รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

---

1. แผนงานวิจัย : วิจัยและพัฒนาวิธีการตรวจสอบเพื่อการรับรองมาตรฐานปัจจัยการผลิตและสินค้าพืช

2. โครงการวิจัย : โครงการวิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

3. ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย) : การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างด้วยวิธีการ QuEChERS ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตและไพรีทรอยด์ในกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง)

ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) : Validation of QuEChERS method for the determination of Pesticide Residues (organophosphate and pyrethroid) in dried garlic, dried shallot and dried tea leaves

4. คณะผู้ดำเนินงาน

หัวหน้าการทดลอง : อัชลี นามวงษ์ สังกัด ด่านตรวจพืชเชียงแสน สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร

ผู้ร่วมงาน : ลภัสรดา อักษรเนียม สังกัด ด่านตรวจพืชเชียงแสน สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร

5. บทคัดย่อ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างด้วยวิธีการ QuEChERS ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตและไพรีทรอยด์ในกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) โดยใช้ GC ที่มีตัวตรวจวัดชนิด FPD สำหรับวิเคราะห์สารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต และตัวตรวจวัดชนิด μECD วิเคราะห์สารกลุ่มไพรีทรอยด์ โดยใช้ parameter ต่างๆ ที่ต้องการทดสอบดังนี้ ทดสอบช่วงความเข้มข้นของสารในตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้อย่างถูกต้องแม่นยำ (linearity/range) ความถูกต้อง (accuracy) ค่าปริมาณต่ำสุดของวิธิวิเคราะห์ในพืชนั้นได้อย่างถูกต้องแม่นยำ (LOQ) ค่าปริมาณต่ำสุดของวิธิวิเคราะห์ในพืชนั้นได้ (LOD) เพื่อให้แน่ใจว่าวิธีวิเคราะห์ที่ผ่านการทดสอบแล้วสามารถนำไปตรวจวิเคราะห์ได้ โดยให้ผลวิเคราะห์ถูกต้อง แม่นยำ จากการการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต ในกระเทียม (แห้ง) สามารถวิเคราะห์ได้ 11 ชนิด ได้แก่ diazinon, dimethoate, EPN, ethion, fenitrothion, methidathion, parathion-methyl, phosalone, profenofos, prothiophos และ triazophos สำหรับหอมแดง (แห้ง) วิเคราะห์ได้ 17 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, diazinon, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, methidathion, mevinphos, parathion-ethyl, parathion-methyl, phosalone, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiophos และ triazophos ส่วนใบชา (แห้ง) วิเคราะห์ได้ 15 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, mevinphos, parathion-ethyl, parathion-methyl, phosalone, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiophos และ triazophos สำหรับการวิเคราะห์สารกลุ่มไพรี

กรมวิชาการเกษตร

ทรอยด์ ทั้งกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) สามารถวิเคราะห์ได้ 7 ชนิด ได้แก่ bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda-cyhalothrin และ permethrin ผลการทดสอบพบว่า การศึกษา Linearity/range ใช้ matrix matched calibration standards สำหรับสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต ทดสอบอยู่ในช่วง 0.02-2.0 µg/g ส่วนสารกลุ่มไพรีทรอยด์ในช่วง 0.01-1.0 µg/g โดยให้ค่า correlation coefficient (r) มากกว่า 0.995 ค่า accuracy สารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตศึกษาที่ความเข้มข้น 0.05, 0.50 และ 2.0 µg/g ส่วนสารกลุ่มไพรีทรอยด์ศึกษาที่ความเข้มข้น 0.05, 0.50 และ 1.0 µg/g ให้ร้อยละการได้กลับคืน (%recoveries) อยู่ในช่วง 60-120 และ precision ให้ %RSD น้อยกว่า 20% (HORRAT< 2) ค่า LOQ อยู่ในช่วง 0.01-0.05 µg/g และ LOD อยู่ในช่วง 0.005-0.03 µg/g

คำหลัก : สารพิษตกค้าง ออร์กาโนฟอสเฟต ไพรีทรอยด์ กระเทียม(แห้ง) หอมแดง(แห้ง) ใบชา(แห้ง)

ABSTRACT :

The QuEChERS method for the determination of pesticide residues (organophosphate and pyrethroid) in dried garlic, dried shallot and dried tea leaves was validated using Gas Chromatograph-Micro Electron Capture Detector/ Flame Photometric Detector (GC-µECD/FPD). The FPD and µECD were employed for the determination of organophosphate and pyrethroid, respectively. Analytical parameters, such as linearity/range, accuracy, precision, LOQ and LOD were studied. The validated method could be used for the analysis of organophosphate including 11 types in dried garlic, 17 types in dried shallot and in 15 types in dried tea leave as well as the analysis of 7 types of pyrethroid in dried garlic, dried shallot and dried tea leaves. The organophosphate residues are: in dried garlic (diazinon, dimethoate, EPN, ethion, fenitrothion, methidathion, parathion-methyl, phosalone, profenofos, prothiophos and triazophos); in dried shallot (chlorpyrifos, diazinon, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, methidathion, mevinphos, parathion-ethyl, parathion-methyl, phosalone, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiophos and triazophos); and in dried tea leaves(chlorpyrifos, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, mevinphos, parathion-ethyl, parathion-methyl, phosalone, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiophos and triazophos). The pyrethroid residues are bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda-cyhalothrin and permethrin. The linearity for each pesticide was evaluated using matrix matched calibration curve which providing the good linear range of 0.02-2.0 µg/g (organophosphate) and 0.01-1.0 µg/g (pyrethroid) with correlation coefficient of more than 0.995. The % recoveries for most of the pesticides were in the range of 60 to 120 for three spiked concentrations: (0.05, 0.50 and 2.0 µg/g) of organophosphate and (0.05, 0.50 and 1.0 µg/g) of pyrethroid with relative standard deviation

กรมวิทยาศาสตร์

of <20% (HORRAT< 2). The LOQ were between 0.01 and0.05 µg/g and LOD were in the range of 0.005-0.03 µg/g for all types of pesticides.

Key word : Pesticide Residues, Organophosphate, Pyrethroid, Dried garlic, Dried shallot, Dried tea leaves

6. คำนำ

ด่านตรวจพืชเชียงแสน สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร กรมวิชาการเกษตร เป็นหน่วยงานหลักในการตรวจสอบคุณภาพสินค้าเกษตรทั้งนำเข้าและส่งออกให้มีคุณภาพ โดยผู้บริโภคทั้งในประเทศและต่างประเทศจะต้องบริโภคอาหารที่มีความปลอดภัยและปราศจากสารพิษตกค้างภายใต้มาตรฐานเดียวกัน ซึ่งเป็นมาตรฐานที่ตั้งอยู่บนพื้นฐานทางวิทยาศาสตร์ โดยปัจจุบันประเทศไทยได้มีการเปิดการค้าเสรีกับต่างประเทศในหลายประเทศด้วยกัน โดยมีการส่งออกและนำเข้าสินค้าเกษตรคิดเป็นมูลค่านับพันล้านบาทในแต่ละปี ซึ่งนอกจากปัญหาด้านการตรวจพบศัตรูพืชร้ายแรงและศัตรูพืชกักกันที่ต้องเฝ้าระวังมิให้มีการเข้ามาแพร่ระบาดสร้างความเสียหายให้กับพืชปลูกภายในประเทศแล้ว การนำเข้าสินค้าบางครั้งยังพบปัญหาความเสี่ยงด้านสุขภาพของผู้บริโภคจากปัญหาสารพิษตกค้างที่ปนเปื้อนมากับสินค้าเกษตรนำเข้า หากบริโภคเข้าไปจะเกิดการสะสมจนก่อให้เกิดมะเร็งในมนุษย์ มาตรการด้านสุขอนามัยและสุขอนามัยพืช (Sanitary and Phytosanitary Measures : SPS) จึงเป็นมาตรการหนึ่งสำหรับประเทศที่เปิดการค้าเสรีนำมาใช้เป็นมาตรการเพื่อปกป้องสุขภาพ มนุษย์ สัตว์ พืช และสร้างความมั่นใจต่อความปลอดภัยด้านอาหาร ซึ่งการนำมาตรการ SPS มาใช้ควรสอดคล้องกับมาตรฐานตามที่องค์กรมาตรฐานระหว่างประเทศกำหนดขึ้นและต้องมีเหตุผลและหลักฐานทางวิทยาศาสตร์ที่เพียงพอ มีการประเมินความเสี่ยง (Risk Assessment) ที่เชื่อถือได้ ซึ่งประเทศคู่ค้ามักนำมาตรการ SPS มาใช้เป็นเครื่องมือในการกีดกันทางการค้ากับสินค้าอาหารประเภท ปศุสัตว์ ประมง และพืชผักผลไม้ โดยอ้างการตรวจพบเชื้อโรค แมลง วัชพืช และสารพิษอื่นๆ ปะปนมากับสินค้าเกษตร ซึ่งส่งผลกระทบต่อภาพลักษณ์ทางการค้าระหว่างประเทศคู่ค้านั้นๆ ทำให้ประเทศไทยได้ออกประกาศกระทรวงสาธารณสุข เลขที่ 387 พ.ศ. 2560 เรื่อง อาหารที่มีสารพิษตกค้าง ต้องไม่เกินปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด (Maximum Residue Limit, MRL) ที่กำหนด (กระทรวงสาธารณสุข, 2560) ทั้งนี้เพื่อป้องกันมิให้ผู้บริโภคภายในประเทศเกิดความเสี่ยงในการปนเปื้อนสารเคมีที่ตกค้างในสินค้าเกษตรนำเข้าจนทำให้เกิดการสะสมและกลายเป็นโรคมะเร็งในอนาคต

สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา ได้ถ่ายโอนภารกิจให้หน่วยงานในสังกัดกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ตรวจสอบการนำเข้าสินค้าเกษตรที่เป็นอาหารแห้ง โดยเฉพาะสินค้าอาหารตามพิกัดศุลกากรและรหัสสถิติ (HS Code) ที่สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา ถ่ายโอนให้กรมวิชาการเกษตร การนำเข้าให้แจ้งต่อกรมวิชาการเกษตร และจะต้องเป็นผู้รับผิดชอบตรวจสอบคุณภาพความปลอดภัยของอาหารและควบคุมการปฏิบัติให้

กรมวิชาการเกษตร

เป็นไปตามพระราชบัญญัติอาหารพ.ศ. 2522 ควบคู่ไปกับพระราชบัญญัติกักพืช พ.ศ. 2507 โดยเฉพาะพืชกลุ่มเครื่องเทศและใบชา ที่มีการนำเข้าจากสาธารณรัฐประชาชนจีน เพื่อนำมาใช้บริโภคภายในประเทศไทย ผ่านทางด่านตรวจพืชเชียงแสน ตำบลเวียง อำเภอเชียงแสน จังหวัดเชียงราย ในแต่ละปีมีการนำเข้ากระเทียมอบแห้ง หอมแดงอบแห้ง และใบชาแห้ง มีปริมาณมากกว่า 3,500 ตัน มูลค่าไม่ต่ำกว่า 80 ล้านบาท การนำเข้าที่มีปริมาณสูงเช่นนี้จึงมีโอกาสพบปัญหาสารพิษตกค้างในผลิตผลทางการเกษตรได้ ปัญหาจากสารพิษตกค้างข้างต้นส่งผลกระทบต่อสุขภาพของคนไทยผู้บริโภค นอกจากนี้ยังมีรายงานว่าสารกำจัดแมลงบางชนิดมีความสัมพันธ์กับการเกิดมะเร็ง เช่น มะเร็งต่อมลูกหมาก มะเร็งตับอ่อน มะเร็งเต้านม มะเร็งผิวหนัง เป็นต้น (เกษม, 2545; วัชราพร และคณะ, 2552 และ สกุลรัตน์ และนาถธิดา, 2545) สำนักงานมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ ได้ออกประกาศกำหนดมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ เรื่อง สารพิษตกค้าง : ปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด (มกษ. 9002-2559) (สำนักงานมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ, 2559) โดยกำหนดปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด (MRL) ในกระเทียมของเดลทาเมทริน (deltamethrin) เท่ากับ 0.1 mg/kg ไดไทโอคาร์บาเมต (dithiocarbamates) เท่ากับ 0.5 mg/kg และไตรอะโซฟอส (triazophos) เท่ากับ 0.05 mg/kg สำหรับค่า MRL ในหอมแดง กำหนดไว้ดังนี้ คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) เท่ากับ 0.2 mg/kg คาร์เบนดาซิม/เบโนมิล (carbemdazim/benomyl) เท่ากับ 3 mg/kg ไซเพอร์เมทริน (cypermethrin) เท่ากับ 0.1 mg/kg เดลทาเมทริน (deltamethrin) เท่ากับ 0.1 mg/kg ไดไทโอคาร์บาเมต (dithiocarbamates) เท่ากับ 0.5 mg/kg ไดเมโทเอต (dimethoate) เท่ากับ 0.05 mg/kg ไตรอะโซฟอส (triazophos) เท่ากับ 0.05 mg/kg โพรฟีโนฟอส (profenofos) เท่ากับ 0.05 mg/kg โฟซาโลน (phosalone) เท่ากับ 0.5 mg/kg มาลาไทออน (malathion) เท่ากับ 1 mg/kg และ เมโทมิล (methomyl) เท่ากับ 0.2 mg/kg ส่วนค่า MRL ค่า MRL ในใบชาแห้งของไดอะซินอน (diazinon) เท่ากับ 0.1 mg/kg อะมีทรีน (ametryn) เท่ากับ 0.05 mg/kg และ เฟนิโตรไทออน (fenitrothion) เท่ากับ 0.5 mg/kg โดยผลิตผลทางเกษตรที่นำเข้าจากสาธารณรัฐประชาชนจีน เพื่อนำมาใช้มาบริโภคภายในประเทศไทยควรมีสารพิษตกค้างได้ไม่เกินปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด (MRL) ที่กำหนดไว้ สำหรับด่านตรวจพืชเชียงแสน สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร ในฐานะหน่วยงานหลักในการตรวจสอบคุณภาพสินค้าเกษตรก่อนการนำเข้า มีห้องปฏิบัติการตรวจสารพิษตกค้างในผลิตผลทางการเกษตร สามารถตรวจสารเคมีได้ทั้งหมด 32 ชนิด ใน 3 กลุ่ม คือ กลุ่มออร์กาโนคลอรีน (organochlorine) กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต (organophosphate) และกลุ่มไพรีทรอยด์ (pyrethroids) การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผลิตผลทางการเกษตรใช้วิธีการ QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) ซึ่งพัฒนาโดย Anastassiades *et al.* (2003) เป็นวิธีตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่ง่าย รวดเร็ว ใช้สารเคมี และเครื่องมือไม่ยุ่งยากซับซ้อน สามารถตรวจวิเคราะห์สารแบบรวม (Multi-Residue Method) ซึ่งสามารถตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างได้หลายชนิดในการตรวจวิเคราะห์เพียงครั้งเดียวได้ (Lethotay *et al*., 2005) โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโท

กรมวิชาการเกษตร

กราฟ (Gas Chromatograph, GC) ที่มีตัวตรวจวัดซึ่งมีความจำเพาะเจาะจงสูง คือ สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน และกลุ่มไพรีทรอยด์ ใช้ตัวตรวจวัดชนิด μECD (Micro Electron Capture Detector) ส่วนกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต ใช้ตัวตรวจวัดชนิด FPD (Flame Photometric Detector)

ดังนั้นเพื่อให้เป็นไปตามเจตนารมณ์ของพระราชบัญญัติกักพืช พ.ศ. 2507 และที่แก้ไขเพิ่มเติม พ.ศ. 2551 ในการสกัดกั้นสินค้าเกษตรที่ไม่ได้คุณภาพมิให้ผ่านเข้ามาภายในประเทศ รวมถึงต้องควบคุมความปลอดภัยด้านอาหารนำเข้าตามภารกิจถ่ายโอนจากสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา ด่านตรวจพืชเชียงแสนจึงเห็นสมควรตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างด้วยวิธีการ QuEChERS ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต และกลุ่มไพรีทรอยด์ในกระเทียมอบแห้ง หอมแดงอบแห้ง และใบชาแห้ง ที่นำเข้าจากสาธารณรัฐประชาชนจีน เพื่อใช้ตรวจสอบชนิดและปริมาณสารพิษตกค้าง เฝ้าระวัง และติดตามปัญหาสารพิษตกค้างในผลิตผลทางการเกษตรก่อนที่จะอนุญาตให้ผลิตผลทางการเกษตรเหล่านี้ไปจำหน่ายภายในประเทศ เพื่อความปลอดภัยต่อผู้บริโภค

7. วิธีดำเนินการ

7.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1) centrifuge tube ขนาด 15 ml, 50 ml
2) Autopipette ขนาด 20-200 µl, 100-1000 µl, 500-5000 µl
3) เครื่องแก้ว
    3.1) volumetric flask, class A ขนาด 5, 10 ml
    3.2) autosampler vial 1.5 ml
4) เครื่องปั่นย่อย (Food Processer)
5) เครื่องชั่งไฟฟ้า 4 ตำแหน่ง
6) เครื่องชั่งไฟฟ้า 2 ตำแหน่ง
7) เครื่องปั่นเหวี่ยง Centrifuge
8) เครื่อง Nitrogen dryer
9) เครื่อง vortex mixer
10) เครื่อง Freezer Range 0 oC ถึง -20 oC
11) เครื่อง GC-µECD/FPD

7.2 สารเคมี

1) สารมาตรฐานกลุ่ม organophosphate และ pyrethroid มี purity ไม่ต่ำกว่า 80%
2) สารเคมีต่างๆ
    2.1) acetonitrile
    2.2) magnesium sulfate anhydrous
    2.3) sodium chloride

กรมวิชาการเกษตร

2.4) trisodium citrate dihydrate

2.5) sodium hydrogencitrate sesquihydrate

2.6) primary secondary amine

2.7) calcium chloride

2.8) C18 Encapped SEP Bulk Sorbent

2.9) silicic acid

2.10) hexane

2.11) ethyl acetate

7.3 วิธีการ

1) จัดหา สารเคมี สารมาตรฐานชนิด organophosphate และ pyrethroid ตัวทำละลายและสารเคมีที่ใช้ในการสกัด ตัวทำละลายและสารเคมีที่ใช้ในการ clean up

2) เตรียมสารมาตรฐานของวัตถุมีพิษที่ความเข้มข้นต่างๆ เพื่อใช้ปรับสภาวะเครื่อง GC เพื่อใช้เตรียม spiked sample และเพื่อสร้าง calibration curve

