภูมิ 54 °C เป็นระยะเวลา 18 เดือน พบว่าการเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิสูงมีผลทำให้สารทั้งสามชนิดสลายตัวได้รวดเร็ว ดังนั้นร้านค้าที่วางจำหน่ายผลิตภัณฑ์ต้องระมัดระวังการเก็บผลิตภัณฑ์ให้หลีกเลี่ยงความร้อนและแสงแดด

## บรรณานุกรม

- กฤษณา ชัชพงศ์, ยุพดี จิตรไพศาล และจิราพร ศรีพลากิจ. 2539. การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช. ผลงานปรับเปลี่ยนระดับ. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.
- จิตตานันท์ สรวายเอี่ยมม จิรพร โชติสมิทธิกุล และณัญญา ลือตระกูล. 2550. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัฏภูมิพิษการเกษตรกลุ่มไพรีทรอยด์ Cyhalothrin, น.177-186. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2550 สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร. กรมวิชาการเกษตร. โรงพิมพ์ชุมนุมสหกรณ์การเกษตรแห่งประเทศไทย จำกัด. กรุงเทพฯ.
- จิตตานันท์ สรวายเอี่ยม, ฉลองรัตน์ หมั่นขวา, จิราพรณ ทองหยอด และณัญญา ลือตระกูล. 2554. การร่วมศึกษาพัฒนาวิธีวิเคราะห์ flumioxazin โดยวิธี HPLC ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช, น.98-101 ใน เอกสารประกอบการสัมมนาวิชาการประจำปี 2554. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร. กรุงเทพฯ.
- จิตตานันท์ สรวายเอี่ยม และยุพดี จิตรไพศาล. 2555. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัฏภูมิพิษการเกษตร Alpha-cypermethrin. น.24-34. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2555 (เล่ม 2) สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสต์เทค. กรุงเทพฯ.
- จิตตานันท์ สรวายเอี่ยม และสุกัญญา คำคง. 2556. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัฏภูมิพิษการเกษตร chlorpyrifos+cypermethrin. 1-15. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2556 (เล่ม 2) สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสต์เทค. กรุงเทพฯ.
- จิตตานันท์ สรวายเอี่ยม และสุกัญญา คำคง. 2557. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัฏภูมิพิษการเกษตร dichlorvos. น.117-126. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2557 กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสต์เทค. กรุงเทพฯ.
- จิรพร โชติสมิทธิกุล และวินัย ปิตยนต์. 2547. การศึกษาวิธีตรวจวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ Oxydemeton methyl ในผลิตภัณฑ์วัฏภูมิพิษการเกษตร. ผลงานปรับเปลี่ยนระดับ. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.
- จิรพร โชติสมิทธิกุล และวินัย ปิตยนต์. 2547. การศึกษาวิธีตรวจวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ Pyridaben ในผลิตภัณฑ์วัฏภูมิพิษการเกษตร. ผลงานปรับเปลี่ยนระดับ. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.
- จิรพร โชติสมิทธิกุล, พิเชษฐ์ ทองละเอียด และณัญญา ลือตระกูล. 2550. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัฏภูมิพิษการเกษตรกลุ่มสารกำจัดโรคพืชคลอโรทาโลนิล, น.187-198. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2550 สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร. กรมวิชาการเกษตร. โรงพิมพ์ชุมนุมสหกรณ์การเกษตรแห่งประเทศไทย จำกัด. กรุงเทพฯ.

