



กองทุนส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม

รายงานผลสัมฤทธิ์สำหรับทุนสนับสนุนงานพื้นฐาน (Fundamental Fund)

ปีงบประมาณ พ.ศ. 2564

หน่วยงาน กรมวิชาการเกษตร

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 2564

# บทสรุปผู้บริหาร

**ชื่อเรื่องภาษาไทย**                      วิจัยวิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและการเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็ง

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

## 1. คณะผู้วิจัย

**หัวหน้าโครงการวิจัย**                      นางจิราพรรณ ทองหยอด

### หัวหน้าการทดลองและคณะ

นางพินิตนันต์ สรวายเอี่ยม	นายสาคร นิยมสตัย	นางสาวสุธินี สาสีลิ่ง
นางสาวดวงรัตน์ วิชาสินี	นายวิษณุ แจ้งใบ	นางนัตยา จันท์ส่อง
นายพิเชษฐ์ ทองละเอียด	นางสาวณัฐนันท์ แซ่จ๋า	นางสาวเบญจมาศ ใจแก้ว
นายอิสริยะ สีปพันธุ์ดี	นางสาววัชรพร ศรีสว่างวงศ์	นายจรรพงค์ ประสพสุข
นางสาวภัทรฤทัย คมนันธุ์	นางสร้อยญา ช่วงพิมพ์	นางพรศิริ สายะพันธ์
นางสาวพนิดา มงคลอุฒิกุล	นางสาวสาวิตรี เขมวงศ์	นางสาวปริยานุช สายสุพรรณ
นางสาวสุกัญญา คำคง	นางอรพิน หนูทอง	นางสาวบังอร แสนคาน
นางสาวศศิมา มั่งนิมิตร	นายนิกร โคตรสมบัติ	นางนงพงา โอลเสน
นายอนุชา ผลไสว	นางเกษสิริ ฉันทพิริยะพูน	นายอิทธิพล บังพรม
นายฉลองรัตน์ หมื่นขวา	นางสาวประไพ หงษา	นางเนาวรัตน์ ตั้งมั่นคงวรกุล
นางสาวทัศนีย์ อัญญาพรพงษ์	นางมณฑาทิพย์ อรุณวารากรณ์	นางสุภาพร บังพรม

**2. หน่วยงาน**                      กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์

**3. ระยะเวลาทำวิจัย**                      ระยะเวลา 2 ปี ตั้งแต่วันที่ 1 ตุลาคม 2562 ถึง 30 กันยายน 2564

## 4. ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย

จากปริมาณนำเข้าผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเพิ่มขึ้นทุกปี กรมวิชาการเกษตรจึงให้ความสำคัญกับการขึ้นทะเบียนวัตถุดิบตรงทางการเกษตร และควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ให้ได้มาตรฐาน ซึ่งผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่มีการควบคุมคุณภาพตามมาตรฐานขององค์การอาหารและการเกษตรแห่งสหประชาชาติ (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) การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธียังนำไปศึกษาวิธีการตรวจวิเคราะห์ร่วมกัน (Collaborative Study) ระหว่างห้องปฏิบัติการของภาครัฐและภาคเอกชน เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่เป็นมาตรฐานเดียวกัน และจัดทำเป็นมาตรฐานการทดสอบ (Standard Operation Procedure : SOPs) ในระดับประเทศ นอกจากนี้วิธีมาตรฐานได้นำไปตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช เพื่อศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์จากการสลายตัวของสารสำคัญ (สารออกฤทธิ์) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ได้แก่

เฟนโทเอต (phenthoate) เบนอมิล (benomyl) และ โพรฟีโนฟอส (profenofos) ที่มีแนวโน้มสลายตัวเร็ววางจำหน่ายตามท้องตลาด

## 6. วัตถุประสงค์การวิจัย

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

## 7. ขอบเขตการศึกษา

โดยทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation) ให้มีความถูกต้องในการวิเคราะห์ปริมาณสารสำคัญ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 20 ผลิตภัณฑ์ โดยตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารด้วยเทคนิค GC-FID และเทคนิค HPLC พารามิเตอร์ที่ใช้ในการตรวจสอบความจำเพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity), ความเป็นเส้นตรง (Linearity), ช่วงของการวัด (Working range), ความแม่นยำ (Accuracy), ความเที่ยง (Precision), ความคงทนของวิธี (Ruggedness/Robustness) รวมทั้งคำนวณค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty) ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุพิษเภสัชกรรม กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตรได้ศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ระหว่างห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐร่วมกับห้องปฏิบัติการภาคเอกชน เพื่อจัดทำเป็นมาตรฐานการทดสอบ (Standard Operation Procedure : SOPs) ในระดับประเทศ รวมถึงศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช โดยศึกษาการสลายตัวของสารสำคัญด้วยการเปรียบเทียบการเก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิห้องกับอุณหภูมิที่ 54 องศาเซลเซียส รวมทั้งพิจารณาสมบัติทางเคมี และทางกายภาพปัจจัยอื่น ๆ ร่วมด้วย

## 8. วิธีดำเนินการวิจัย

1. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีดำเนินการตาม Eurachem (2014) โดยตรวจสอบพารามิเตอร์ความจำเพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity), ความเป็นเส้นตรง (Linearity), ช่วงของการวัด (Working range), ความแม่นยำ (Accuracy), ความเที่ยง (Precision), ความคงทนของวิธี (Ruggedness/Robustness) รวมทั้งคำนวณค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

2. การศึกษาร่วม (Collaborative study) ดำเนินการตาม AOAC (2016) โดยทำการทดสอบร่วมกับภาครัฐกับภาคเอกชน

3. การศึกษาการเสื่อมสภาพของสาร phenthoate benomyl และ profenofos โดยเปรียบเทียบการเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้องกับอุณหภูมิที่ 54 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 18 เดือน

## 9. สรุปผลการศึกษา

1. จากการพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 20 วิธี ได้แก่ 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) โพรฟีโนฟอส โพรไทโอฟอส ฟิริมิฟอส-เมทิล ด้วยเทคนิค GC-FID และ HPLC ให้ผลการทดสอบ Specification/Selectivity ซึ่งไม่มี peak ใดรบกวนการวิเคราะห์ Working range/ Linearity ที่มีค่า correlation coefficient (r) เกณฑ์ยอมรับตาม CIPAC No.3807 ต้องมีค่า  $r \geq 0.990$  Accuracy เกณฑ์ยอมรับตาม AOAC ค่า %Recovery อยู่ในช่วง 98-102% Precision และ Robustness/ Ruggedness ผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐาน AOAC (2016) มีค่า HORRAT อยู่ในช่วง 0.3-1.3 สำหรับค่าความไม่แน่นอนของการวัดอยู่ในช่วง

2. การศึกษาการสลายตัวของสาร เบนโทเอต เบโนมิล และโพรพิโนฟอสที่เก็บไว้อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิ 54 °C พบ ปริมาณสารเบนโทเอตในผลิตภัณฑ์สูตร 50 %W/V EC ถ้าเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 21-38 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ใน ช่วง 3-18 เดือน และถ้าเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 54 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ใน 3 เดือน สารเบนโนมิลในผลิตภัณฑ์ สูตร 50 % WP ถ้าเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 26-35 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ในช่วง 18 เดือน และถ้าเก็บรักษาอุณหภูมิ 54 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ในช่วง 6-15 เดือน และสารโพรพิโนฟอสในผลิตภัณฑ์สูตร 50 %W/V EC ถ้าเก็บรักษา ที่อุณหภูมิ 21-39.5 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำกว่าเกณฑ์ได้ใน 15 เดือน และถ้าการเก็บที่อุณหภูมิ 54 °C ปริมาณสารจะลดลงต่ำ กว่าเกณฑ์ได้ในช่วง 3-15 เดือน

3. 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 ซึ่งผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการอยู่ในช่วง 0.67-1.72 ตามเกณฑ์พิจารณาของ AOAC, 2016 (George and Latimer, 2016) มีเกณฑ์ยอมรับอยู่ที่ 0.5-2.0

## 10 . ผลผลิตที่ได้

1. ได้วิธีวิเคราะห์ที่ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ 20 วิธี
2. ได้วิธีมาตรฐานการทดสอบระหว่างห้องปฏิบัติการ จำนวน 2 วิธี
3. ได้ข้อมูลการสลายตัวของสาร phenthoate benomyl และ profenofos ระยะเวลา 18 เดือน

## 11. ผลงานวิจัยที่เกิดขึ้นจริง การเผยแพร่ผลงานวิจัย และการนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

11.1 ตีพิมพ์เผยแพร่ในเอกสารปฏิบัติงานประจำปีงบประมาณ 2563 กพผ. จำนวน 3 เรื่อง

- 1) การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียมในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช
- 2) การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ครีซอกซิม-เมทิล ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช
- 3) การร่วมศึกษาพัฒนาวิธีวิเคราะห์ chlorothalonil โดยวิธี GC ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

11.2 บริการตรวจวิเคราะห์ลงเว็บไซต์ของหน่วยงานให้กับหน่วยงานราชการ/เกษตรกรปี 2565

- 1) การให้บริการตรวจวิเคราะห์ cararyl abamectin กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.2
- 2) การให้บริการตรวจวิเคราะห์alachlor diazinon กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.3
- 3) การให้บริการตรวจวิเคราะห์ diazinon pirimiphos-methyl กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.7
- 4) การให้บริการตรวจวิเคราะห์ ethionalachlor กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.8

11.3 ยื่นขอขยายขอบข่ายการทดสอบ 2,4-D dimethylammonium ลำดับที่ 36 ได้รับการรับรอง 19 มีนาคม 2563 สวพ.4

## บทคัดย่อ

โครงการวิจัยวิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและการเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็ง มุ่งเน้นการควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ทั้งก่อนและหลังการขึ้นทะเบียน โดยการพัฒนาวีธิตดสอบให้เหมาะสมกับเครื่องมือที่ทันสมัย มีสมรรถนะการวิเคราะห์สูง การควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ดำเนินการตามมาตรฐานขององค์การอาหารและการเกษตรแห่งสหประชาชาติ และมีวิธีทดสอบตาม CIPAC Method แต่วิธีมาตรฐานดังกล่าวยังไม่ครอบคลุมสารสำคัญครบทุกชนิดของผลิตภัณฑ์ที่ยื่นเพื่อการขึ้นทะเบียน ดังนั้นวิธีทดสอบที่ใช้ในห้องปฏิบัติการจึงต้องสร้างมาตรฐานการทดสอบ โดยทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี จำนวน 20 วิธี ด้วยเทคนิค HPLC และ GC-FID ทำการศึกษาพร้อมกันของวิธี 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 และการศึกษาพร้อมกันของวิธี 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

## Abstract

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.