3) ปรับสภาวะ เครื่องตรวจวิเคราะห์ GC ที่มีหัวตรวจวัด ECD (สำหรับการตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroid) และ FPD (สำหรับการตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphate) โดยฉีดสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ เพื่อหาช่วงต่ำสุด จนถึงสูงสุดของการวัด โดยปรับ flow rate ของ column, temperature ของ oven และ detector และอื่นๆ ตามความเหมาะสม เพื่อให้มีสัญญาณการตรวจวัดได้ที่ความเข้มข้นของสารมาตรฐานต่ำสุด

4) ตรวจวิเคราะห์ตัวอย่าง sample blank โดยใช้วิธีวิเคราะห์ที่ต้องการตรวจสอบความใช้ได้ ต้องไม่พบสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบ หรือมีสัญญาณการตรวจวัดของสารพิษตกค้างน้อยกว่าระดับ 10 เท่าของ noise

5) ตรวจสอบการปนเปื้อนของสารที่มีสัญญาณการตรวจวัดตรงกับสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบในสารเคมี เครื่องแก้ว อุปกรณ์ต่าง ๆ โดยตรวจวิเคราะห์ solvent blank ตามวิธีทดสอบ ต้องไม่พบสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบ

6) ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โดยทดสอบวิธี วิเคราะห์ ตาม parameter ต่างๆ ดังนี้

6.1) Selectivity ตรวจวิเคราะห์ตัวอย่าง sample blank ต้องไม่พบ peak ที่ตรงกับสารที่ต้องการตรวจวิเคราะห์

6.2) Linearity / range ทดสอบโดยการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนอย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ ประเมินค่า correlation coefficient; r ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง response และความเข้มของสารพิษตกค้าง ($r \geq 0.995$)

6.3) Matrix effect โดยนำข้อมูลที่ได้จากการตรวจวัด standard in matrix และ standard in solvent มาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัญญาณการวัดหรือพื้นที่ใต้พีคบนแกน กับความเข้มข้นของสารใน

กรมวิชาการเกษตร

ตัวอย่างบนแกน x จากนั้นนำความชันจากสมการเส้นตรงของ standard in matrix และความชันจากสมการเส้นตรงของ standard in solvent มาคำนวณหา %ME จากสูตรด้านล่าง

$$\%Me = \frac{X1 - X2}{X2} \times 100$$

โดยที่ X1 = ความชันของ standard in matrix

X2 = ความชันของ standard in solvent

ค่า %ME ของสารทั้งสองมีค่าน้อยกว่า 20% แสดงว่าความชันไม่มีความแตกต่างกัน คือไม่เกิดสิ่งรบกวนจากตัวอย่าง (SANTE, 2019)

6.4) Accuracy ทดสอบโดยการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน อย่างน้อย 3 ความเข้มข้น ความเข้มข้นละอย่างน้อย 5 ซ้ำ ประเมินผลการทดสอบ จาก %Recovery ต้องอยู่ในช่วง 60-120 และ precision %RSD ต้องมีค่า HORRAT< 2

6.5) ประเมินค่า LOQ และ LOD

1) ค่า LOD ทดสอบโดยการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนอย่างน้อย 10 ซ้ำ ประเมินค่า Signal to noise ของสัญญาณตรวจวัดต้องมีค่า S/N ≥ 3

2) ค่า LOQ ทดสอบโดยการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนอย่างน้อย 10 ซ้ำ ประเมินค่า %Recovery, %RSD ประเมินค่า Signal to noise ของสัญญาณตรวจวัดต้องมีค่า S/N ≥ 10

7.4 วิธีวิเคราะห์ กระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) โดยใช้วิธีการวิเคราะห์ QuEChERS Method (Anastassiades et al., 2003) มีวิธีการ ดังนี้

1) นำตัวอย่างกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) มาบดให้ละเอียด จากนั้นนำมาชั่ง ปริมาณตัวอย่างละ 5 g ใส่ใน centrifuge tube ขนาด 50 ml

2) เติมน้ำกลั่น ปริมาตร 10 ml เขย่าด้วยมือให้เข้ากัน แล้วเติม acetonitrile ปริมาตร 10 ml เขย่าด้วยมือให้เข้ากัน

3) เติมตัวสกัดซึ่งประกอบด้วย magnesium sulfate anhydrous 4 g, sodium chloride 1 g, tri-sodium citrate dihydrate 1 g และ sodium hydrogencitrate sesquihydrate 0.5 g จากนั้นเขย่าด้วยมือให้เข้ากัน เป็นเวลา 1 นาที แล้วเขย่าด้วย vortex mixer เป็นเวลา 1 นาที นำไปปั่นเหวี่ยงให้ตกตะกอนที่ความเร็วรอบ 4000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที

4) นำสารละลายใสชั้นบน ปริมาตร 4 ml ไปทำให้บริสุทธิ์ด้วยสารผสม (กระเทียม ประกอบด้วยสาร primary secondary amine 200 mg, calcium chloride 200 mg, C18 encapped SEP Bulk Sorbent 200 mg และ silicic acid 200 mg) (หอมแดง ประกอบด้วยสาร primary secondary amine 200 ml, calcium

กรมวิชาการเกษตร

chloride 200 mg และ C18 encapped SEP Bulk Sorbent 200ml) (ใบชา ประกอบด้วยสาร primary secondary amine 200 mg และ calcium chloride 200 mg) ที่บรรจุใน centrifuge tube ขนาด 15 ml

5) เขย่าด้วย vortex mixer เป็นเวลา 1 นาที แล้วนำไปปั่นเหวี่ยงให้ตกตะกอนที่ความเร็วรอบ 4000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที

6. นำสารละลายใสชั้นบนปริมาตร 1 ml ใส่ในขวด vial แล้วไปทำแห้งด้วยเครื่อง Nitrogen dryer ที่อุณหภูมิ ห้อง

7. ละลายตัวอย่างด้วย hexane (สำหรับสารกลุ่ม pyrethroid) และ ethyl acetate (สำหรับสารกลุ่ม organophosphate) ปริมาตร 0.5 ml แล้วนำไปตรวจวัดปริมาณสารพิษตกค้างของสารแต่ละกลุ่มด้วยเครื่อง Gas Chromatograph ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890N โดยใช้ detector ชนิด μECD (สำหรับสารกลุ่ม pyrethroid) และ detector ชนิด FPD (สำหรับสารกลุ่ม organophosphate)

เวลาและสถานที่

ระยะเวลา ตุลาคม 2562 - กันยายน 2563

สถานที่ทำการทดลอง - งานวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ด่านตรวจพืชเชียงแสน

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

8.1 ปรับสภาวะเครื่องตรวจวิเคราะห์ Gas Chromatograph

โดยฉีดสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ เพื่อหาช่วงต่ำสุด จนถึงสูงสุดของการวัด โดยปรับ flow rate ของ column, temperature ของ oven และ detector และอื่นๆ ตามความเหมาะสม เพื่อให้มีสัญญาณการตรวจวัดได้ที่ความเข้มข้นของสารมาตรฐานต่ำสุด ได้ผลดังนี้

1) ชนิดของ column สำหรับการตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroid และ organophosphate ใช้ column HP-5

2) flow rate ของ column 2.4 ml/min

3) temperature ของ oven โดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 95 °C จากนั้นเพิ่มขึ้น 20 °C/min จนถึง 160 °C Hold ไว้เป็นเวลา 3 นาที จากนั้น เพิ่มขึ้น 20 °C/min จนถึง 180 °C hold ไว้เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเพิ่มขึ้น 80 °C/min จนถึง 280 °C hold ไว้เป็นเวลา 10 นาที แล้ว post run 280 °C เป็นเวลา 2 นาที

ฉีดสารมาตรฐาน pyrethroid โดยใช้ column HP-5 ทั้งหมด 7 ความเข้มข้น ดังนี้ 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.5 และ 10. ppm สำหรับสารมาตรฐาน organophosphate ใช้ column HP-5 ทั้งหมด 8 ความเข้มข้น ดังนี้ 0.01, 0.02, 0.03, 0.05, 0.1, 0.5, 1.0 และ 2.0 μg/ml เพื่อใช้ทำกราฟมาตรฐาน

สำหรับการศึกษาค่าต่ำสุดที่เครื่องสามารถตรวจวิเคราะห์ได้ ที่มีสัญญาณการตรวจวัด 3 เท่าของ noise และ 10 เท่าของ noise ของสารกลุ่ม pyrethroid มีความเข้มข้นดังนี้ 0.00005, 0.0001, 0.00025, 0.00035, 0.0005, 0.00075, 0.001, 0.0025, 0.005 μg/ml ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ พบว่าความไววิเคราะห์ของ

กรมวิชาการเกษตร

เครื่องสามารถอ่านค่าต่ำสุดได้ตามตารางที่ 1 สำหรับการศึกษาสารกลุ่ม organophosphate มีความเข้มข้นดังนี้ 0.005, 0.01, 0.02, 0.03, 0.04, 0.05, 0.08, 0.1 และ 0.25 µg/ml ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ พบว่าความไววิเคราะห์ของเครื่องสามารถอ่านค่าได้ต่ำสุดตามตารางที่ 2

ตารางที่ 1 ความเข้มข้นของสารมาตรฐาน (µg/ml) กลุ่ม pyrethroid ที่มีสัญญาณการตรวจวัด 3 เท่าของ noise และ 10 เท่าของ noise โดยตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-µECD

สารมาตรฐาน	3 S/N	10 S/N
bifenthrin	0.00005	0.00025
cyfluthrin	0.00035	0.0025
cypermethrin	0.00035	0.0025
deltamethrin	0.0005	0.001
fenvalerate	0.00035	0.00075
lambda-cyhalothrin	0.0001	0.00025
permethrin	0.00035	0.001