- จิราพรรณ ทองหยอด, กาญจนา นอสิงหา และณัญญา ลือตระกูล. 2550. ศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบคาร์โบซิลแฟนในผลิตภัณฑ์สารกำจัดศัตรูพืช. น.199-204. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2550 สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โรงพิมพ์ชุมนุมสหกรณ์การเกษตรแห่งประเทศไทย จำกัด. กรุงเทพฯ.
- จิราพรรณ ทองหยอด และฉลองรัตน์ หมื่นขวา. 2555. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร Alachlor, น.239-249. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2555 (เล่ม 1) สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร. โปสต์เทค. กรุงเทพฯ.
- จิราพรรณ ทองหยอด และฉลองรัตน์ หมื่นขวา. 2557. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร Isoprothiolane. น.127-140. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2557 กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสต์เทค. กรุงเทพฯ.
- จิราพรรณ ทองหยอด และฉลองรัตน์ หมื่นขวา. 2558. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตร Hexazinone. น.100-111. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2558 (เล่ม 2). กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร. กรมวิชาการเกษตร. การันตี. นนทบุรี.
- ฉลองรัตน์ หมื่นขวา, จิราพรรณ ทองหยอด, พินิตนันต์ สรวายเอี่ยม, พนิดา มงคลวุฒิกุล, ดวงรัตน์ วิชาสินี และสุกัญญา คำคง. 2559. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืชในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช : คาร์เบนดาซิม (carbendazim) และโทลโคลฟอส-เมทิล (tolclofos-metyl). น.189-200. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2559 กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. การันตี. นนทบุรี.
- ดวงรัตน์ วิชาสินี และณัญญา ลือตระกูล. 2547. การร่วมศึกษาและพัฒนาวิธีวิเคราะห์ Cyprodonil โดยวิธี High Performance Liquid Chromatograph ในผลิตภัณฑ์วัตถุมีพิษการเกษตร. ผลงานปรับเปลี่ยนระดับ. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.
- ดวงรัตน์ วิชาสินี และมนัสนันท์ อรชุน. 2555. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตรสารกำจัดโรคพืช Prochloraz. 261-270. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2555 (เล่ม 1) สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสต์เทค. กรุงเทพฯ.
- ถาวร ท้วมเจริญ, วีระชัย องอาจ และณัญญา ลือตระกูล. 2550. การศึกษาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตรกลุ่มสารกำจัดวัชพืช ametryn. น.234-247. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2550 สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โรงพิมพ์ชุมนุมสหกรณ์การเกษตรแห่งประเทศไทย จำกัด. กรุงเทพฯ.
- ทัศนีย์ จงกลาง และอนุชา ผลไสว. 2556. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษการเกษตรกลุ่มสารกำจัดแมลง clomazone. 37-50. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2556 (เล่ม 2) สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสต์เทค. กรุงเทพฯ.

- พิเชษฐ ทองละเอียด และฉลองรัตน์ หมื่นขวา. 2555. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัดหมู่มีพิษ การเกษตร Propanil, น.1-11. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2555 (เล่ม2) สำนักวิจัยพัฒนา ปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสตัดเขต. กรุงเทพฯ.
- พิเชษฐ ทองเอียด และภัทรฤทัย คมนันธุ์. 2557. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัดหมู่มีพิษการเกษตร butachlor. น.107-113. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2557 กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสตัดเขต. กรุงเทพฯ.
- พนิดา มงคลวุฒิกุล และดวงรัตน์ วิลาสินี. 2557. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัดหมู่มีพิษการเกษตร Bromacil. น.97-106. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2557 กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสตัดเขต. กรุงเทพฯ.
- พนิดา มงคลวุฒิกุล และณัญญา ลือตระกูล. 2558. การร่วมศึกษาและพัฒนาวิธีวิเคราะห์ Clothianidin ในผลิตภัณฑ์สารกำจัดศัตรูพืช. ผลงานปรับเลื่อนระดับ. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.
- มนัสนันท์ อรุณ และพนิดา มงคลวุฒิกุล. 2556. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัดหมู่มีพิษการเกษตรสารกำจัดวัชพืช pretilachlor. 66-81. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2556 (เล่ม 2) สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสตัดเขต. กรุงเทพฯ.
- สุกัญญา คำคง, พินิตนันต์ สรวายเอี่ยม, ดวงรัตน์ วิลาสินี, พนิดา มงคลวุฒิกุล, ฉลองรัตน์ หมื่นขวา และจิราพรรณ ทองหยอด. 2559. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดวัชพืช Diuron และ Cyhalothrin. น.211-222. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2559 กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. การ์นต์. นนทบุรี.
- สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร. 2560. ข้อมูลสถิติ พรบ. วัตถุอันตราย 2535. แหล่งที่มา : <http://www.doa.go.th/ard/index.php?option>. 21 พฤษภาคม 2561.
- สำนักงานสถิติแห่งชาติ. 2561. บทสรุปสำหรับผู้บริหาร ภาวะการทำงานของประชากร เมษายน 2561. แหล่งที่มา : <http://www.nso.go.th/sites/2014>. 21 พฤษภาคม 2561.
- อนุชา ผลไสว และทัศนีย์ จงกลาง. 2555. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัดหมู่มีพิษการเกษตรสารกำจัดแมลง Isoprocarb. 250-260. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2555 (เล่ม 1) สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสตัดเขต. กรุงเทพฯ.
- อนุชา ผลไสว และทัศนีย์ จงกลาง. 2557. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัดหมู่มีพิษการเกษตร amitraz. น.84-96. ใน ผลการปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2557 กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. โปสตัดเขต. กรุงเทพฯ.
- Dobrat W. and A. Martijn. eds., 1998. CIPAC Handbook vol. H : Analysis of Technical and Formulated Pesticides. Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited, the Black Bear Press Ltd., England.