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยวิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและการเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็งเสร็จสมบูรณ์ได้ โดยคณะผู้วิจัยขอขอบคุณการสนับสนุนจากสำนักงานคณะกรรมการส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม (สกสว.) และคณะกรรมการพิจารณากรมวิชาการเกษตร รวมถึงห้องปฏิบัติการภาคเอกชนที่ให้ความร่วมมือในการวิจัยครั้งนี้ นอกจากนี้ คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ นางสาวพินดา ไชยยันต์บุรณ์ ผู้เชี่ยวชาญด้านวิเคราะห์และทดสอบ ที่ได้ให้ข้อคิดเห็น คำแนะนำ และแนวทางการจัดทำงานวิจัย ทำให้โครงการวิจัยดังกล่าวสมบูรณ์ด้วยดี ท้ายนี้ ขอขอบพระคุณ ผู้อำนวยการกองวิจัย พัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร ผู้อำนวยการกลุ่มบริหารโครงการวิจัย หัวหน้ากลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุดิบพืช การเกษตร และสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 8 ที่ให้ความช่วยเหลือในการทำงานวิจัยจนสำเร็จลุล่วงด้วยดี และคำแนะนำทุกท่านซึ่งไม่ได้เอ่ยนามในที่นี้

นางจิราพรธร ทองหยอด

โครงการวิจัยวิจัยพัฒนามาตรฐานการทดสอบและ  
การเสื่อมสภาพเพื่อควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์  
สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอย่างเข้มแข็ง

## สารบัญ

เรื่อง	หน้า
บทสรุปผู้บริหาร	2
บทคัดย่อ	5
Abstract	5
กิตติกรรมประกาศ	6
สารบัญ	7
สารบัญภาพ	8
สารบัญตาราง	10
บทที่ 1 บทนำ	11
บทที่ 2 วิธีการดำเนินงาน	15
บทที่ 3 ผลการศึกษา	25
บทที่ 4 สรุปผลและอภิปรายผล	45
เอกสารอ้างอิง	47
ภาคผนวก	48

## สารบัญภาพ

### ภาพที่

1	สถิติการนำเข้าวัตถุดิบทรายทางการเกษตร ปี พ.ศ. 2548-2560	หน้า 12
2	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ TC-1	หน้า 37
3	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ TC-2	หน้า 37
4	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WP-1	หน้า 37
5	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WP-2	หน้า 37
6	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ SC-1	หน้า 37
7	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ SC-2	หน้า 37
8	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WP-1	หน้า 37
9	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WP-2	หน้า 37
10	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WG-1	หน้า 38
11	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WG-2	หน้า 38
12	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ SC-1	หน้า 38
13	กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ SC-2	หน้า 38

### ภาพผนวกที่

ก1	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน tricyclazole	หน้า 50
ก2	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน thiamethoxam	หน้า 50
ก3	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-D-dimethylammonium	หน้า 50
ก4	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน pendimethalin	หน้า 50
ก5	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน kresoxim-methyl	หน้า 51
ก6	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน flusilazole	หน้า 51
ก7	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน ethion	หน้า 51
ก8	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน butachlor	หน้า 51
ก9	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน carbaryl	หน้า 52
ก10	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน abamectin	หน้า 52
ก11	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน alachlor	หน้า 52
ก12	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน diazinon	หน้า 52
ก13	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-D-dimethylammonium	หน้า 53
ก14	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน butachlor	หน้า 53
ก15	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน profenofos	หน้า 53
ก16	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน prothiofos	หน้า 53
ก17	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน diazinon	หน้า 54
ก18	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน pirimiphos-methyl	หน้า 54
ก19	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน ethion	หน้า 54



ภาพผนวกที่ (ต่อ)

ก20	แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน alachlor	หน้า 54
ข1	เปลี่ยนชื่อการทดลองเป็นการทดลองที่ 1.7 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2,4-D-dimethyl ammonium) บิวทาคลอร์ (butachlor) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนล่าง (2563-2564)	หน้า 55

กรมวิชาการเกษตร

## สารบัญตาราง

### ตารางที่

1	ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ด้วยเทคนิค HPLC และ GC-FID	หน้า 32
2	แสดงผลการทดสอบค่าความแปรปรวนของ chlorothalonil และ ametryn ในการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน	หน้า 33
3	แสดงผลการทดสอบความคงตัวของ chlorothalonil และ ametryn	หน้า 34
4	ผลการทดสอบปริมาณ chlorothalonil ของห้องปฏิบัติการ 8 แห่ง	หน้า 34
5	ผลการทดสอบปริมาณ ametryn ของห้องปฏิบัติการ 16 แห่ง	หน้า 35
6	ผลการทดสอบค่า Outlier โดย Cochran's test outliers และ Grubbs' test outliers ของการทดสอบ chlorothalonil สูตร TC, WP และ SC ทั้ง 8 ห้องปฏิบัติการ	หน้า 35
7	ผลการทดสอบค่า Outlier โดย Cochran's test outliers และ Grubbs' test outliers ของการทดสอบ ametryn สูตร WP, WG และ SC ทั้ง 16 ห้องปฏิบัติการ	หน้า 36
8	ผลการประเมินความค่า Precision และ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของ chlorothalonil	หน้า 36
9	ผลการประเมินความค่า Precision และ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของ ametryn	หน้า 36
10	ผลการวิเคราะห์ปริมาณสาร phenthoate ในตัวอย่างเริ่มต้นและสภาวะ อุณหภูมิที่ $54\pm 2$ องศาเซลเซียส เวลา 14 วันตาม FAO-Specifications	หน้า 39
11	ผลการทดสอบปริมาณสาร phenthoate ปริมาณน้ำเจือปน ความเป็นกรด และ pH ระยะเวลา 18 เดือน	หน้า 40
12	ผลการวิเคราะห์ปริมาณสาร benomyl ในตัวอย่างเริ่มต้นและสภาวะอุณหภูมิ ที่ $54\pm 2$ องศาเซลเซียส เวลา 14 วันตาม FAO-Specifications	หน้า 40
13	ผลการทดสอบปริมาณสาร benomyl และ pH ของผลิตภัณฑ์ ระยะเวลา 18 เดือน	หน้า 41
14	ผลการวิเคราะห์ปริมาณสาร profenofos ในตัวอย่างเริ่มต้นและสภาวะอุณหภูมิ ที่ $54\pm 2$ องศาเซลเซียส เวลา 14 วันตาม FAO-Specifications	หน้า 41
15	ผลการทดสอบปริมาณสาร profenofos และ pH ของผลิตภัณฑ์ ระยะเวลา 18 เดือน	หน้า 42

# บทที่ 1 บทนำ

## 1. วิสัยทัศน์ และพันธกิจของหน่วยงาน

### วิสัยทัศน์

กรมวิชาการเกษตรเป็นองค์กรที่เป็นเลิศด้านการวิจัยและพัฒนาด้านพืช เครื่องจักรกลการเกษตร และเป็นศูนย์กลางรับรองมาตรฐานสินค้าเกษตรด้านพืชในระดับสากล บนพื้นฐานการอนุรักษ์ทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม

### พันธกิจ

- 1) สร้างและถ่ายทอดองค์ความรู้จากงานวิจัยด้านพืชและเครื่องจักรกลการเกษตรสู่กลุ่มเป้าหมาย
- 2) กำหนดและกำกับดูแลมาตรฐานระบบการผลิตและผลิตพันธุ์พืชและปัจจัยการผลิต พัฒนาระบบตรวจรับรองสินค้าการเกษตรด้านพืชให้เป็นที่ยอมรับในระดับสากล
- 3) อนุรักษ์และพัฒนาการใช้ประโยชน์จากความหลากหลายทางชีวภาพด้านพืช แมลง และจุลินทรีย์
- 4) กำกับ ดูแล และพัฒนากฎหมายที่กรมวิชาการเกษตรรับผิดชอบ

## 2. ยุทธศาสตร์ชาติที่สอดคล้องกับแผนปฏิบัติงานด้าน ววน. ของหน่วยงาน (โปรดเลือกเฉพาะยุทธศาสตร์ที่เกี่ยวข้องกับหน่วยงาน

### ของท่าน)

- ยุทธศาสตร์ที่ 1 ด้านความมั่นคง

เพื่อบริหารจัดการสภาวะแวดล้อมของประเทศให้มีความมั่นคง ปลอดภัย และมีความสงบเรียบร้อยในทุกระดับและทุกมิติ

- ยุทธศาสตร์ที่ 2 ด้านการสร้างความสามารถในการแข่งขัน

เน้นการยกระดับศักยภาพในหลากหลายมิติควบคู่กับการขยายโอกาสของประเทศไทยในเวทีโลก

- ยุทธศาสตร์ที่ 3 ด้านพัฒนาและเสริมสร้างศักยภาพทรัพยากรมนุษย์

คนไทยในอนาคต มีความพร้อมทั้งกาย ใจ สติปัญญา มีทักษะที่จำเป็นในศตวรรษที่ 21 มีทักษะสื่อสารภาษาอังกฤษ และภาษาที่ 3 และมีคุณธรรม

- ยุทธศาสตร์ที่ 4 ด้านการสร้างโอกาสและความเสมอภาคทางสังคม

สร้างความเป็นธรรม และลดความเหลื่อมล้ำในทุกมิติ กระจายศูนย์กลางความเจริญทางเศรษฐกิจและสังคม เพิ่มโอกาสให้ทุกภาคส่วนเข้ามาเป็นกำลังของการพัฒนาประเทศในทุกระดับ

- ยุทธศาสตร์ที่ 5 ด้านการสร้างการเติบโตบนคุณภาพชีวิตที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

คำนึงถึงความยั่งยืนของฐานทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม ปรับเปลี่ยนพฤติกรรมของประชาชนให้เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ผ่านมาตรการต่างๆ ที่มุ่งเน้นให้เกิดผลลัพธ์ต่อความยั่งยืน

- ยุทธศาสตร์ที่ 6 ด้านการปรับสมดุลและพัฒนาระบบการบริหารจัดการภาครัฐ

การปรับเปลี่ยนภาครัฐ ยึดหลัก “ภาครัฐของประชาชนเพื่อประชาชนและประโยชน์ส่วนรวม”

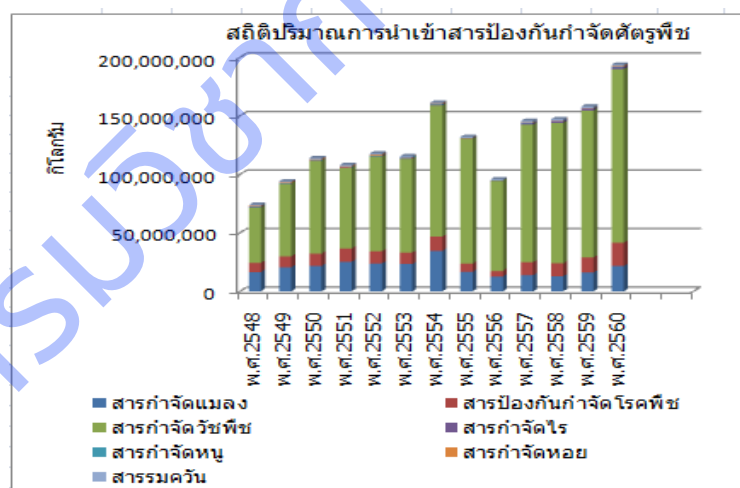
3. วงเงินงบประมาณกองทุน ววน. ที่ได้รับจัดสรรในปีงบประมาณ พ.ศ. 2564 และโปรตรระบุแผนงาน/โครงการให้สอดคล้องกับ  
โปรแกรมของแผน ววน.