ตารางที่ 2 ความเข้มข้นของสารมาตรฐาน (µg/ml) กลุ่ม organophosphate ที่มีสัญญาณการตรวจวัด 3 เท่าของ noise และ 10 เท่าของ noise โดยตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-FPD

สารมาตรฐาน	3 S/N	10 S/N
azinphos-ethyl	0.03	0.08
chlorpyrifos	0.005	0.02
diazinon	0.02	0.05
dichlorvos	0.01	0.03
dicrotophos	0.1	0.25
dimethoate	0.02	0.05
EPN	0.02	0.05
ethion	0.005	0.02
fenitrothion	0.01	0.02
malathion	0.01	0.03
methamidophos	0.03	0.08
methidathion	0.01	0.05
mevinphos	0.02	0.05
monocrotophos	0.1	0.25
omethoate	0.1	0.25
parathion-ethyl	0.01	0.02
parathion-methyl	0.01	0.03

กรมวิชาการเกษตร

phosalone	0.02	0.05
pirimiphos-ethyl	0.005	0.02
pirimiphos-methyl	0.005	0.02
profenofos	0.01	0.03
prothiophos	0.005	0.03
triazophos	0.02	0.05

8.2 ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ QuEChERS Method (Anastassiades et al., 2003) ในตัวอย่างกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) มีผลดังนี้

8.2.1 Selectivity

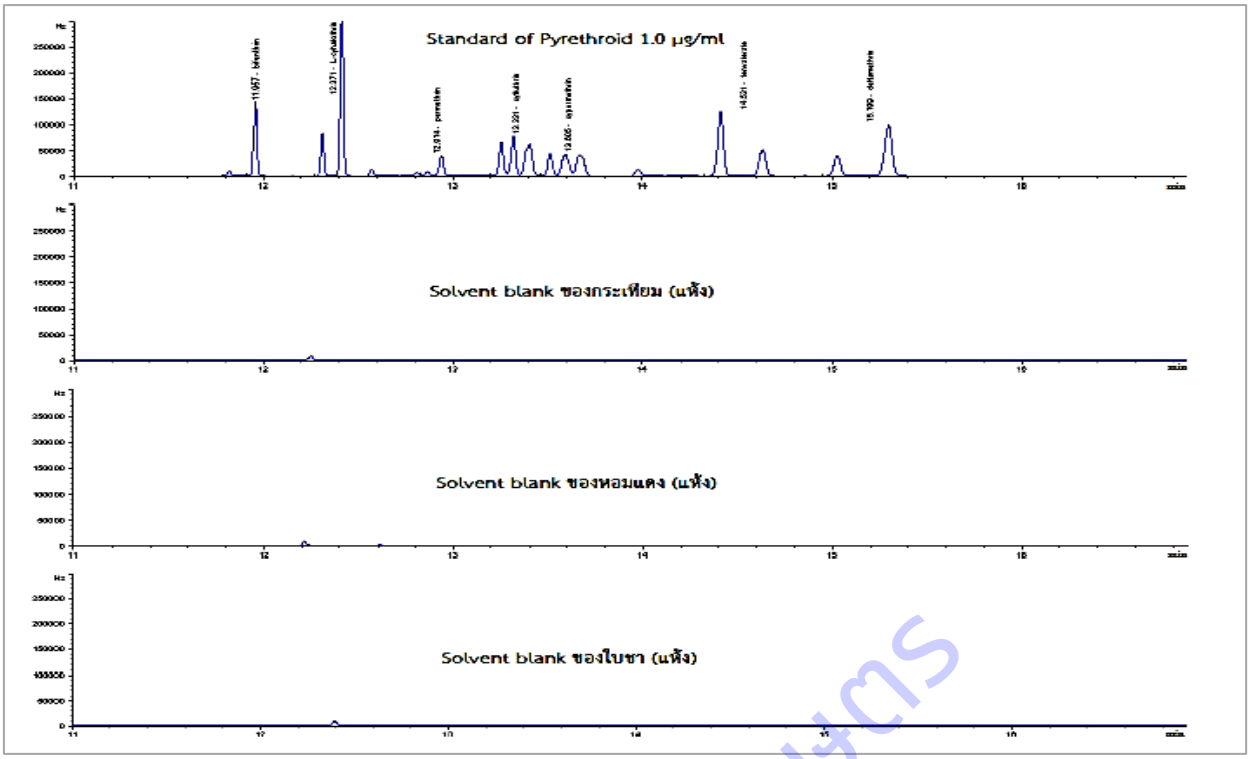
การตรวจสอบการปนเปื้อนของสารที่มีสัญญาณการตรวจวัดตรงกับสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบในสารเคมี เครื่องแก้ว อุปกรณ์ต่างๆ พบว่า solvent blank ตรวจไม่พบสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบ แสดงดังภาพที่ 1 สำหรับสารกลุ่ม pyrethroid และภาพที่ 2 สำหรับสารกลุ่ม organophosphate

ตรวจวิเคราะห์ sample blank ตัวอย่างกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) ตรวจไม่พบสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบ และมีสัญญาณการตรวจวัดของสารพิษตกค้างน้อยกว่าระดับ 10 เท่าของ noise ผลการตรวจวิเคราะห์ แสดงดังภาพที่ 3 สำหรับสารกลุ่ม pyrethroid และภาพที่ 4 สำหรับสารกลุ่ม organophosphate สรุป selectivity ของวิธีวิเคราะห์ได้ดังนี้

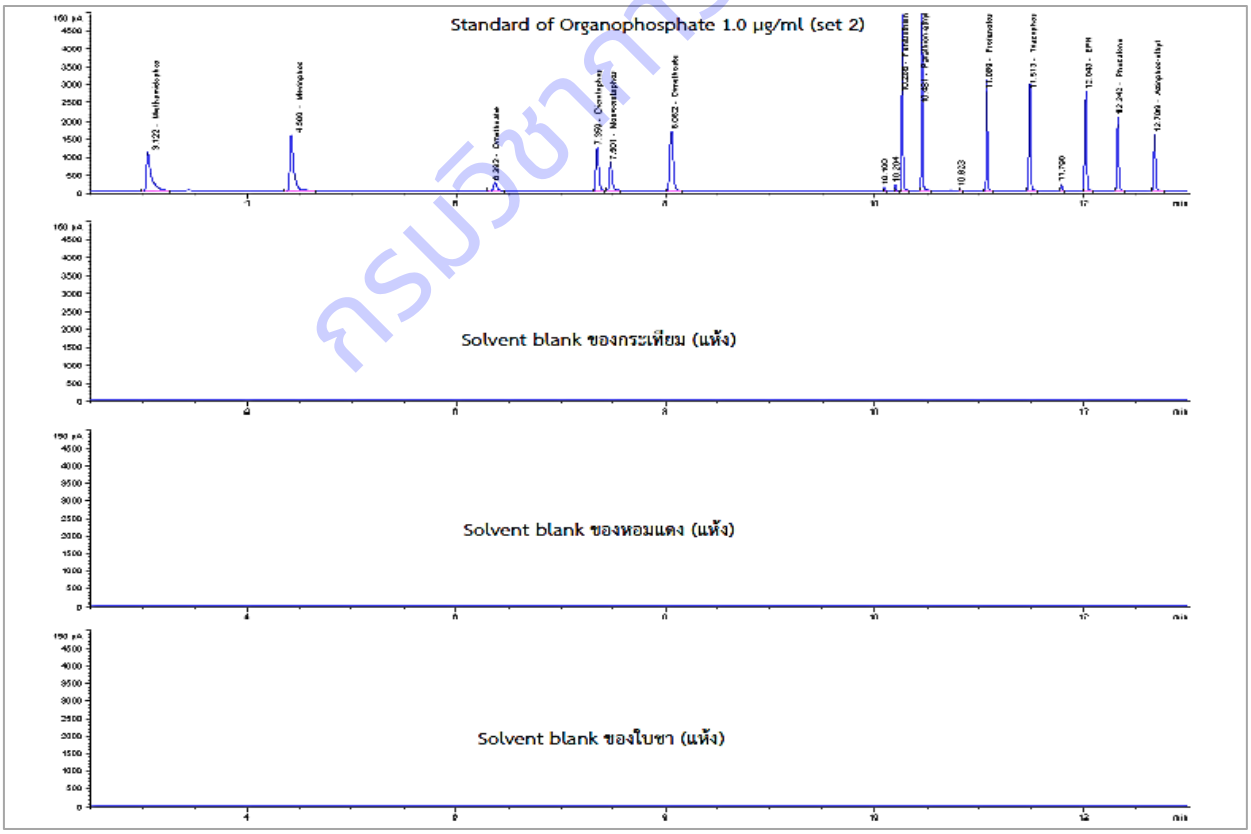
1) ตัวอย่างกระเทียม (แห้ง) สามารถวิเคราะห์ สารกลุ่ม pyrethroid ได้ 7 ชนิด คือ bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda-cyhalothrin และ permethrin และสารกลุ่ม organophosphate สามารถวิเคราะห์ 11 ชนิด คือ diazinon, dimethoate, EPN, ethion, fenitrothion, methidathion, parathion-methyl, phosalone, profenofos, prothiophos และ triazophos สำหรับสาร azinphos-ethyl, chlorpyrifos, dichlorvos, dicrotophos, malathion, methamidophos, mevinphos, monocrotophos, omethoate, parathion-ethyl, pirimiphos-ethyl และ pirimiphos-methyl ไม่สามารถวิเคราะห์ได้ เนื่องจากมี matrix รบกวนตรงกับตำแหน่งสารดังกล่าว