- Dobrat W. and A. Martijn. eds., 2000. CIPAC Handbook vol. J : Analysis of Technical and Formulated Pesticides. Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited, the Black Bear Press Ltd., England.
- Dobrat W. and A. Martijn. eds., 2006. CIPAC Handbook vol. L : Analysis of Technical and Formulated Pesticides. Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited, the Black Bear Press Ltd., England.
- Eurachem/ CITAC Guide CG 4. 2012. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. 3<sup>rd</sup> ed. Available Source: <https://www.eurachem.org>. April 1, 2017.
- Eurachem Guide. 2014. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. 2<sup>nd</sup>ed. Europe. Available Source : [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org), May 21. 2018.
- FAO/WHO. 2016. Manual on development and use of FAO and WHO specifications for Pesticides.
- Guidelines on method validation to be performed in support of analytical methods for agrochemical formulations, CIPAC 3807. แหล่งที่มา : [http://www.nihs.go.jp/drug/BMV/BMV\\_draft\\_130415\\_E.pdf](http://www.nihs.go.jp/drug/BMV/BMV_draft_130415_E.pdf)., July 1, 2018.
- ISO/IEC 17025. 2017. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. 3<sup>rd</sup> ed. Switzerland.
- AOAC Official methods of analysis of AOAC international. 2016. Appendix D: Guidelines for collaborative study procedures to validate characteristics of method of analysis. 20<sup>th</sup> ed. AOAC international, p. 1-12.
- Martijn, A. and W. Dobrat. Eds., 1988. CIPAC Handbook vol. D : Analysis of Technical and Formulated Pesticides. Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited, the Black Bear Press Ltd., England.
- Terry, R. R., D.H. Hutson, P. J. Jewess, P.W. Lee, P.H. Nicholls and J.R. Plimmer, eds. 1999. Metabolic Pathway of Agrochemical. The Royal Society of Chemistry, UK.