โปรแกรมตามแผน ววน.	งบประมาณ (บาท)
แพลตฟอร์มที่ 3 : การวิจัยและสร้างนวัตกรรมเพื่อเพิ่มขีด ความสามารถการแข่งขัน โปรแกรมที่ 12 : โครงสร้างพื้นฐานทางคุณภาพและบริการ เศรษฐกิจนวัตกรรม	2,127,586 บาท

4. รายละเอียดโครงการ

**ที่มาและความสำคัญ/หลักการและเหตุผล**

ประเทศไทยส่วนใหญ่ประกอบอาชีพเกษตรกรรมคิดเป็นร้อยละ 31.7 (สำนักงานสถิติแห่งชาติ, 2561) เกษตรกรมีการใช้สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเพิ่มขึ้นทุกปีตามความต้องการของประชากรที่มีปริมาณเพิ่มขึ้น ซึ่งเห็นได้จากรายงานสรุปสถิติการนำเข้าวัตถุดิบทางการเกษตร 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 มีการปลอมเลขทะเบียนวัตถุดิบราย ปริมาณสารสำคัญไม่เป็นไปตามที่ระบุไว้บนฉลาก เมื่อเกษตรกรนำผลิตภัณฑ์ไปใช้แล้วจึงไม่สามารถป้องกันกำจัดศัตรูพืชได้อย่างเต็มประสิทธิภาพ ทำให้เกษตรกรต้องใช้สารในปริมาณที่มากขึ้น ส่งผลต่อสุขภาพผู้บริโภคที่อาจได้รับปริมาณสารพิษตกค้างมากเกินไป



ภาพที่ 1 สถิติการนำเข้าวัตถุดิบทางการเกษตร ปี พ.ศ. 2548-2560

จากปริมาณนำเข้าผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเพิ่มขึ้นทุกปี กรมวิชาการเกษตรจึงให้ความสำคัญกับการขึ้นทะเบียนวัตถุดิบทางการเกษตร และควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ให้ได้มาตรฐาน ซึ่งผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชมีการควบคุมคุณภาพตามมาตรฐานขององค์การอาหารและการเกษตรแห่งสหประชาชาติ (Food and Agriculture Organization of the United Nations: FAO) และมีวิธีทดสอบตาม คอแลบบอเรทีฟ อินเตอร์เนชันแนล เพสตีไซด์ แอนาไลติคอล เคานซิล ลิมิเต็ด (Collaborative International Pesticides Analytical Council : CIPAC Method) แต่เนื่องจากวิธีมาตรฐานดังกล่าวยังไม่ครอบคลุมสารสำคัญครบทุกชนิดของผลิตภัณฑ์ที่ขอยื่นเพื่อการขึ้นทะเบียน ดังนั้นวิธีทดสอบที่ใช้ในห้องปฏิบัติการจึงต้องสร้าง

มาตรฐานการทดสอบ โดยการทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method Validation) สำหรับวิธีที่ดัดแปลงจากวิธีมาตรฐาน หรือ ทวนสอบวิธี (Method Verification) สำหรับวิธีที่ปฏิบัติตามวิธีมาตรฐาน เพื่อให้ผลการทดสอบมีความน่าเชื่อถือตามหลักสากล ISO/IEC 17025 (2017) ข้อ 7 (7.2) ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัฏภูมิพิษการเกษตรทำการตรวจสอบความใช้ได้ และนำวิธีที่ผ่านการทดสอบไปตรวจสอบผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเพื่อขอขึ้นทะเบียนนำเข้า ผลิต และส่งออก และตัวอย่างที่สุ่มเก็บจากโรงงานผลิต จากร้านค้าจำหน่ายผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ส่งตัวอย่างมาให้กับห้องปฏิบัติการจากสำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร ทำให้ผลการทดสอบมีความถูกต้อง น่าเชื่อถือ สำหรับห้องปฏิบัติการส่วนภูมิภาค (สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1-8) ทำการตรวจสอบความใช้ได้ผลิตภัณฑ์ที่วางจำหน่ายตามท้องตลาดในแต่ละพื้นที่รับผิดชอบ เพื่อการกำกับดูแลคุณภาพผลิตภัณฑ์ให้ครอบคลุมทั่วประเทศ อีกทั้งห้องปฏิบัติการยังสามารถนำไปใช้ในการทดสอบเพื่อขอการรับรองความสามารถหรือขอขยายขอบข่ายของห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 (2017) การได้รับการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการสามารถเพิ่มขีดความสามารถการแข่งขันและลดการกีดกันทางการค้าระหว่างประเทศ นอกจากนี้การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธียังนำไปศึกษาวิธีการตรวจวิเคราะห์ร่วมกัน (Collaborative Study) ระหว่างห้องปฏิบัติการของภาครัฐและภาคเอกชน เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่เป็นมาตรฐานเดียวกัน และจัดทำเป็นมาตรฐานการทดสอบ (Standard Operation Procedure : SOPs) ในระดับประเทศ งานวิจัยนี้จึงสอดคล้องกับกลยุทธ์ของกรมวิชาการเกษตรด้านการวิจัยและพัฒนาระบบมาตรฐานการตรวจสอบคุณภาพพืช ปัจจัยการผลิต และผลิตภัณฑ์ ที่มุ่งให้มีมาตรฐานการทดสอบเป็นที่น่าเชื่อถือยอมรับได้ในระดับประเทศและในระดับสากล

นอกจากนี้วิธีมาตรฐานได้นำไปตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช เพื่อศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์จากการสลายตัวของสารสำคัญ (สารออกฤทธิ์) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ได้แก่ เพนโทเอต (phenthoate) เบนโนมิล (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 ส่งมาทดสอบกับห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัฏภูมิพิษการเกษตร พบว่า ข้อมูลปี 2559-2560 ผลิตภัณฑ์ profenofos ผิดมาตรฐานร้อยละ 61.9 สำหรับ benomyl เป็นสารป้องกันกำจัดโรคพืช กลุ่มเบนซิมิดาโซล (benzimidazole) สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ในสารละลายที่ค่าพีเอช 5-9 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 ที่ระบุอายุการเก็บผลิตภัณฑ์อยู่ได้ 2 ปี หลังจากการผลิต ข้อมูลการเสื่อมสภาพของสารสำคัญในผลิตภัณฑ์สามารถนำไปให้คำแนะนำกับเกษตรกรและร้านค้าจำหน่ายผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ในเรื่องการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ในสภาพที่เหมาะสมไม่เสื่อมสภาพได้ง่าย

### วัตถุประสงค์ของโครงการ

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

## ขอบเขตการศึกษา

โดยทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation) ให้มีความถูกต้องในการวิเคราะห์ปริมาณสารสำคัญ (สารออกฤทธิ์) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 20 ผลิตภัณฑ์ ที่จัดอยู่ในกลุ่มสารกำจัดแมลง สารกำจัดวัชพืช และสารป้องกันกำจัดโรคพืช โดยตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดแฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) และเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatography : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิดไดโอดอาร์เรย์ (Diode array) หรือยูวี-วาริเอเบิล ดีเทคเตอร์ (UV-Variable Detector) พารามิเตอร์ที่ใช้ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชอ้างอิงตามเอกสารคอลแลบอเรทีฟ อินเทอร์เน็ตเนชันแนล 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 ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตรได้ศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ระหว่างห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐร่วมกับห้องปฏิบัติการภาคเอกชน เพื่อจัดทำเป็นมาตรฐานการทดสอบ (Standard Operation Procedure : SOPs) ในระดับประเทศ รวมถึงศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช โดยศึกษาการสลายตัวของสารสำคัญด้วยการเปรียบเทียบการเก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิห้องกับอุณหภูมิ 54 องศาเซลเซียส รวมทั้งพิจารณาสมบัติทางเคมี และทางกายภาพปัจจัยอื่นๆร่วมด้วย

## นิยามศัพท์

- 1) ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method validation)
- 2) การศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study)
- 3) ปริมาณสารสำคัญ (Active ingredient)

## บทที่ 2 วิธีการดำเนินงาน

### 1.วิธีการดำเนินการวิจัย

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**

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัสดุเคมีพิษการเกษตร 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**

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัสดุเคมีพิษการเกษตร 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**

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัสดุเคมีพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ

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

ปี 2563 : อีไธออน (ethion)

ปี 2564 : บิวทาคลอร์ (butachlor)

**สถานที่ดำเนินการ**

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนากการเกษตรเขตที่ 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 สำนักวิจัยและพัฒนากการเกษตรเขตที่ 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 อีไธออน (ethion) อะลาคลอร์ (alachlor) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนล่าง (2563-2564)

ปี 2563 : อีไธออน (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 ตามวิธีทดสอบที่ต้องการตรวจพิสูจน์ทราบ 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 โดยทำการทดสอบอิทธิพลของปัจจัยในวิธีทดสอบที่อาจจะส่งผลต่อความคงทนของวิธีอย่างน้อย 2 ปัจจัย โดยออกแบบการทดลองทางสถิติแบบ Factorial Design of Experiment สำหรับ Ruggedness ทำการทดสอบโดยการเปลี่ยนเครื่อง/รุ่นของ เครื่องมือ หรือเปลี่ยนผู้ทดสอบ และประเมินผลโดยใช้ค่า HORRAT เกณฑ์ยอมรับ AOAC (2016) เท่ากับ HORRAT 0.3-1.3
9. การหาค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty) ดำเนินการตาม Eurachem (2014)
  - 9.1 เขียนขั้นตอนการวิเคราะห์ และสูตรที่ใช้การคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ ในตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุดิบอันตรายทางการเกษตร 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 ใบบรรองการสอบเทียบเครื่องมือและวัสดุอุปกรณ์ต่างๆ และมาตรฐานอ้างอิงต่างๆ