2) ตัวอย่างหอมแดง (แห้ง) และ ตัวอย่างใบชา (แห้ง) ไม่พบสัญญาณรบกวนตรงกับสารที่ต้องการตรวจวิเคราะห์ สามารถวิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroid ได้ 7 ชนิด และสารกลุ่ม organophosphate สามารถวิเคราะห์ 23 ชนิด

กรมวิทยาศาสตร์

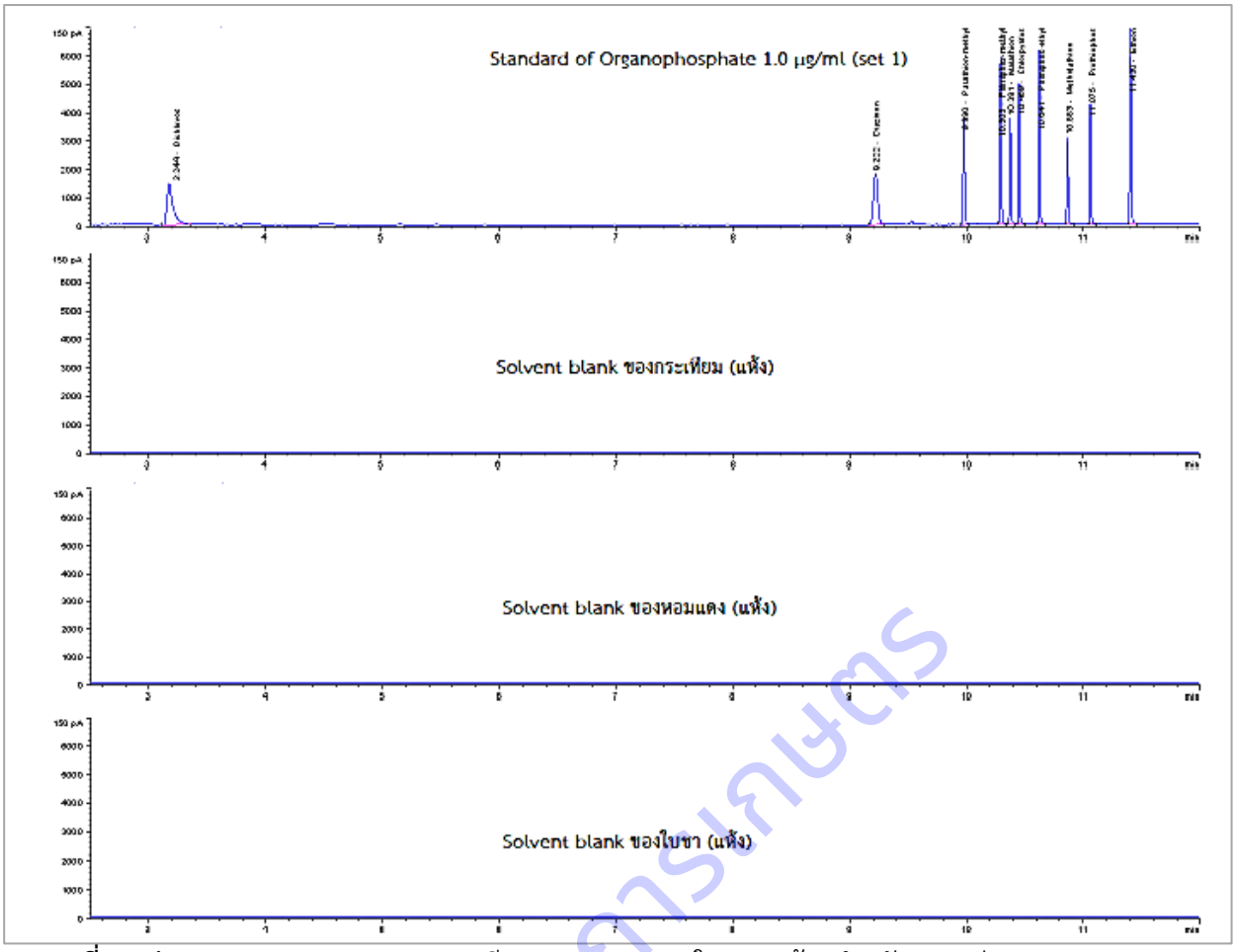


ภาพที่ 1 solvent blank ของกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) สำหรับสารกลุ่ม pyrethroid

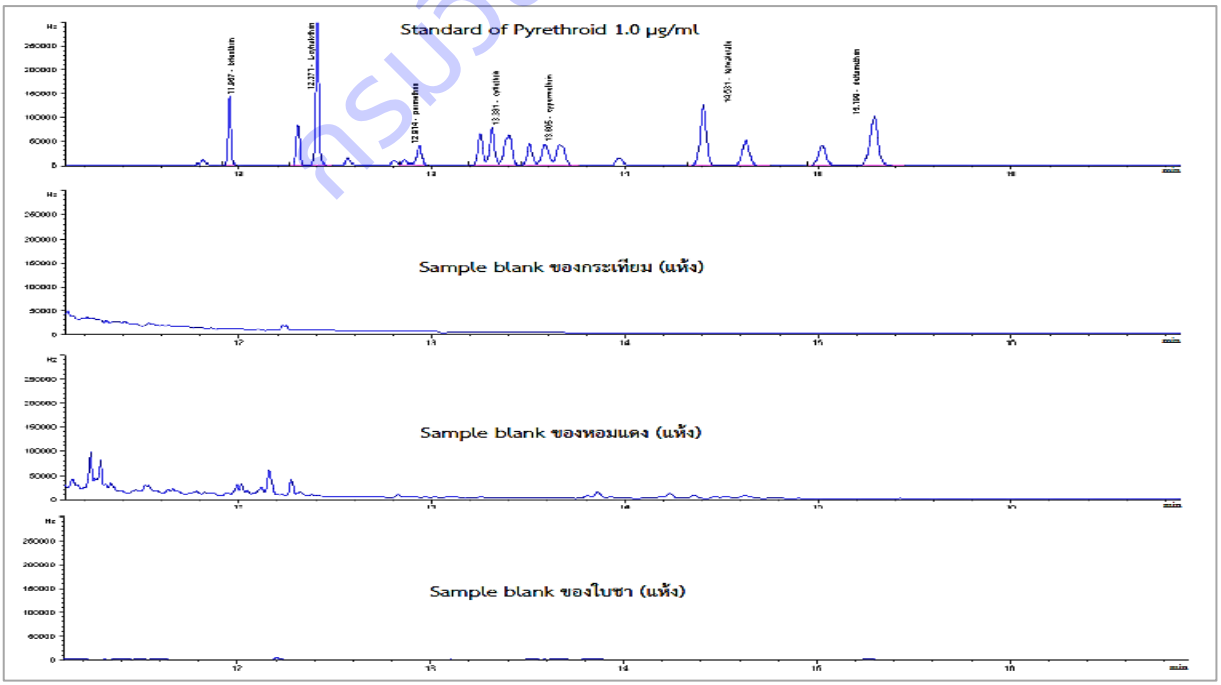


ภาพที่ 2 solvent blank ของกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) สำหรับสารกลุ่ม organophosphate