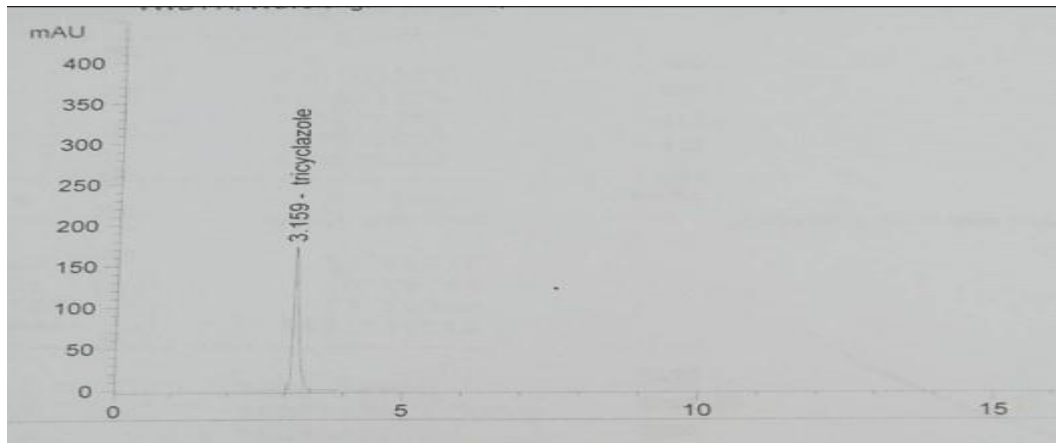
ภาคผนวก

กรมวิชาการเกษตร

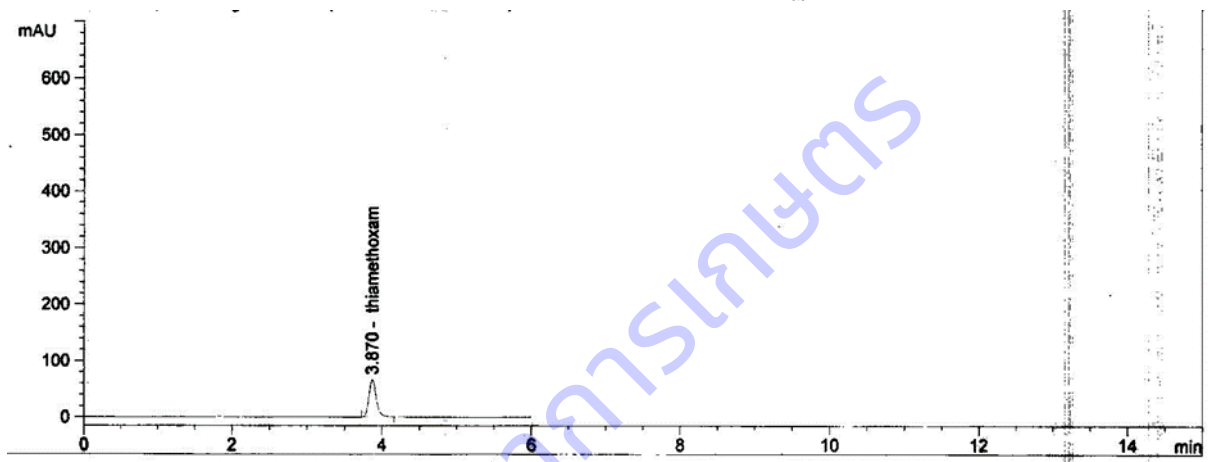
## ภาคผนวก

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

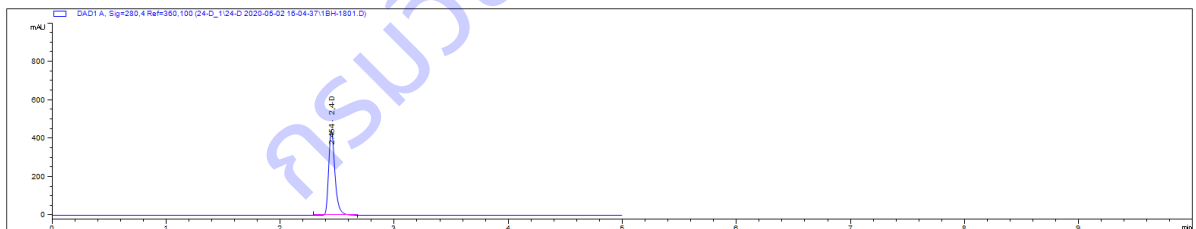
กรมวิชาการเกษตร



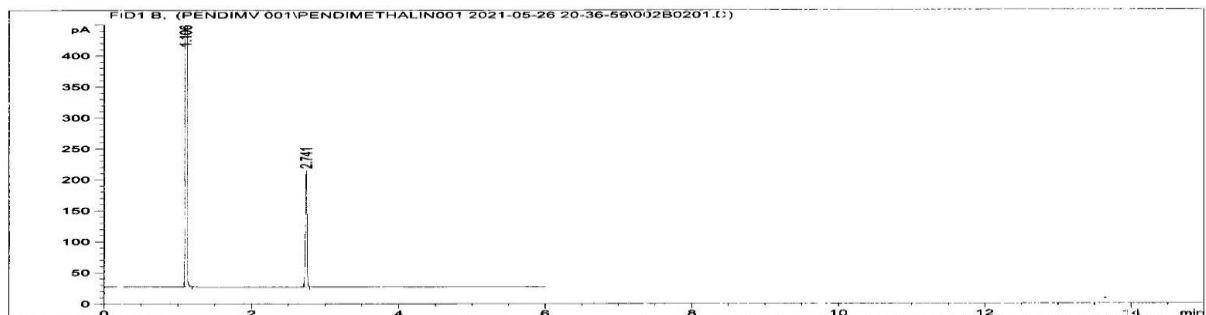
ภาพที่ 1 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน tricyclazole



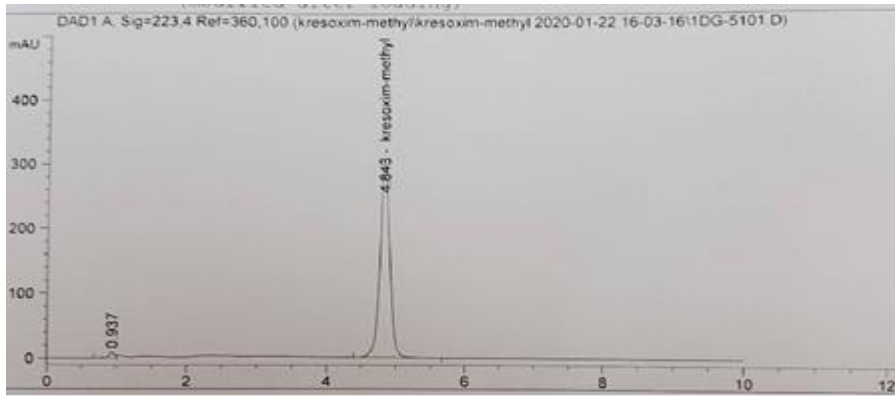
ภาพที่ 2 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน thiamethoxam