9.3.3 คำนวณความไม่แน่นอนมาตรฐาน (Standardize the uncertainty:  $U_x$ ) สำหรับความไม่แน่นอนสุ่ม ค่าที่ได้ คือ ความไม่แน่นอนมาตรฐาน สำหรับความไม่แน่นอนระบบ เปลี่ยนค่าความไม่แน่นอนเหล่านั้นเป็นค่ามาตรฐาน ด้วยการหารค่าที่บอกความเชื่อมั่นของการแจกแจงที่เหมาะสม (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 ซ้ำ, ค่า Linearity ของสารละลายมาตรฐาน 6 ความเข้มข้นๆละ 2-3 ซ้ำ, ค่า Accuracy ที่วิเคราะห์ได้จาก % recovery และ Precision, Robustness/Ruggedness ที่ได้จากการนำ %RSD ไปประเมินด้วยค่า HORRAT

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

**การทดลองที่ 2.1** การศึกษาร่วมกันในวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์คลอโรทาโรนิล (chlorothalonil)

อะมีทริน (ametryn) ในผลิตภัณฑ์ตัวถ่วงอันตรายทางการเกษตร (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 ตรวจวิเคราะห์หาปริมาณ 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

เลือกวิธีที่มีการทดสอบที่มีความถูกต้องโดยผ่านการตรวจสอบความใช้ได้เรียบร้อยแล้วของห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษ 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 μl
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 μm)
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 μl
Run time :	5 min

### 4. การส่งตัวอย่างทดสอบและเอกสารวิธีวิเคราะห์ให้ห้องปฏิบัติการ

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

### 5. การทดสอบความคงตัว (Stability test)

เมื่อครบกำหนดที่ให้แต่ละห้องปฏิบัติการส่งผลการวิเคราะห์กลับมาแล้ว ดำเนินการคัดเลือกตัวอย่าง ที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน เป็นตัวแทนในการทดสอบการคงตัวของตัวอย่าง โดยสุ่มตัวอย่างมา 5 ขวด ทำการวิเคราะห์หลังจากวันที่ครบกำหนดการส่งผล ทำการวิเคราะห์ขวดละ 2 ซ้ำ และนำผลวิเคราะห์ที่ได้มาเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์ จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้สถิติ 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 เพื่อให้มั่นใจว่าได้ข้อมูลที่ถูกต้องและน่าเชื่อถือมาใช้ในการประเมินผล

6.2. การทดสอบค่าสุดต่าง (Outliers test) โดยข้อมูลที่มีค่าแตกต่างกันทั้งมากและน้อยจากข้อมูล ในชุดเดียวกันที่ทำให้สงสัยว่าเป็นข้อมูลที่ไม่อยู่ในกลุ่มเดียวกัน 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) ผลวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการที่มีความแตกต่างของค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ของกลุ่มเดียวกันมากที่สุดเมื่อเทียบกับผลวิเคราะห์ของกลุ่มตัวอย่างเดียวกันจากห้องปฏิบัติการอื่นๆ จะถูกนำมาทดสอบค่าสุดต่างหรือไม่โดยใช้สถิติ Cochran's test

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

เมื่อ  $D_{\max}$  = ค่าแตกต่างของกลุ่มตัวอย่างที่มีค่าสูงสุด

$D_i$  = ค่าแตกต่างของกลุ่มตัวอย่างที่ 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 ให้ตัดค่าผลวิเคราะห์คู่ดังกล่าวออก

## 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  $G_L$ ,  $G_H$  ที่คำนวณได้จากตารางค่าวิกฤติในตาราง 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  $G_{HL}$  ที่คำนวณได้จากตารางค่าวิกฤติในตาราง 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)

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

Repeatability limit;  $r = 2.8 S_r$

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

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

$T_i$  = ผลรวมค่าของคู่ของตัวอย่าง  $i$  ของแต่ละห้องปฏิบัติการ

$T$  = ค่าเฉลี่ยของค่า  $T_i$  ของทุกห้องปฏิบัติการ

$L$  = จำนวนห้องปฏิบัติการ (หรือจำนวนคู่ของตัวอย่างเดียวกัน)

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

#### 6.2.4. HORRAT

โดยค่า HORRAT คือ อัตราส่วนระหว่าง ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Deviation, %RSD<sub>R</sub>) ค่า Horwitz's equation (%RSD<sub>Horwitz</sub>) เกณฑ์ยอมรับ 0.5-2.0

### 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 วัสดุ อุปกรณ์ต่างๆ 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 เริ่มต้น และทดสอบการคงสภาพของผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิ  $54^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 14 วัน ตามข้อกำหนดของ FAO-Specifications 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 และอุณหภูมิห้องที่เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ใช้วิเคราะห์คุณภาพทางเคมี และทางกายภาพด้วยอุปกรณ์ 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 อุณหภูมิห้อง

## สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุดิบพืชการเกษตร 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 และตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่นำมาทำการศึกษาจะต้องเป็นตัวอย่างที่ผลิตขึ้นใหม่ๆ 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 โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิ 5°C บันทึกผลการวิเคราะห์
6. ตรวจวิเคราะห์ค่าพีเอช (pH) โดยใช้เครื่อง pH meter ตามวิธี MT 75.3 CIPAC J โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิ 5°C บันทึกผลการวิเคราะห์
7. บันทึกอุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิตู้เย็นที่เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ใช้วิเคราะห์คุณภาพทางเคมี และทางกายภาพด้วยอุปกรณ์ Data Logger
8. รวบรวมข้อมูลผลการวิเคราะห์ และจัดทำแผนภูมิควบคุม (Control Chart) อ้างอิงตามเกณฑ์ค่าความคลาดเคลื่อนของ เอฟ เอ โอ (FAO-Specification, 2010) และสรุปผลการทดลอง

#### การบันทึกข้อมูล

1. น้ำหนักสารมาตรฐานและน้ำหนักตัวอย่างของ benomyl
2. ค่าพีเอช (pH)
3. อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิตู้อบ

## สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุดิบพืชการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ

### การทดลองที่ 3.3 การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงโปรเฟโนฟอส (profenofos) (2563-2564)

#### วิธีการดำเนินงาน

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



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

3. ทำการบันทึกข้อมูลพื้นฐานของตัวอย่างผลิตภัณฑ์ profenofos 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. ตรวจสอบวิเคราะห์ทางเคมี โดยวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ profenofos ตามวิธี CIPAC H โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิ 5 °C บันทึกผลการวิเคราะห์

6. ตรวจสอบวิเคราะห์ค่าพีเอช (pH) โดยใช้เครื่อง ตามวิธี MT 75.3 CIPAC J โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 เดือน เป็นเวลา 18 เดือน โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิ 5 °C บันทึกผลการวิเคราะห์

8. บันทึกอุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิตู้เย็นที่เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่ใช้วิเคราะห์คุณภาพทางเคมี และทางกายภาพด้วยอุปกรณ์ Data Logger

9. รวบรวมข้อมูลผลการวิเคราะห์ และจัดทำแผนภูมิควบคุม (Control Chart) อ้างอิงตามเกณฑ์ค่าความคลาดเคลื่อนของ เอฟ เอ โอ (FAO-Specification, 2010) และสรุปผลการทดลอง

#### การบันทึกข้อมูล

1. น้ำหนักสารมาตรฐานและน้ำหนักตัวอย่างของ profenofos
2. ค่าพีเอช (pH)
3. อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิตู้อบ

#### สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 (สวพ.6) กรมวิชาการเกษตร

#### ผลการวิจัย (Results)

#### 3. การปรับแผนงบประมาณระหว่างปี

ไม่มี  มี ได้รับอนุมัติเมื่อวันที่ ที่กษ 0916/2269 ลงวันที่ 21 ธันวาคม 2563

เปลี่ยนแปลงงบประมาณ โปรดอธิบายการเปลี่ยนแปลง.....-.....

เปลี่ยนแปลงวัตถุประสงค์/ผลผลิต โปรดอธิบายการเปลี่ยนแปลง เนื่องจากสารพาราควอตไดคลอไรด์ (paraquat dichloride) ได้มีประกาศให้เป็นวัตถุอันตรายชนิดที่ 4 ตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม เรื่องบัญชีรายชื่อวัตถุอันตราย (ฉบับที่ 6) พ.ศ.2653 มีผลบังคับใช้ตั้งแต่ 1 มิถุนายน 2563 เป็นต้นไป จึงทำให้ไม่สามารถนำสารเคมีดังกล่าวมาทำการทดลองได้จึงจำเป็นต้องเปลี่ยนสารในการทดลอง (ภาคผนวก ข ภาพผนวกที่ ข1)



## บทที่ 3 ผลการศึกษา

### 3.1 ผลการดำเนินงานของโครงการ

#### 1. การตั้งสภาวะของเครื่องตรวจวิเคราะห์

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

##### สภาวะเครื่อง 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

##### สภาวะเครื่อง 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

##### สภาวะเครื่อง 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 มิลลิตรต่อนาที
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) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 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** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์อีไธออน (ethion) บิวทาคลอร์ (butachlor) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนบน

**การปรับตั้งสภาวะเครื่อง 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** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์คาร์บาริล (carbaryl) อะบาเมกติน (abamectin) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนล่าง

### สภาวะเครื่อง 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 µl

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 µm

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 µl

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) ไตอะซินอน (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 ( $\mu\text{m}$ )

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

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 สำหรับการตรวจวิเคราะห์diazinon**

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-dimethyl ammonium) 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 : 2(0

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 µm 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 µl
Temperature	:	Oven 2500°C, Inlet 280 °C, Detector 2500 °C
Detector	:	Flame Ionization Detector
Run Time	:	5 min

**การทดลองที่ 1.8** การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์โพรฟีโนฟอส (profenofos) โพรโทโอฟอส (prothiofos) ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียง

### สภาวะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์ profenofos

Column	:	DB-1701 (30 m x 320 µm x 0.25 µm)
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 µl
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 µm
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 µl
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)

**สถานะเครื่อง GC-FID สำหรับการตรวจวิเคราะห์alachlor**

Capillary column	:	HP-1 (30m x 0.25 mm (i.d.) 0.25 µm 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 ดังแสดงในภาคผนวก ก ภาพผนวกที่ ก1-20 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
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	0.10เปลี่ยนอุณหภูมิ Det. 0.65 เปลี่ยนอุณหภูมิ col.	49.41±1.19