กรมวิชาการเกษตร

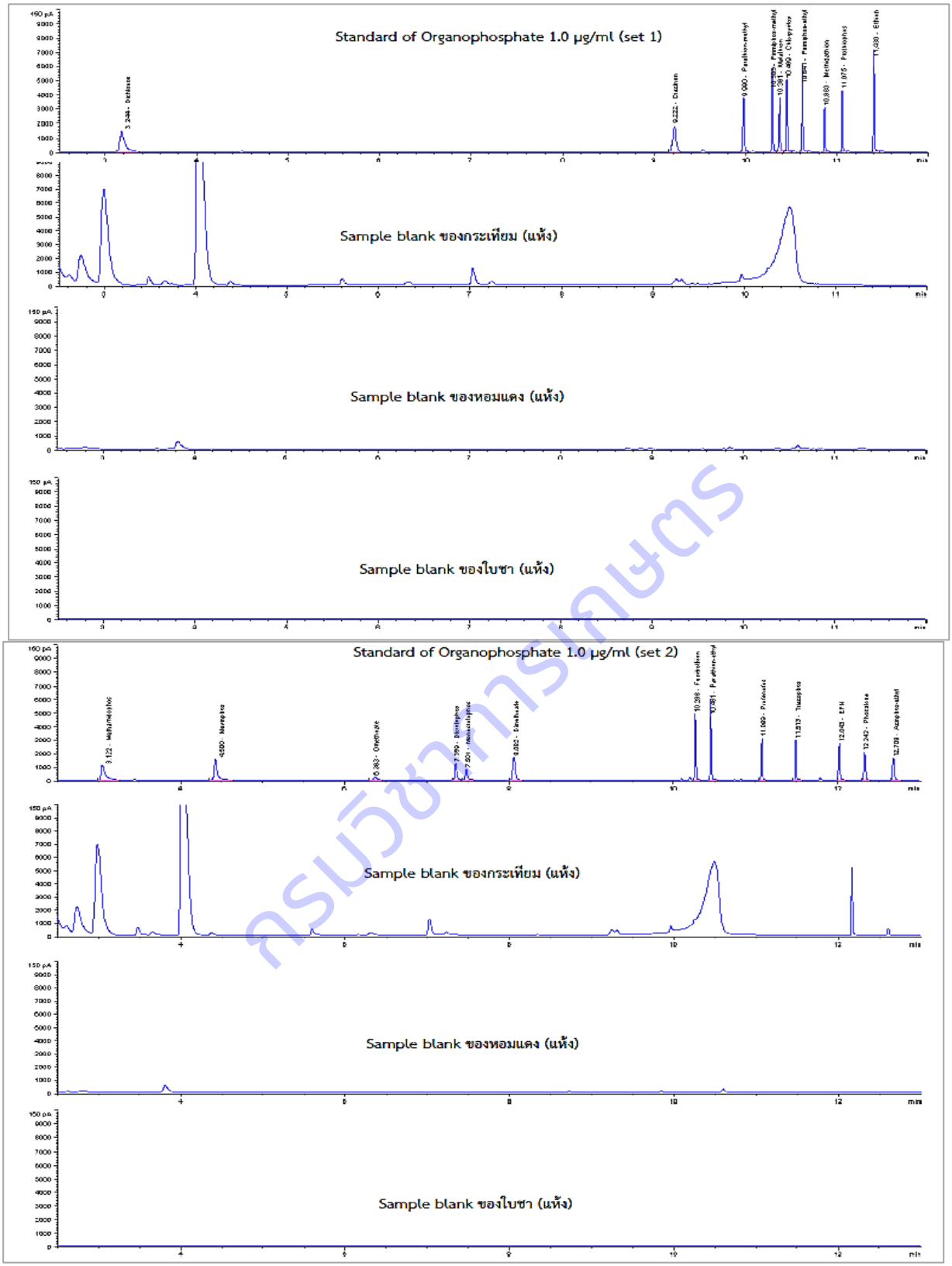


ภาพที่ 2 (ต่อ) solvent **blank** ของกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) สำหรับสารกลุ่ม organophosphate



ภาพที่ 3 sample blank ของกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) สำหรับสารกลุ่ม pyrethroid

กรมวิชาการเกษตร



ภาพที่ 4 sample blank ของกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) สำหรับสารกลุ่ม organophosphate

กรมวิชาการเกษตร

8.2.2 Linearity/range

การศึกษา linearity/range ของสารกลุ่ม pyrethroid ในกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) พบว่าชนิดของสารในกลุ่ม pyrethroid ส่วนใหญ่มี linearity/range อยู่ในช่วง 0.01-1.0 µg/g ยกเว้นสารcyfluthrin cypermethrin ในกระเทียม และสารcypermethrin fenvalerate ในหอมแดง ที่อยู่ในช่วง 0.02-1.0 µg/g โดยมีค่า correlation coefficient; r ของการทดสอบอยู่ระหว่าง 0.99765-0.99984 ซึ่งเป็นไปตามเกณฑ์กำหนด คือ $r \geq 0.995$ แสดงตามตารางที่ 3

การศึกษา linearity/range ของสารกลุ่ม organophosphate ในกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) พบว่าชนิดของสารในกลุ่ม organophosphate ส่วนใหญ่มี Linearity/range อยู่ในช่วง 0.05-2.0 µg/g ยกเว้นสาร ethion ในกระเทียม สารchlorpyrifos ethion fenitrothion parathion-ethyl pirimiphos-ethyl pirimiphos-methyl ในหอมแดง และสารchlorpyrifos ethion fenitrothion parathion-ethyl pirimiphos-ethyl ในใบชา ที่อยู่ในช่วง 0.02-2.0 µg/g ส่วนสาร malathion parathion-methyl profenofos prothiophos ในหอมแดง และสาร malathion parathion-methyl pirimiphos-methyl prothiophos ในใบชา จะอยู่ในช่วง 0.03-2.0 µg/g โดยมีค่า correlation coefficient; r ของการทดสอบอยู่ระหว่าง 0.99773-0.99997 ซึ่งเป็นไปตามเกณฑ์กำหนด คือ $r \geq 0.995$ แสดงตามตารางที่ 4

ตารางที่ 3 Linearity/range (µg/g) ของสารกลุ่ม pyrethroid ในกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง)

สารมาตรฐาน	กระเทียม		หอมแดง		ใบชา	
	Linearity/ Range (µg/g)	correlation coefficient; r	Linearity/ range (µg/g)	correlation coefficient; r	Linearity/ range (µg/g)	correlation coefficient; r
bifenthrin	0.01-1.0	0.99971	**0.01-1.0**	**0.99806**	**0.01-1.0**	**0.99984**
cyfluthrin	0.02-1.0	0.99969	**0.01-1.0**	**0.99905**	**0.01-1.0**	**0.99974**
cypermethrin	0.02-1.0	0.99889	**0.02-1.0**	**0.99891**	**0.01-1.0**	**0.99962**
deltamethrin	0.01-1.0	0.99942	**0.01-1.0**	**0.99942**	**0.01-1.0**	**0.99969**
fenvalerate	0.01-1.0	0.99977	**0.02-1.0**	**0.99827**	**0.01-1.0**	**0.99925**
lambda-cyhalothrin	0.01-1.0	0.99977	**0.01-1.0**	**0.99873**	**0.01-1.0**	**0.99967**
permethrin	0.01-1.0	0.99765	**0.02-1.0**	**0.99939**	**0.01-1.0**	**0.99915**

กรมวิชาการเกษตร

ตารางที่ 4 Linearity/range (µg/g) ของสารกลุ่ม organophosphate ในกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง)

สารมาตรฐาน	กระเทียม		หอมแดง		ใบชา	
	Linearity/ range (µg/g)	correlation coefficient; r	Linearity/ range (µg/g)	correlation coefficient; r	Linearity/ range (µg/g)	correlation coefficient; r
chlorpyrifos			0.02-2.0	0.99996	0.02-2.0	0.99982
diazinon	0.05-2.0	0.99992	0.05-2.0	0.99995		
dichlorvos			0.05-2.0	0.99993	0.05-2.0	0.99965
dimethoate	0.05-2.0	0.99773				
EPN	0.05-2.0	0.99921	0.05-2.0	0.99955	0.05-2.0	0.99865
ethion	0.02-2.0	0.99990	0.02-2.0	0.99995	0.02-2.0	0.99983
fenitrothion	0.05-2.0	0.99897	0.02-2.0	0.99987	0.02-2.0	0.99913
malathion			0.03-2.0	0.99991	0.03-2.0	0.99967
methidathion	0.05-2.0	0.99940	0.05-2.0	0.99993		
mevinphos			0.05-2.0	0.99963	0.05-2.0	0.99937
parathion-ethyl			0.02-2.0	0.99985	0.02-2.0	0.99950
parathion-methyl	0.05-2.0	0.99897	0.03-2.0	0.99997	0.03-2.0	0.99951
phosalone	0.05-2.0	0.99894	0.05-2.0	0.99992	0.05-2.0	0.99840
pirimiphos-ethyl			0.02-2.0	0.99985	0.02-2.0	0.99941
pirimiphos-methyl			0.02-2.0	0.99996	0.03-2.0	0.99886
profenofos	0.05-2.0	0.99936	0.03-2.0	0.99989	0.05-2.0	0.99930
prothiophos	0.05-2.0	0.99987	0.03-2.0	0.99993	0.03-2.0	0.99978
triazophos	0.05-2.0	0.99954	0.05-2.0	0.99995	0.05-2.0	0.99908

กรมวิชาการเกษตร

8.2.3 Matrix effect

การศึกษาค่า matrix effect ของสารกลุ่ม pyrethroid และสารกลุ่ม organophosphate พบว่า ในกระเทียม (แห้ง) สาร cyfluthrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda-cyhalothrin, dimethoate, methidathion parathion-methyl, profenofos และ triazophos มีค่า %ME มากกว่า 20% ส่วนหอมแดง (แห้ง) สาร cyfluthrin deltamethrin fenvalerate methidathion mevinphos parathion-methyl และ triazophos มีค่า %ME มากกว่า 20% สำหรับใบชา (แห้ง) สาร bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda-cyhalothrin, permethrin, dichlorvos, malathion, pirimiphos-methyl และ profenofos มีค่า %ME มากกว่า 20% แสดงว่าทั้งกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) เกิดสิ่งรบกวนจากตัวอย่าง ดังนั้น จึงใช้ matrix matched calibration standards ในการตรวจหาปริมาณสารพิษตกค้างของสารกลุ่ม pyrethroid และ organophosphate แสดงดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 การศึกษาค่า %ME ของสารกลุ่ม pyrethroid และ organophosphate ในกระเทียม หอมแดง และ ใบชา (แห้ง)