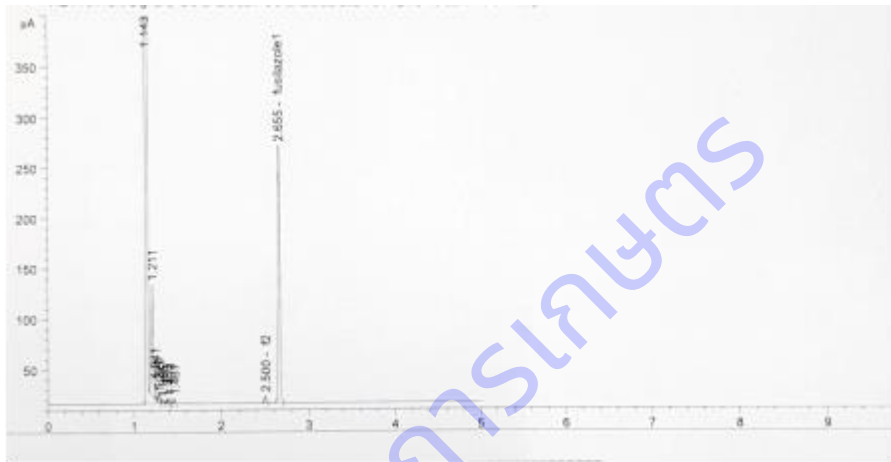
ภาพที่ 3 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-D-dimethylammonium



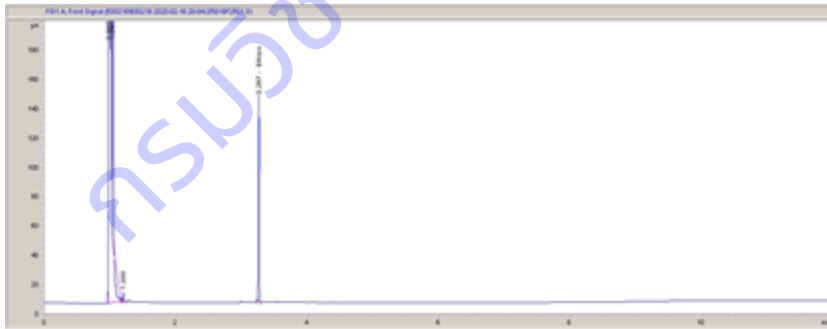
ภาพที่ 4 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน pendimethalin



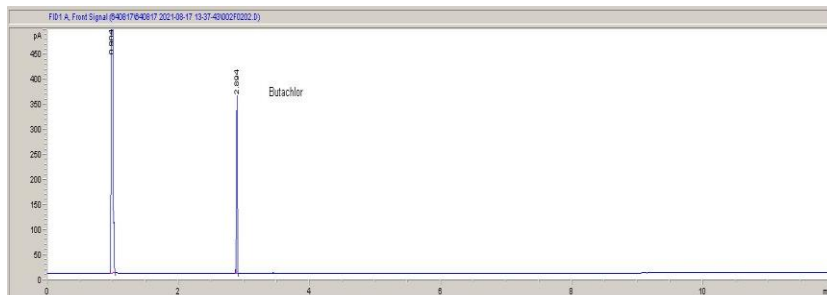
ภาพที่ 5 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน kresoxim-methyl



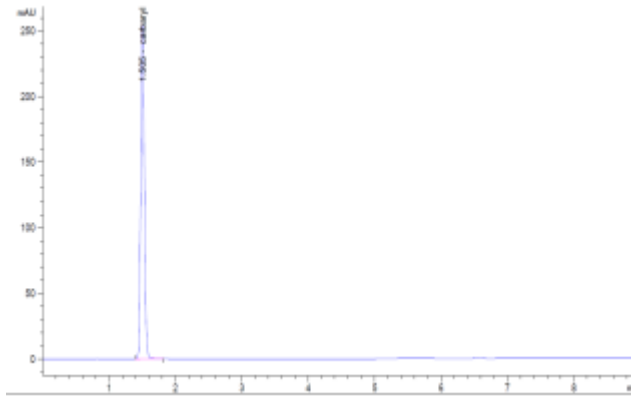
ภาพที่ 6 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน flusilazole