**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)
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

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

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 2

**ตารางที่ 2** 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)

ผลวิเคราะห์หาการคงตัวของผลิตภัณฑ์ตัวต้นอัตรายทางการเกษตร chlorothalonil และ ametryn โดยสุ่มตัวอย่างมา 5 ชุด ทำการวิเคราะห์ขวดละ 2 ซ้ำ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่าง ด้วยสถิติ t-test เทียบกับค่า t-critical พบว่าค่า t น้อยกว่าค่าของ t-critical แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างมีความคงตัวตลอดช่วงเวลาที่ผ่านมา ดำเนินงานวิจัย แสดงดังตารางที่ 3

**ตารางที่ 3** 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 4-5)

**ตารางที่ 4** 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 5 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 6-7

ตารางที่ 6 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 7 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 8-9)

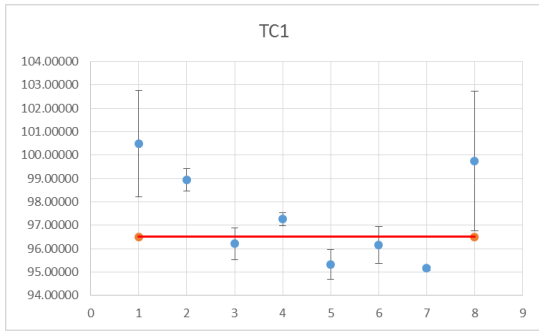
ตารางที่ 8 ผลการประเมินความค่า Precision และ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของ chlorothalonil

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
$S_r = (\sum d^2 / 2L)^{1/2}$	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

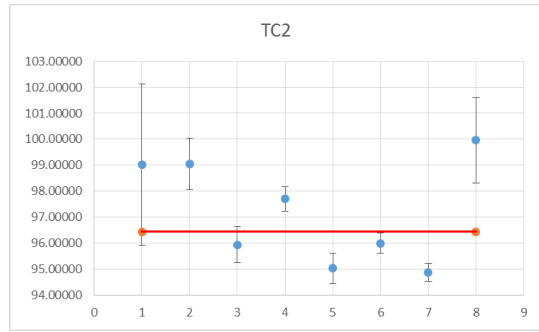
ตารางที่ 9 ผลการประเมินความค่า Precision และ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของ ametryn

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

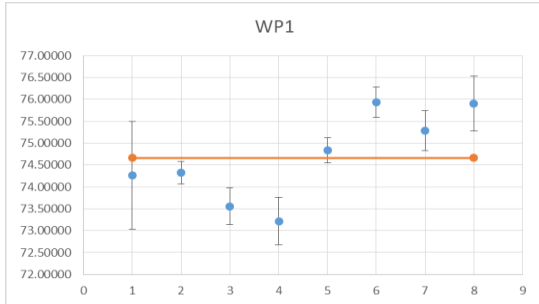
นำข้อมูลจากตารางที่ 8 ทุกห้องปฏิบัติการมาทำเป็นกราฟการเบี่ยงเบนมาตรฐานจากค่าเฉลี่ย (ภาพที่ 2-7) และ ข้อมูลจากตารางที่ 9 ทุกห้องปฏิบัติการมาทำเป็นกราฟการเบี่ยงเบนมาตรฐานจากค่าเฉลี่ย (ภาพที่ 8-13)



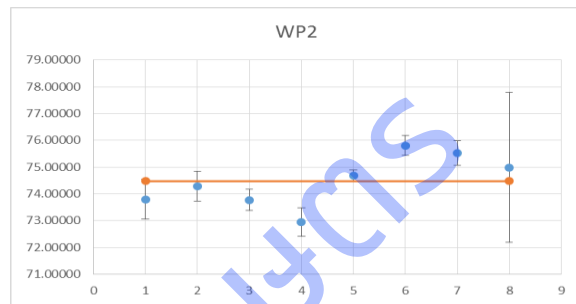
ภาพที่ 2 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ TC-1



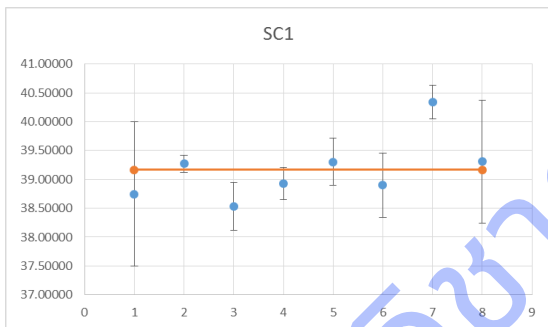
ภาพที่ 3 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ TC-2



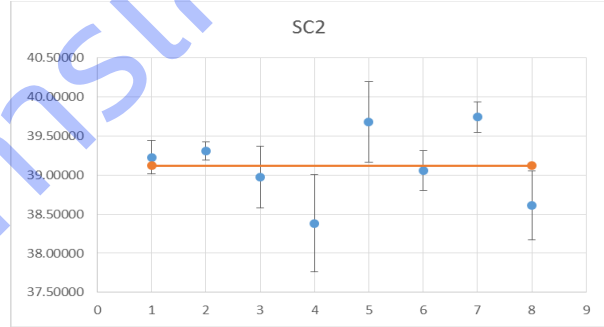
ภาพที่ 4 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ยของ WP-1



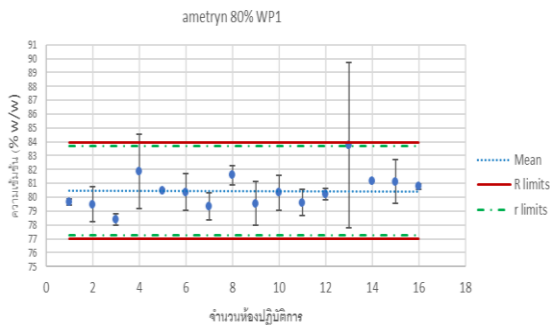
ภาพที่ 5 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ยของ WP-2



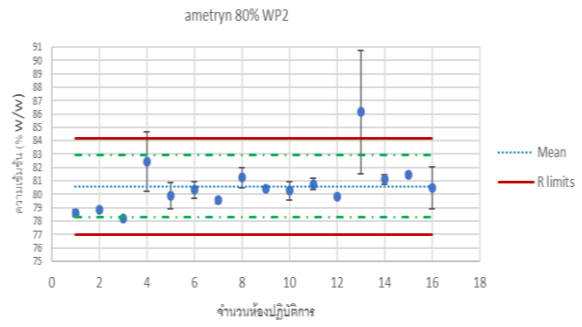
ภาพที่ 6 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ยของ SC-1



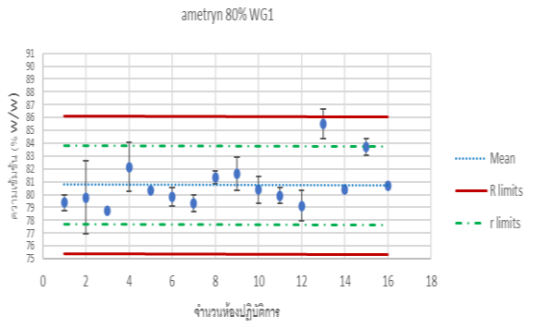
ภาพที่ 7 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ยของ SC-2



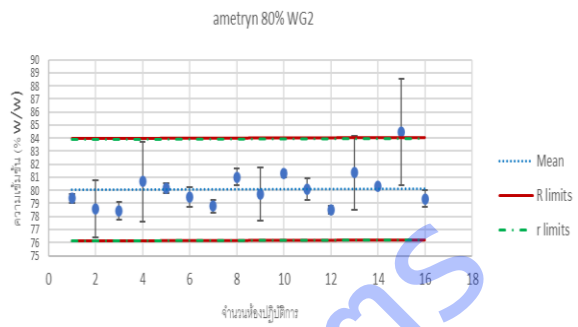
ภาพที่ 8 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WP1



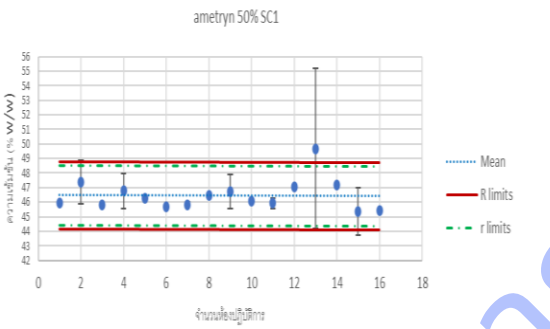
ภาพที่ 9 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WP2



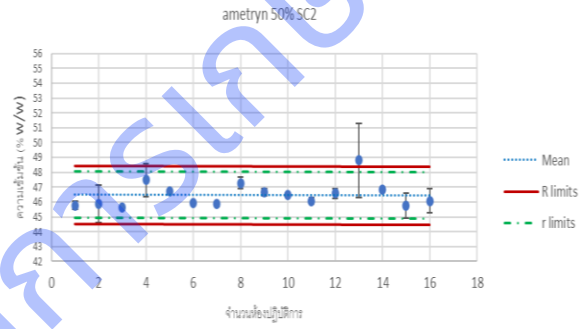
ภาพที่ 10 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WG1



ภาพที่ 11 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ WG2



ภาพที่ 12 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ SC1



ภาพที่ 13 กราฟการเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ย ของ SC2

### กิจกรรมที่ 3 การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

#### การทดลองที่ 3.1 การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงเฟนโทเอต (phenthoate)

(2563-2564)

1. ผลการบันทึกข้อมูลอุณหภูมิห้องของสถานที่เก็บรักษาผลิตภัณฑ์ของสาร phenthoate โดยแสดงช่วงละ 3 เดือน จากทั้งหมด 18 เดือน พบว่าอุณหภูมิตลอดการทดสอบอยู่ในช่วง 21.6–37.7 องศาเซลเซียส
2. ทดสอบการคงสภาพตาม FAO กำหนดในการขึ้นทะเบียนผลิตภัณฑ์จะต้องทำการอบในสภาวะอุณหภูมิที่  $54 \pm 2$  °C เวลา 14 วัน และทำการตรวจสอบปริมาณ phenthoate หลังอบ ต้องผ่าน 95% ของปริมาณสาร phenthoate ก่อนอบ แสดงผลดังตารางที่ 10