สารมาตรฐาน	กระเทียม			หอมแดง			ใบชา		
	(X1)	(X2)	%ME	(X1)	(X2)	%ME	(X1)	(X2)	%ME
pyrethroid									
bifenthrin	173380.48	183448.01	-5.49	129341.19	150575.65	-14.10	186959.02	151645.11	23.29
cyfluthrin	565871.61	449198.49	25.97	421807.49	339984.77	24.07	590875.48	380416.42	55.32
cypermethrin	97717.64	82697.25	18.16	73821.90	66564.79	10.90	105968.99	73030.97	45.10
deltamethrin	584000.80	421303.57	38.62	390865.24	227143.24	72.08	580494.29	358708.79	61.83
fenvalerate	533007.15	300750.80	77.23	292167.52	227728.49	28.30	536438.25	352699.75	52.09
lambda-cyhalothrin	581243.03	476560.28	21.97	399513.06	334613.08	19.40	610022.72	478258.14	27.55
permethrin	82205.51	81022.24	1.46	52148.68	58935.69	-11.52	86094.41	71105.82	21.08
organophosphate									
chlorpyrifos				3909.37	3836.67	1.89	4014.88	3750.18	7.06
diazinon	4284.19	4396.92	-2.56	4509.32	4486.04	0.52			
dichlorvos				6079.90	5088.90	19.47	6214.38	4882.38	27.28
dimethoate	3558.82	2770.24	28.47						
EPN	3410.36	2880.11	18.41	3167.44	2952.68	7.27	4128.35	3562.95	15.87
ethion	6300.53	5940.12	6.07	6455.84	6276.61	2.86	6508.58	6194.63	5.07
fenitrothion	3663.80	3745.08	-2.17	4263.77	4332.74	-1.59	5020.38	4745.83	5.79
malathion				3580.07	3225.86	10.98	3370.42	2668.60	26.30
methidathion	2741.87	1894.02	44.76	3917.33	3007.40	30.26			
mevinphos				5948.30	4323.45	37.58	5265.33	4450.04	18.32
parathion-ethyl				4602.49	4546.30	1.24	5771.78	5073.99	13.75
parathion-methyl	3777.41	3122.56	20.97	4772.13	3872.30	23.24	4853.05	4370.61	11.04
phosalone	2518.80	2120.08	18.81	3061.23	2800.59	9.31	2906.10	2579.24	12.67
pirimiphos-ethyl				4271.26	4410.21	-3.15	3499.98	4229.89	-17.26
pirimiphos-methyl				5099.43	5057.99	0.82	3798.50	4869.18	-21.99
profenofos	2612.32	1619.58	61.30	2980.43	2662.03	11.96	3416.57	2631.50	29.83
prothiophos	3440.93	3371.24	2.07	3482.22	3460.53	0.63	3576.05	3355.88	6.56
triazophos	3885.67	2938.48	32.23	3976.24	3121.63	27.38	3650.76	3471.94	5.15

หมายเหตุ X1 = ความชันของ standard in matrix

X2 = ความชันของ standard in solvent

8.2.4 Accuracy

การศึกษา accuracy ของสารกลุ่ม pyrethroid ในตัวอย่างกระเทียม (แห้ง) โดยศึกษาที่ความเข้มข้น 0.05 0.10 และ 1.0 µg/g ความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ มีค่า% recovery อยู่ในช่วง 90.57-113.49 และ precision มี % RSD ในช่วง 2.15-7.58 โดยมีค่า HORRAT< 2 ส่วนสารกลุ่ม organophosphate ศึกษาที่ความเข้มข้น 0.05 0.50 และ 2.0 µg/g ความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 75.08-116.86 และ precision มี % RSD ในช่วง 0.80-12.25 โดยมีค่า HORRAT< 2 ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับ แสดงดังตารางที่ 6

กรมวิชาการเกษตร

ตารางที่ 6 Accuracy ของสารกลุ่ม pyrethroid และ organophosphate ในกระเทียม (แห้ง)

สารมาตรฐาน	0.05 µg/g			0.50 µg/g			2.0 µg/g		
	%recovery	%RSD	HORRAT	%recovery	%RSD	HORRAT	%recovery	%RSD	HORRAT
pyrethroid									
bifenthrin	94.31	3.42	0.21	94.60	3.12	0.21	100.83	5.29	0.50
cyfluthrin	104.08	5.50	0.33	113.49	2.15	0.14	98.37	4.47	0.42
cypermethrin	108.92	3.19	0.19	108.96	5.44	0.36	90.57	5.12	0.48
deltamethrin	103.30	6.59	0.40	110.95	3.15	0.21	102.46	3.60	0.34
fenvalerate	111.86	3.15	0.19	113.48	3.54	0.24	101.19	3.83	0.36
lambda-cyhalothrin	105.28	4.25	0.26	111.06	3.98	0.27	103.08	7.58	0.72
permethrin	97.07	6.15	0.37	105.44	9.90	0.66	95.74	5.79	0.55
organophosphate									
diazinon	84.29	8.07	0.49	86.56	9.69	0.83	84.98	2.28	0.24
dimethoate	77.91	12.25	0.74	80.91	6.37	0.54	87.58	3.52	0.37
EPN	105.44	1.64	0.10	87.28	0.80	0.07	91.58	1.99	0.21
ethion	101.77	1.79	0.11	88.60	1.62	0.14	91.04	2.06	0.22
fenitrothion	96.09	8.51	0.51	82.90	10.78	0.92	78.43	3.32	0.35
methidathion	100.29	5.22	0.31	75.08	8.96	0.77	81.89	3.60	0.38
parathion-methyl	88.41	6.56	0.39	82.80	10.35	0.88	78.65	3.79	0.40
phosalone	100.43	0.92	0.06	76.89	1.55	0.13	80.01	3.03	0.32
profenofos	82.48	10.30	0.62	87.55	7.34	0.63	90.43	1.12	0.12
prothiophos	78.35	6.19	0.37	87.03	5.46	0.47	89.27	2.66	0.28
triazophos	116.86	1.50	0.09	89.21	1.25	0.11	90.92	2.31	0.24

การศึกษา accuracy ของสารกลุ่ม pyrethroid ในตัวอย่างหอมแดง (แห้ง) โดยศึกษาที่ความเข้มข้น 0.05 0.10 และ 1.0 µg/g ความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 81.21-117.49 และ precision มี %RSD ในช่วง 1.03-10.45 โดยมีค่า HORRAT< 2 ส่วนสารกลุ่ม organophosphate ศึกษาที่ความเข้มข้น 0.05 0.50 และ 2.0 µg/g ความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ มีค่า% recovery อยู่ในช่วง 96.48-118.67 และ precision มี %RSD ในช่วง 0.77-12.69 โดยมีค่า HORRAT< 2 ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับ แสดงดังตารางที่ 7 สำหรับสาร azinphos-ethyl มีค่า% recovery มากกว่า 120 สาร dicrotophos, dimethoate, methamidophos, monocrotophos และ omethoate มีค่า% recovery น้อยกว่า 60 ซึ่งสารเหล่านี้ไม่ผ่านเกณฑ์ที่กำหนดคือ 60-120

กรมวิชาการเกษตร

ตารางที่ 7 Accuracy ของสารกลุ่ม pyrethroid และ organophosphate ในหอมแดง (แห้ง)

สารมาตรฐาน	0.05 µg/g			0.50 µg/g			2.0 µg/g		
	%recovery	%RSD	HORRAT	%recovery	%RSD	HORRAT	%recovery	%RSD	HORRAT
pyrethroid									
bifenthrin	95.32	8.35	0.50	112.87	3.84	0.26	91.70	4.88	0.46
cyfluthrin	115.00	4.54	0.27	104.24	8.87	0.60	103.56	4.55	0.43
cypermethrin	113.10	3.97	0.24	97.06	4.36	0.29	86.78	5.96	0.56
deltamethrin	108.26	4.52	0.27	103.68	6.33	0.43	117.49	2.73	0.26
fenvalerate	81.21	2.43	0.15	88.03	5.64	0.38	109.46	3.88	0.37
lambda-cyhalothrin	116.97	1.03	0.06	93.92	4.42	0.30	90.67	3.05	0.29
permethrin	107.12	8.32	0.50	102.79	10.45	0.70	90.54	5.33	0.50
organophosphate									
chlorpyrifos	114.20	0.80	0.05	106.21	1.89	0.16	102.66	5.97	0.63
diazinon	104.72	2.19	0.13	100.37	1.43	0.12	96.48	8.68	0.91
dichlorvos	110.78	4.24	0.26	108.00	5.14	0.44	97.73	12.69	1.34
EPN	115.19	3.24	0.20	108.02	2.94	0.25	108.35	1.23	0.13
ethion	116.70	0.95	0.06	110.58	1.45	0.12	105.43	8.33	0.88
fenitrothion	117.22	2.02	0.12	117.08	1.51	0.13	115.46	0.77	0.08
malathion	111.80	3.87	0.23	118.00	1.32	0.11	111.24	4.64	0.49
methidathion	116.99	1.50	0.09	118.40	1.12	0.10	111.76	6.30	0.66
mevinphos	113.30	2.71	0.16	97.25	3.82	0.33	97.71	1.28	0.13
parathion-ethyl	118.37	1.20	0.07	117.20	1.08	0.09	116.79	1.06	0.11
parathion-methyl	117.90	1.84	0.11	110.75	1.58	0.13	101.87	8.23	0.87
phosalone	116.45	2.78	0.17	118.07	1.10	0.09	117.62	1.24	0.13
pirimiphos-ethyl	113.43	2.66	0.16	111.52	1.48	0.13	100.35	5.15	0.54
pirimiphos-methyl	116.20	2.32	0.14	105.95	3.83	0.33	104.52	7.67	0.81
profenofos	112.03	5.74	0.35	117.82	1.33	0.11	118.67	0.77	0.08
prothiophos	110.12	4.32	0.26	102.51	1.69	0.14	99.15	8.49	0.89
triazophos	117.71	1.85	0.11	117.40	1.24	0.11	116.50	1.47	0.15