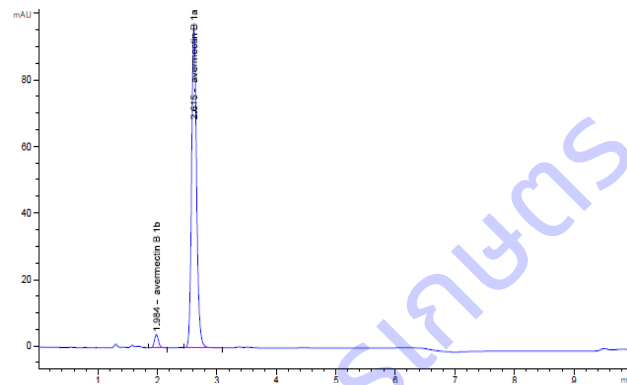
ภาพที่ 7 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน ethion



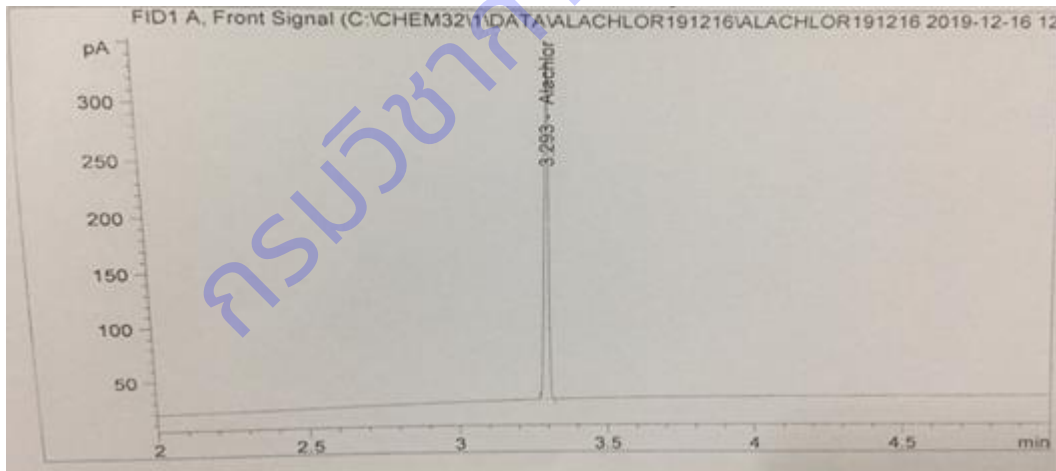
ภาพที่ 8 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน butachlor



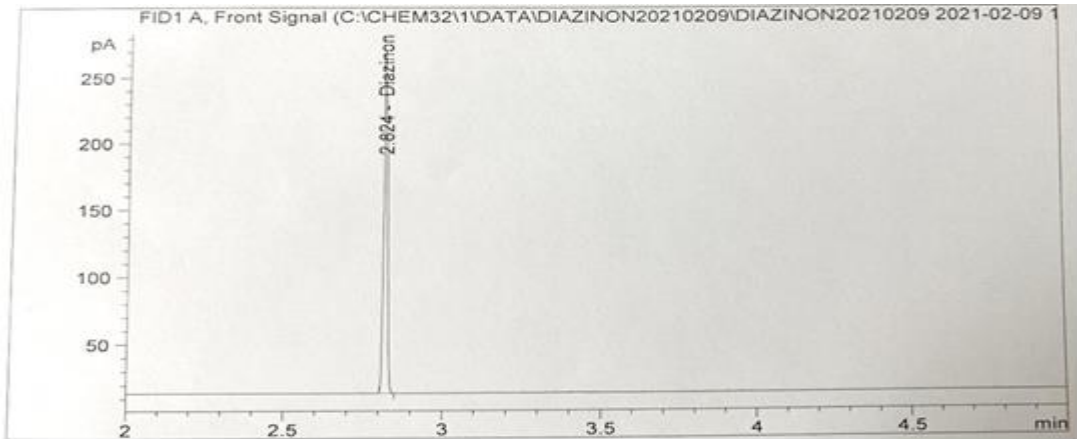
ภาพที่ 9 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน carbaryl