**ตารางที่ 10** 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 11

**ตารางที่ 11** ผลการทดสอบปริมาณสาร phenthoate ปริมาณน้ำเจือปน และความเป็นกรด ระยะเวลา 18 เดือน

ลำดับ/ แหล่งผลิต	รายการ ทดสอบ	3 เดือน ธันวาคม 2562		6 เดือน มีนาคม 2563		9 เดือน มิถุนายน 2563	
		อุณหภูมิห้อง (21.6–37.7°C)	สภาวะเร่ง ( $54 \pm 2$ °C)	อุณหภูมิห้อง (21.6–37.7°C)	สภาวะเร่ง ( $54 \pm 2$ °C)	อุณหภูมิห้อง (21.6–37.7°C)	สภาวะเร่ง ( $54 \pm 2$ °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 11** ผลการทดสอบปริมาณสาร phenthoate ปริมาณน้ำเจือปน และความเป็นกรด ระยะเวลา 18 เดือน (ต่อ)

ลำดับ/ แหล่งผลิต	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** การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดโรคพืชเบนอไมล์ (benomyl) (2563-2564)

1. ผลการบันทึกข้อมูลอุณหภูมิห้องของสถานที่เก็บรักษาผลิตภัณฑ์ของสาร benomyl โดยแสดงช่วงละ 3 เดือน จากทั้งหมด 18 เดือน พบว่าอุณหภูมิตลอดการทดสอบอยู่ในช่วง 21.6–37.7 องศาเซลเซียส

2. ทดสอบการคงสภาพตาม FAO กำหนดในการขึ้นทะเบียนผลิตภัณฑ์จะต้องทำการอบในสภาวะอุณหภูมิที่ 54±2 °C เวลา 14 วัน และทำการตรวจสอบปริมาณ benomyl หลังอบ ต้องผ่าน 95%ของปริมาณสาร phenthoate ก่อนอบแสดงผลดังตารางที่ 12

**ตารางที่ 12** ผลการวิเคราะห์ปริมาณสาร benomyl ในตัวอย่างเริ่มต้นและสภาวะอุณหภูมิที่ 54±2 องศาเซลเซียส เวลา 14 วัน ตาม 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
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±2 °C เป็นเวลา 14 วัน ต้องไม่น้อยกว่า 95%ของ AI. ก่อนอบ

3. ผลิตภัณฑ์ benomyl ที่ผ่านการตรวจสอบสมบัติตามเกณฑ์กำหนดขึ้นทะเบียนแล้วนำมาทำการศึกษาการเก็บรักษาที่สภาวะอุณหภูมิห้องของประเทศไทย (สถานที่ทำการทดลอง) และในสภาวะอุณหภูมิที่ 54±2 °C เกณฑ์กำหนดสารสำคัญ 47.5-52.5 %W/V และค่าพีเอช 5-8 ผลการทดสอบดังตารางที่ 13



**ตารางที่ 13** ผลการทดสอบปริมาณสาร benomyl และ pH ของผลิตภัณฑ์ ระยะเวลา 18 เดือน

ลำดับ/ แหล่งผลิต	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.	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 13 (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 (21.6–37.7°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)	อุณหภูมิห้อง (21.6–37.7°C)	อุณหภูมิห้อง (26–36.5°C)	อุณหภูมิห้อง (21.6–37.7°C)	สภาวะเร่ง (54±2°C)
S1	% A.I.	47.0	41.4	43.1	43.1	47.6	44.9
	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** การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารกำจัดแมลงโปรฟีโนฟอส (profenofos)

(2563-2564)

1. ผลการบันทึกข้อมูลอุณหภูมิห้องของสถานที่เก็บรักษาผลิตภัณฑ์ของสาร benomyl โดยแสดงช่วงละ 3 เดือน จากทั้งหมด 18 เดือน พบว่าอุณหภูมิตลอดการทดสอบอยู่ในช่วง 21.0–39.5 องศาเซลเซียส

2. ทดสอบการคงสภาพตาม FAO กำหนดในการขึ้นทะเบียนผลิตภัณฑ์จะต้องทำการอบในสภาวะอุณหภูมิที่ 54±2 °C เวลา 14 วัน และทำการตรวจสอบปริมาณ profenofos หลังอบ ต้องผ่าน 95% ของปริมาณสาร profenofos ก่อนอบ แสดงผลดังตารางที่

14

**ตารางที่ 14** 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 AI. ก่อนอบ

3. ผลผลิตพันธ์ profenofos ที่ผ่านการตรวจสอบสมบัติตามเกณฑ์กำหนดขึ้นทะเบียนแล้วนำมาทำการศึกษาการเก็บรักษาที่สภาวะอุณหภูมิห้องของประเทศไทย (สถานที่ทำการทดลอง) และในสภาวะอุณหภูมิที่ 54±2 °C เกณฑ์กำหนดสารสำคัญ 47.5-52.5 %W/V และค่าพีเอช 3-7 ผลการทดสอบดังตารางที่ 15

**ตารางที่ 15** ผลการทดสอบปริมาณสาร profenofos และ pH ของผลิตภัณฑ์ ระยะเวลา 18 เดือน

ลำดับ/แหล่งผลิต	รายการทดสอบ	3 เดือน เมษายน 63		6 เดือน กรกฎาคม 63		9 เดือน ตุลาคม 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	48.1	37.0
	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 15 (ต่อ)** ผลการทดสอบปริมาณสาร profenofos และ pH ระยะเวลา 18 เดือน

ลำดับ/แหล่งผลิต	รายการทดสอบ	12 เดือน ธันวาคม 63		15 เดือน มีนาคม 64		18 เดือน มิถุนายน 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	44.1	26.4
	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

### 3.2 ผลผลิตที่เกิดขึ้นจริง (Output)

ผลผลิตตามคำรับรอง	จำนวน	หน่วยนับ	ผลผลิตที่เกิดขึ้นจริง	จำนวน	หน่วยนับ	รายละเอียดผลผลิต (พร้อมแนบหลักฐาน)	เชิงคุณภาพ
1. องค์ความรู้	14	เรื่อง	1. องค์ความรู้	10	เรื่อง	- ได้วิธีมาตรฐาน thiamethoxam - ได้วิธีมาตรฐาน pendimethalin - ได้วิธีมาตรฐาน flusilazole - ได้วิธีมาตรฐาน butachlor (2 เรื่อง) - ได้วิธีมาตรฐาน abamectin - ได้วิธีมาตรฐาน diazinon - ได้วิธีมาตรฐาน pirimiphos-methyl - ได้วิธีมาตรฐาน alachlor - ได้วิธีมาตรฐาน alachlor	ขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC 17025 (2017) และใช้เป็นวิธีมาตรฐานห้องปฏิบัติการ
			2) ได้วิธีศึกษาร่วมกันระหว่างห้องปฏิบัติการ	1	เรื่อง	- ได้วิธีมาตรฐาน ametryn	ใช้เป็นวิธีมาตรฐานห้องปฏิบัติการภาครัฐและเอกชน
			3) ได้ข้อมูลระยะเวลาการสลายตัวของสาร	3	เรื่อง	- ได้ข้อมูลการสลายตัวของสาร phonthoate ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ในเวลา 18 เดือน - ได้ข้อมูลการสลายตัวของสาร benomyl ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ในเวลา 18 เดือน - ได้ข้อมูลการสลายตัวของสาร profenofos ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ในเวลา 18 เดือน	ใช้เป็นข้อมูลในการกำกับดูแลและเฝ้าระวังคุณภาพผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร

### 3.3 ผลลัพธ์ที่เกิดขึ้นจริง (Outcome) (ถ้ามี)

ผลลัพธ์ที่เกิดขึ้นจริง	ปีที่เกิดผลลัพธ์
ยื่นขอขยายขอบข่ายการทดสอบ 2,4-D dimethylammonium ลำดับที่ 36 ได้รับการรับรอง 19 มีนาคม 2563	2563
บริการตรวจวิเคราะห์ลงเว็บไซต์ของหน่วยงานให้กับหน่วยงานราชการ/เกษตรกรปี 2565 1) การให้บริการตรวจวิเคราะห์ cararyl abamectin กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.2 2) การให้บริการตรวจวิเคราะห์ alachlor diazinon กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.3 3) การให้บริการตรวจวิเคราะห์ diazinon pirimiphos-methyl กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.7 4) การให้บริการตรวจวิเคราะห์ ethion alachlor กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.8	2565

### 3.4 ผลกระทบที่เกิดขึ้นจริง (Impact) (ถ้ามี)

ผลกระทบที่เกิดขึ้นจริง	ปีที่เกิดผลกระทบ
ด้านเศรษฐกิจ : ผู้ประกอบการสามารถนำวิธีการไปใช้ในการควบคุมคุณภาพการผลิต	2563-2564
ด้านสังคม : ลดปัญหาการใช้ผลิตภัณฑ์ที่ไม่มีคุณภาพ	2563-2564
ด้านสิ่งแวดล้อม : ลดปัญหาหลดสารพิษตกค้างของสารในดินและน้ำเนื่องจากใช้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพ	2563-2564

### 3.5 การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

วิธีการ/กระบวนการหลักต้นงานวิจัยไปใช้ประโยชน์ (โปรดแนบหลักฐานเชิงประจักษ์การนำผลงานไปใช้ประโยชน์)

**ด้านนโยบาย โดยใคร** หน่วยงานที่มีหน้าที่กำกับดูแลการขึ้นทะเบียนวัตถุอันตรายและหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง กรมวิชาการเกษตร  
**อย่างไร** ตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์และเฝ้าระวังผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชภายหลังการได้รับขึ้นทะเบียนตามพ.ร.บ.วัตถุอันตราย พ.ศ.2535 และฉบับแก้ไขเพิ่มเติม

**ด้านสังคม โดยใคร** ผู้บริโภค

**อย่างไร** เกษตรกรฉีดพ่นสารตามฉลากระบุทำให้มีประสิทธิภาพเพื่อลดปริมาณสารพิษตกค้างในพืชผักผลไม้ไม่เกินเกณฑ์มาตรฐานที่ยอมรับได้

**ด้านเศรษฐกิจ โดยใคร** <sup>1/</sup>กลุ่มเกษตรกรและ<sup>2/</sup>ร้านค้าจำหน่ายผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

**อย่างไร** <sup>1/</sup>ได้ใช้ผลิตภัณฑ์อย่างที่มีคุณภาพ คุ่มค่าต้นทุนในการเลือกซื้อ

<sup>2/</sup>ร้านจำหน่ายเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ในร้านได้อย่างเหมาะสมถูกต้องหลีกเลี่ยงแสงแดดที่ทำให้สารเคมีการเกษตรสลายตัวได้รวดเร็ว

**ด้านวิชาการ โดยใคร** ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุมีพิษการเกษตร และห้องปฏิบัติการส่วนภูมิภาค ได้แก่ สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1 – 8 กรมวิชาการเกษตร และห้องปฏิบัติการภาคธุรกิจเอกชนอื่นๆ