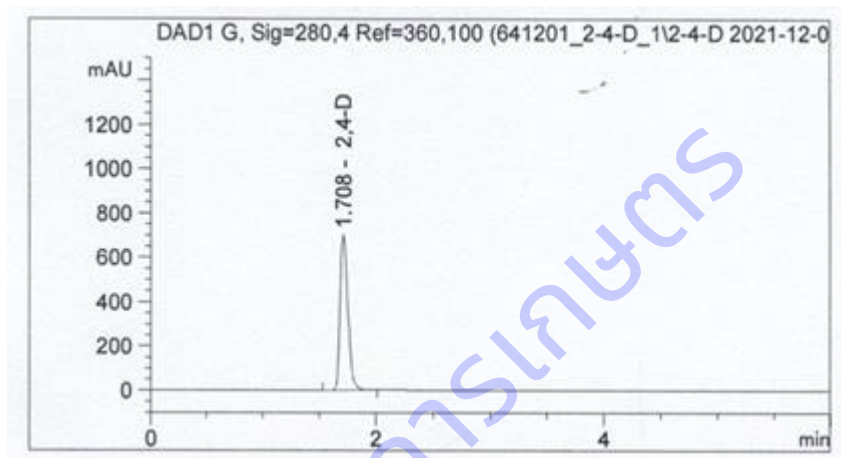
ภาพที่ 10 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน abamectin



ภาพที่ 11 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน alachlor



ภาพที่ 12 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน diazinon



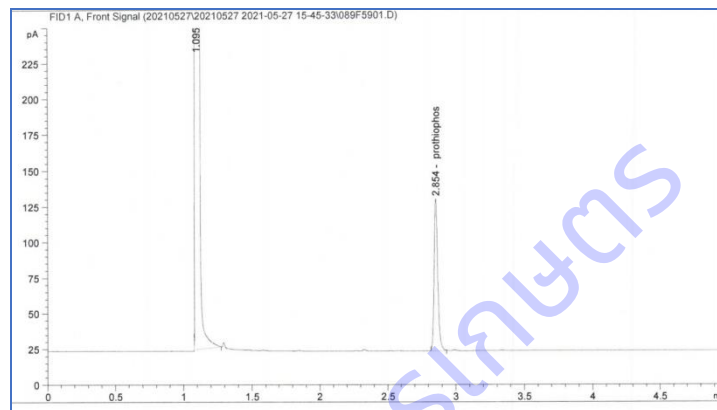
ภาพที่ 13 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-D-dimethylammonium



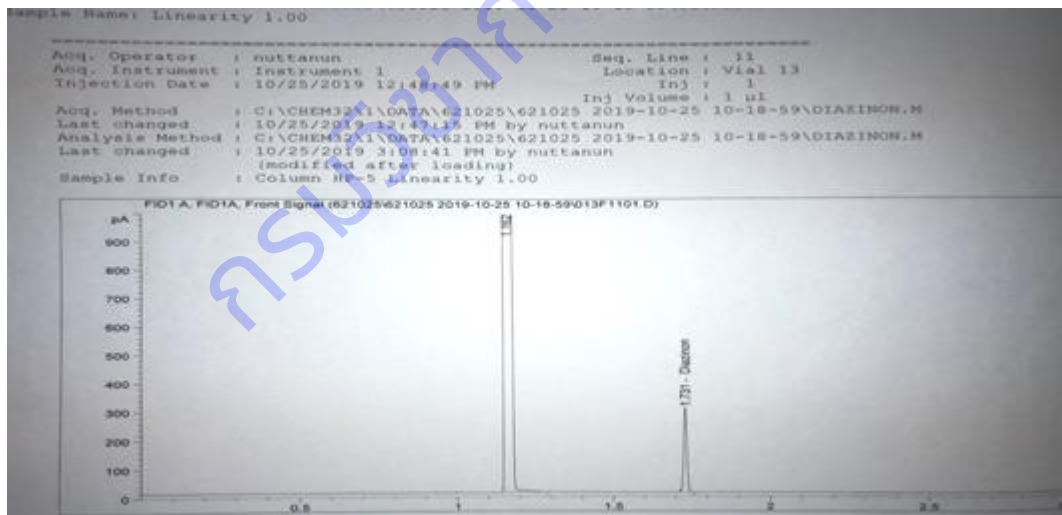
ภาพที่ 14 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน butachlor