**อย่างไร** นำข้อมูลเพื่อจัดทำ SOPs ที่เป็นมาตรฐานห้องปฏิบัติการของภาครัฐและเอกชน และขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC 17025:2017

## บทที่ 4 สรุปผลและอภิปรายผล

### สรุปผลและอภิปรายผล

#### สรุปผล

#### กิจกรรมที่ 1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

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

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

การศึกษาร่วมกันของวิธีทดสอบมีบางห้องปฏิบัติการที่ให้การทดสอบเป็น Outlier ซึ่งตั้งข้อสังเกตในการทดสอบควรมีการทดสอบเบื้องต้นก่อนการทดสอบจริงด้วยการจัดเตรียมสารมาตรฐานและตัวอย่างให้ผู้ร่วมวิจัยในปริมาณมากพอที่จะทำการทดสอบเบื้องต้น

การประเมินผลการศึกษาร่วมกันในวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ให้ผลการทดสอบความเที่ยง (precision) ระหว่างห้องปฏิบัติการอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ นั่นแสดงว่าวิธีดังกล่าวเป็นวิธีที่เหมาะสมที่จะใช้ในการวิเคราะห์วัตถุอันตรายทางการเกษตร chlorothalonil และ ametryn เนื่องจากค่าต่างๆที่ได้จากการประเมินเป็นไปตามมาตรฐานสากลที่กำหนดไว้

การศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ เป็นการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ที่น่าเชื่อถือที่นานาชาติยอมรับ ทำให้ภาครัฐและภาคเอกชนสามารถนำวิธีไปใช้ทดสอบในห้องปฏิบัติการได้อย่างน่าเชื่อถือ

#### กิจกรรมที่ 3 การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

การเสื่อมสภาพของสารสำคัญในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชเพนโทเอต เบโนมิล และโพรฟิโนฟอส จะเสื่อมสภาพได้เร็วขึ้นตามการเก็บรักษาในอุณหภูมิที่สูงขึ้น โดยช่วงระยะเวลาขึ้นอยู่กับสูตรผสมของแต่ละแหล่งผลิตร่วมด้วย การศึกษาสามารถให้คำแนะนำกับร้านค้าในข้อระวังการเก็บให้หลีกเลี่ยงความร้อนและแสงแดด อีกทั้งเป็นข้อมูลให้หน่วยงานที่มีหน้าที่กำกับดูแลโดยตรงของกรมวิชาการเกษตรได้เฝ้าระวังตัวอย่างดังกล่าวที่วางจำหน่ายตามท้องตลาด

#### อภิปรายผล

จากการพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จำนวน 20 วิธี ได้แก่ ไตรไซโคลาโซล 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 โพรโทโฟส ฟิริมิฟอส-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 ใดรบกวนการวิเคราะห์ 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 สำหรับค่าความไม่แน่นอนของการวัดที่เป็นสารสำคัญชนิด

เดียวกัน ใช้เทคนิคการวิเคราะห์เหมือนกัน แต่แตกต่างกันที่การตั้งสภาวะเครื่อง ได้แก่ 2,4-ดี-โดเมทิลแอมโมเนียม อีไทออน อะลาคลอร์ ไดอะซินอน ซึ่งได้ค่าความไม่แน่นอนของการวัดไม่แตกต่างกัน

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 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) มีเกณฑ์ยอมรับอยู่ที่ 0.5-2.0

#### ข้อเสนอแนะต่อผู้เกี่ยวข้องสำหรับการดำเนินงานในระยะต่อไป

1. การศึกษาร่วมกัน (Collaborative Study) ในวิธีการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช จัดเตรียมสารมาตรฐานและสารตัวอย่างให้ผู้เข้าร่วมได้ทำ pre-test
2. การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชสืบค้นข้อมูลจำนวนแหล่งผลิตและจัดซื้อตัวอย่างที่ผลิตใหม่ๆ ไม่เกิน 2 เดือน

#### ปัญหาและอุปสรรคในการทำงาน

ไม่มี

## เอกสารอ้างอิง

สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร. 2560. ข้อมูลสถิติ พรบ. วัตถุประสงค์ราย 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.

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 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

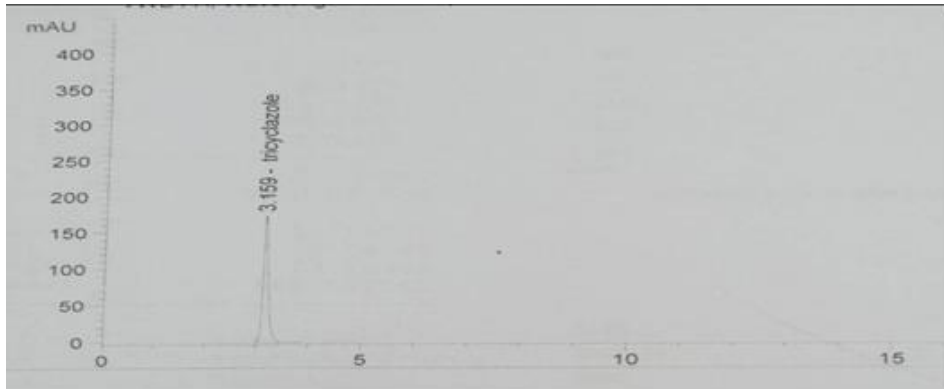
กรมวิชาการเกษตร



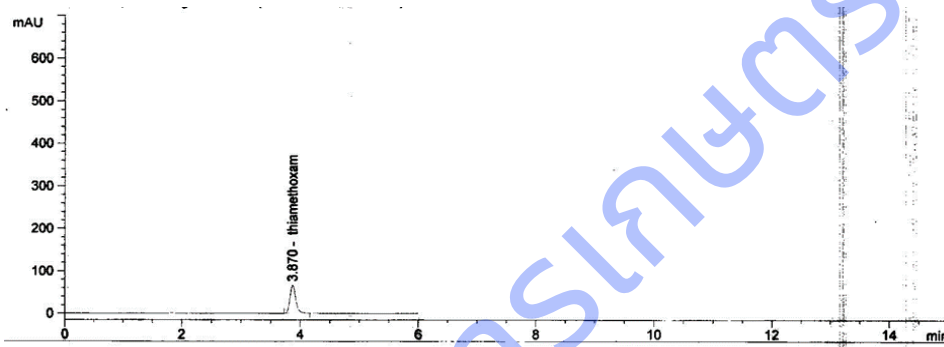
## ภาคผนวก ก

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

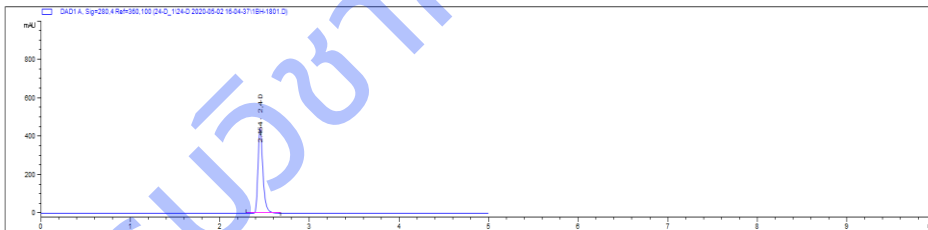
กรมวิชาการเกษตร



ภาพผนวกที่ ก1 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน tricyclazole



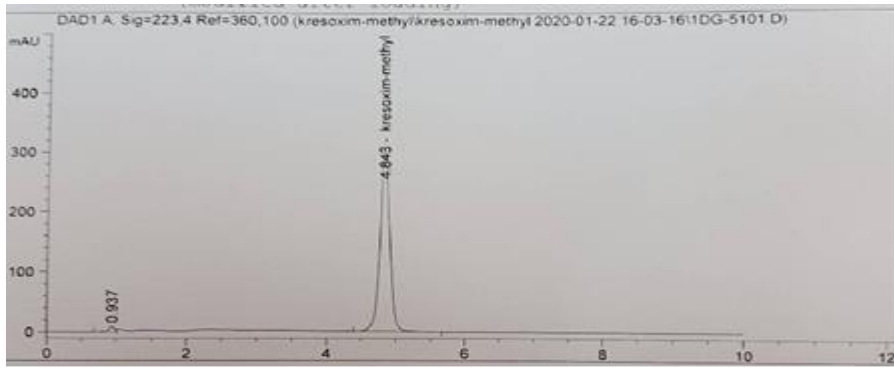
ภาพผนวกที่ ก2 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน thiamethoxam



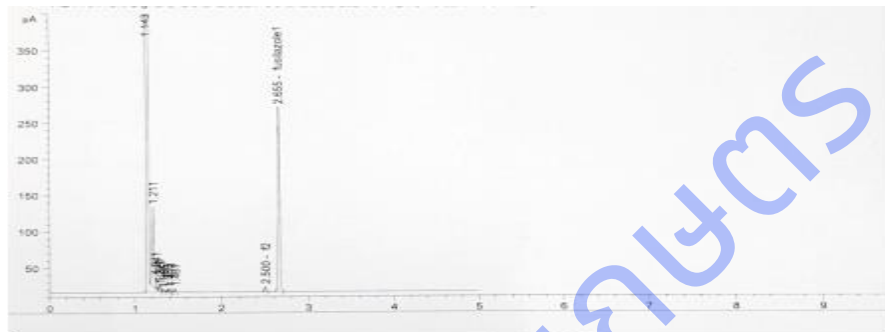
ภาพผนวกที่ ก3 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-D-dimethylammonium



ภาพผนวกที่ ก4 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน pendimethalin



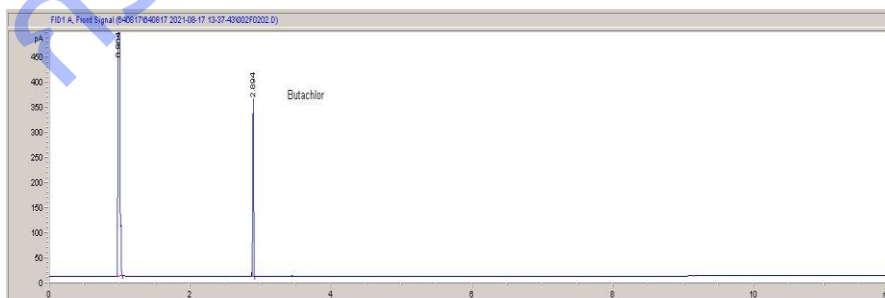
ภาพผนวกที่ ก5 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน kresoxim-methyl



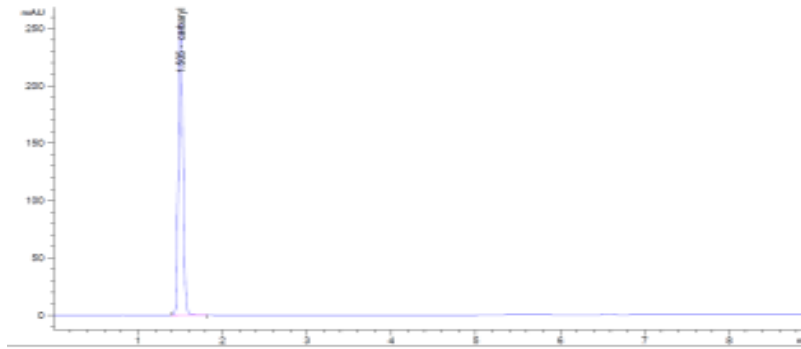
ภาพผนวกที่ ก6 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน flusilazole



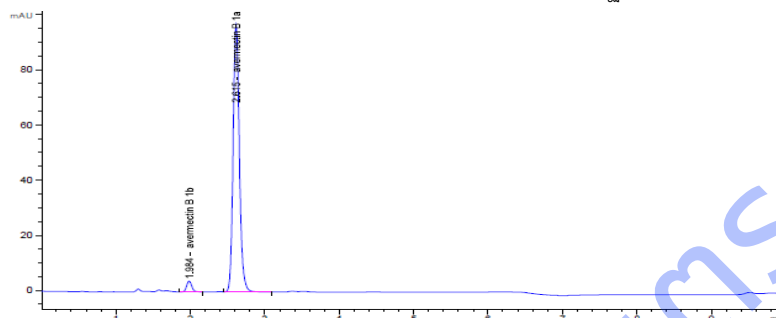
ภาพผนวกที่ ก7 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน ethion



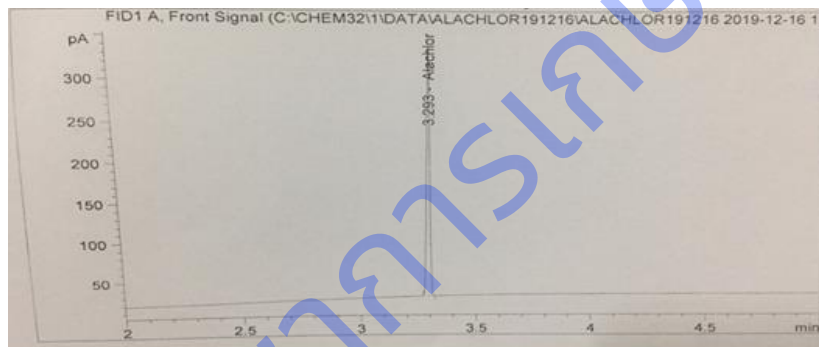
ภาพผนวกที่ ก8 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน butachlor



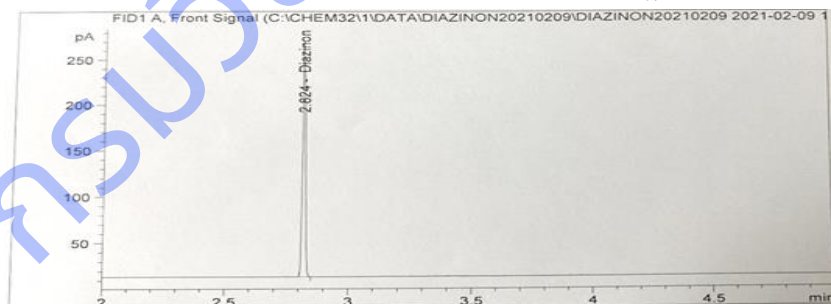
ภาพผนวกที่ ก9 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน carbaryl



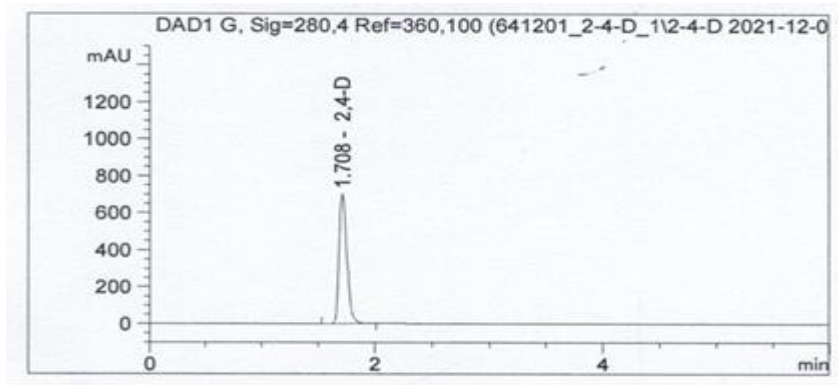
ภาพผนวกที่ ก10 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน abamectin



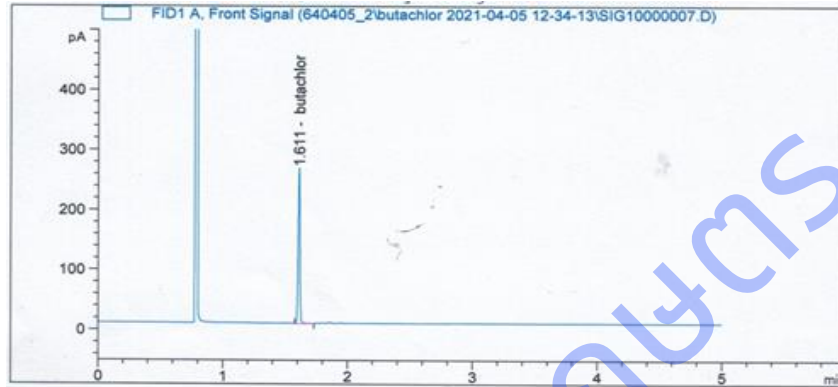
ภาพผนวกที่ ก11 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน alachlor



ภาพผนวกที่ ก12 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน diazinon



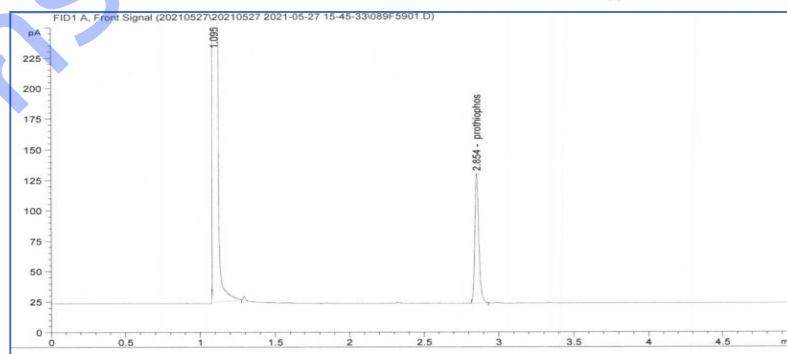
ภาพผนวกที่ ก13 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-D-dimethylammonium



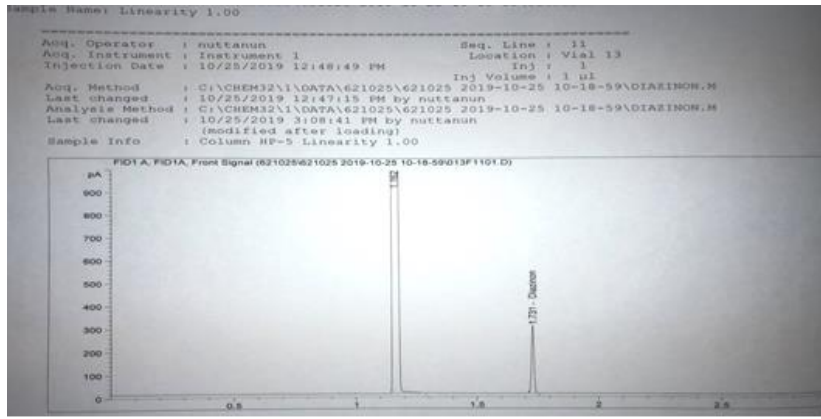
ภาพผนวกที่ ก14 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน butachlor



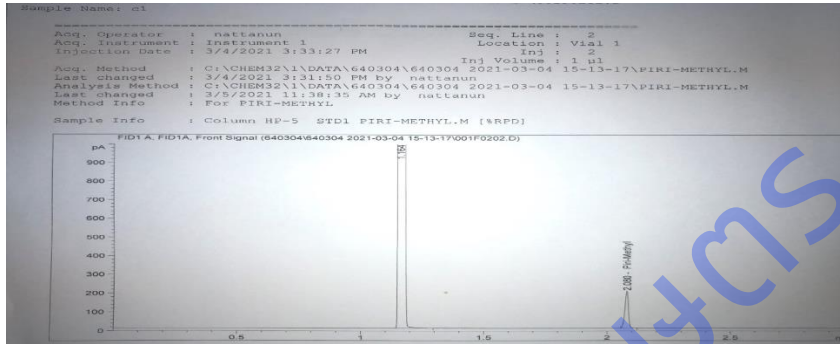
ภาพผนวกที่ ก15 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน profenofos



ภาพผนวกที่ ก16 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน prothiofos



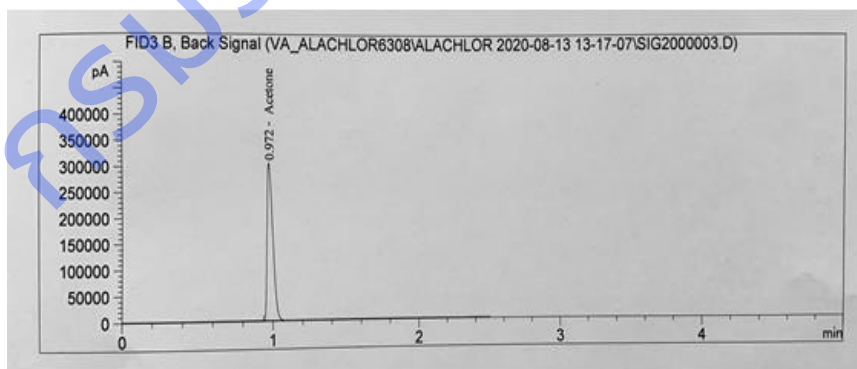
ภาพผนวกที่ ก17 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน diazinon



ภาพผนวกที่ ก18 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน pirimiphos-methyl



ภาพผนวกที่ ก19 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน ethion



ภาพผนวกที่ ก20 แสดงโครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐาน alachlor

ภาคผนวก ข

หนังสือการเปลี่ยนชื่อการทดลอง  
กิจกรรมที่ 1 การทดลองที่ 1.7

กรมวิชาการเกษตร