ภาพที่ 15 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน profenofos

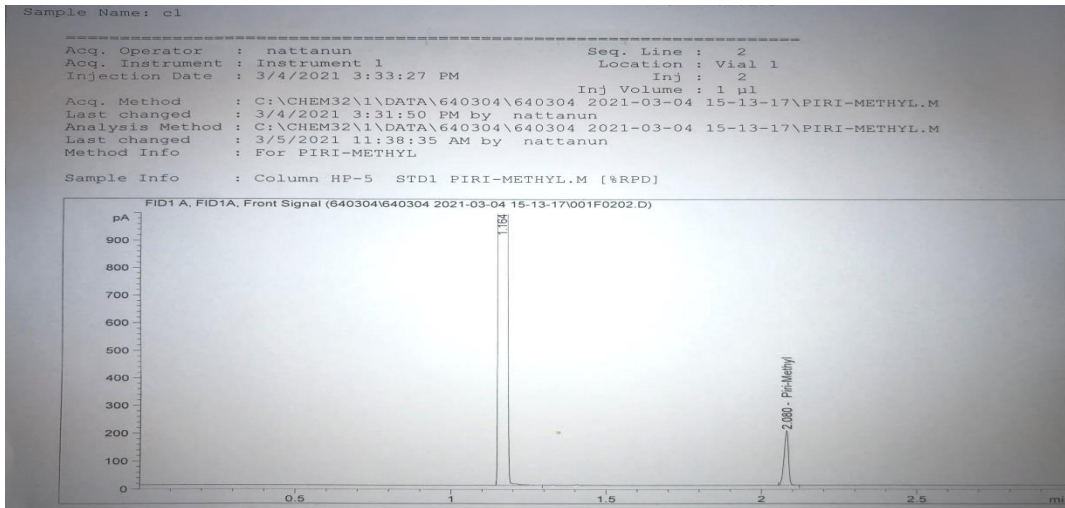


ภาพที่ 16 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน prothiofos

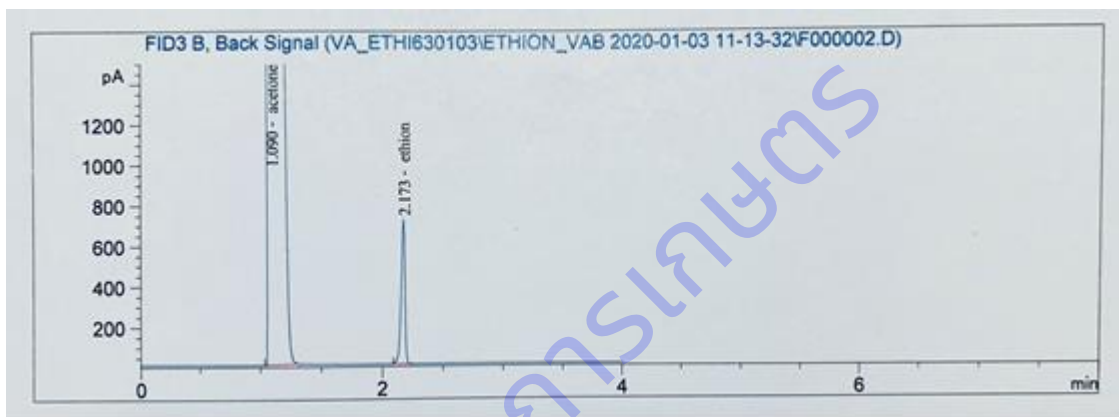


ภาพที่ 17 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน diazinon

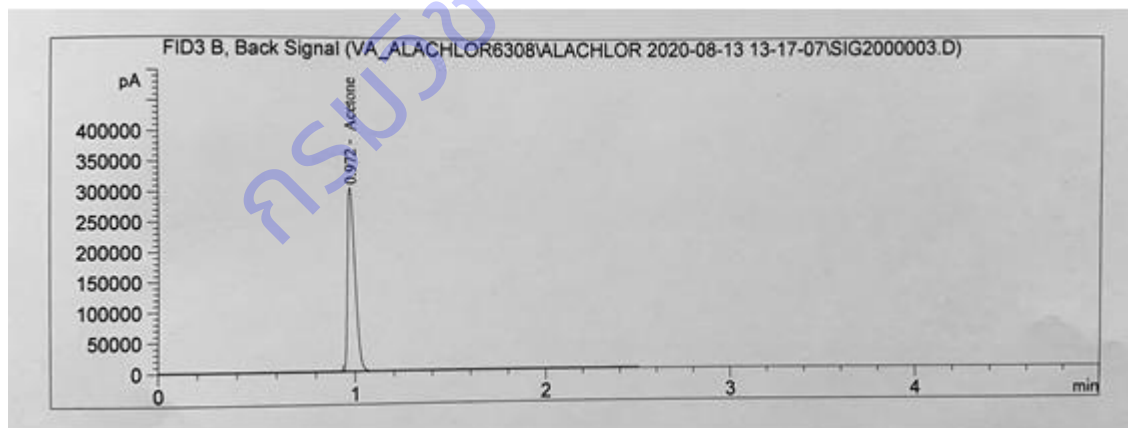




ภาพที่ 18 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน pirimiphos-methyl



ภาพที่ 19 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน ethion



ภาพที่ 20 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน alachlor