การศึกษา accuracy ของสารกลุ่ม pyrethroid ในตัวอย่างใบชา (แห้ง) โดยศึกษาที่ความเข้มข้น 0.05 0.10 และ 1.0 µg/g ความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ มีค่า %recovery อยู่ในช่วง 73.33-108.95 และ precision มี %RSD ในช่วง 6.03-15.59 โดยมีค่า HORRAT< 2 ส่วนสารกลุ่ม organophosphate ศึกษาที่ความเข้มข้น 0.05 0.50 และ 2.0 µg/g ความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ มีค่า% recovery อยู่ในช่วง 61.43-92.73 และ precision มี %RSD ในช่วง 1.23-9.45 โดยมีค่า HORRAT< 2 ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับ แสดงดังตารางที่ 8 สำหรับสาร azinphos-ethyl, diazinon, dicrotophos, dimethoate, methamidopho,s methidathion, monocrotophos และ omethoate มีค่า %recovery น้อยกว่า 60 ซึ่งสารเหล่านี้ไม่ผ่านเกณฑ์ที่กำหนดคือ 60-120

กรมวิทยาศาสตร์

ตารางที่ 8 Accuracy ของสารกลุ่ม pyrethroid และ organophosphate ในใบชา (แห้ง)

สารมาตรฐาน	0.05 µg/g			0.50 µg/g			2.0 µg/g		
	%recovery	%RSD	HORRAT	%recovery	%RSD	HORRAT	%recovery	%RSD	HORRAT
pyrethroid									
bifenthrin	78.23	10.71	0.65	74.07	6.03	0.40	73.33	6.06	0.57
cyfluthrin	80.12	9.85	0.59	99.84	10.69	0.72	108.95	12.65	1.19
cypermethrin	88.48	10.00	0.60	107.72	6.30	0.42	103.48	15.59	1.47
deltamethrin	89.75	9.44	0.57	108.86	8.74	0.59	107.96	13.88	1.31
fenvalerate	82.48	10.20	0.61	101.91	12.08	0.81	108.04	12.64	1.19
lambda-cyhalothrin	78.03	10.92	0.66	96.31	12.93	0.87	104.63	7.45	0.70
permethrin	92.50	6.86	0.41	105.41	10.82	0.73	95.68	6.42	0.61
organophosphate									
chlorpyrifos	80.39	8.21	0.49	70.83	2.76	0.24	85.47	4.00	0.42
dichlorvos	78.37	5.09	0.31	76.97	4.40	0.38	83.46	4.93	0.52
EPN	85.90	5.30	0.32	69.89	5.11	0.44	77.07	6.06	0.64
ethion	86.80	5.24	0.32	73.16	2.22	0.19	86.89	4.17	0.44
fenitrothion	78.69	6.89	0.41	78.73	3.77	0.32	80.16	5.37	0.57
malathion	92.73	7.45	0.45	71.32	4.00	0.34	81.94	4.58	0.48
mevinphos	80.18	8.84	0.53	65.60	2.26	0.19	63.43	2.86	0.30
parathion-ethyl	78.58	6.46	0.39	85.10	5.27	0.45	88.56	6.52	0.69
parathion-methyl	79.84	9.45	0.57	67.25	3.64	0.31	73.64	5.34	0.56
phosalone	89.69	8.99	0.54	62.93	3.18	0.27	68.00	6.83	0.72
pirimiphos-ethyl	80.42	6.51	0.39	69.12	6.03	0.52	73.83	6.41	0.67
pirimiphos-methyl	77.77	6.61	0.40	62.98	7.41	0.63	63.63	5.31	0.56
profenofos	84.20	7.81	0.47	76.40	3.65	0.31	82.55	6.65	0.70
prothiophos	74.79	2.91	0.18	61.43	1.23	0.11	78.70	4.17	0.44
triazophos	88.45	5.67	0.34	62.08	1.91	0.16	64.49	3.11	0.33

กรมวิทยาศาสตร์

8.2.5 LOD และ LOQ

การศึกษากระเทียม (แห้ง) พบว่าสารกลุ่ม pyrethroid มี LOD อยู่ที่ 0.005 µg/g และ LOQ อยู่ในช่วง 0.01-0.02 µg/g มีร้อยละการได้กลับคืนในช่วง 95.65-114.02 และ %RSD ≤ 9.37 ส่วนสารกลุ่ม organophosphate มี LOD อยู่ในช่วง 0.005-0.03 µg/g และ LOQ อยู่ในช่วง 0.02-0.05 µg/g มีร้อยละการได้กลับคืนในช่วง 86.72-101.08 และ %RSD ≤ 11.25 สำหรับหอมแดง (แห้ง) พบว่าสารกลุ่ม pyrethroid มี LOD อยู่ในช่วง 0.005-0.01 µg/g และ LOQ อยู่ในช่วง 0.01-0.02 µg/g มีร้อยละการได้กลับคืนในช่วง 80.98-105.87 และ %RSD ≤ 10.90 ส่วนสารกลุ่ม organophosphate มี LOD อยู่ในช่วง 0.005-0.02 µg/g และ LOQ อยู่ในช่วง 0.02-0.05 µg/g มีร้อยละการได้กลับคืนในช่วง 79.99-118.09 และ %RSD ≤ 6.78 ส่วนใบชา (แห้ง) พบว่าสารกลุ่ม pyrethroid มี LOD อยู่ที่ 0.005 µg/g และ LOQ อยู่ที่ 0.01µg/g มีร้อยละการได้กลับคืนในช่วง

80.25-116.98 และ %RSD ≤ 10.29 ส่วนสารกลุ่ม organophosphate มี LOD อยู่ในช่วง 0.005-0.02 µg/g และ LOQ อยู่ในช่วง 0.02-0.05 µg/g มีร้อยละการได้กลับคืนในช่วง 81.16-117.56 และ %RSD ≤ 7.89 แสดงดังตารางที่ 9

ตารางที่ 9 LOD และ LOQ ของสารกลุ่ม pyrethroid และ organophosphate ในกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง)

สารมาตรฐาน	กระเทียม				หอมแดง				ใบชา			
	LOD (µg/g)	LOQ (µg/g)			LOD (µg/g)	LOQ (µg/g)			LOD (µg/g)	LOQ (µg/g)		
	S/N ≥ 3	S/N ≥ 10	%Rec.	%RSD	S/N ≥ 3	S/N ≥ 10	%Rec.	%RSD	S/N ≥ 3	S/N ≥ 10	%Rec.	%RSD
Pyrethroid												
bifenthrin	0.005	0.01	103.26	10.90	0.005	0.01	80.98	6.22	0.005	0.01	80.25	4.09
cyfluthrin	0.005	0.02	100.28	4.81	0.005	0.01	111.22	5.54	0.005	0.01	112.12	3.78
cypermethrin	0.005	0.02	95.65	3.24	0.005	0.02	91.33	9.37	0.005	0.01	103.13	10.29
deltamethrin	0.005	0.01	100.90	6.02	0.005	0.01	110.05	5.74	0.005	0.01	95.83	9.38
fenvalerate	0.005	0.01	105.87	6.69	0.01	0.02	81.79	3.78	0.005	0.01	116.98	1.33
lambda-cyhalothrin	0.005	0.01	102.54	3.87	0.005	0.01	114.02	3.77	0.005	0.01	103.54	5.57
permethrin	0.005	0.01	102.28	7.22	0.01	0.02	105.23	8.92	0.005	0.01	91.44	9.85
Organophosphate												
chlorpyrifos					0.005	0.02	82.56	2.97	0.005	0.02	110.52	3.04
diazinon	0.02	0.05	88.91	3.69	0.02	0.05	102.42	1.22				
dichlorvos					0.01	0.05	103.80	3.43	0.01	0.05	106.71	3.36
dimethoate	0.03	0.05	98.21	8.29								
EPN	0.02	0.05	87.04	3.53	0.02	0.05	85.41	3.04	0.02	0.05	90.50	2.60
ethion	0.005	0.02	91.34	2.85	0.005	0.02	89.59	1.94	0.005	0.02	117.56	1.30
fenitrothion	0.03	0.05	93.38	11.25	0.01	0.02	93.86	3.62	0.01	0.02	101.70	2.88
malathion					0.01	0.03	98.07	2.21	0.01	0.03	116.23	2.37
methidathion	0.01	0.05	101.1	4.28	0.01	0.05	85.67	1.57				
mevinphos					0.02	0.05	91.91	4.53	0.02	0.05	105.65	6.04
parathion-ethyl					0.01	0.02	118.09	1.80	0.01	0.02	82.36	7.89
parathion-methyl	0.01	0.05	95.91	8.02	0.01	0.03	90.52	6.78	0.01	0.03	117.08	2.04
phosalone	0.02	0.05	98.89	5.86	0.02	0.05	79.99	1.63	0.02	0.05	90.07	4.07
pirimiphos-ethyl					0.005	0.02	112.85	5.49	0.005	0.02	117.05	1.80
pirimiphos-methyl					0.005	0.02	98.70	2.59	0.01	0.03	116.67	2.94
profenofos	0.02	0.05	87.44	7.45	0.01	0.03	92.18	1.41	0.02	0.05	81.16	4.00
prothiophos	0.01	0.05	91.70	2.63	0.005	0.03	97.14	1.59	0.005	0.03	96.57	2.14
triazophos	0.02	0.05	86.72	8.46	0.02	0.05	82.76	1.70	0.02	0.05	95.32	3.19

กรมวิทยาศาสตร์

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ :

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphate และ pyrethroid โดยวิธี QuEChERS Method (Anastassiades et al., 2003) ในกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง)

1) กระเทียม (แห้ง)

1.1) สารกลุ่ม organophosphate สามารถวิเคราะห์ได้ 11 ชนิด ได้แก่ diazinon, dimethoate, EPN, ethion, fenitrothion, methidathion, parathion-methyl, phosalone, profenofos, prothiophos และ triazophos พบว่า Linearity/range ส่วนใหญ่อยู่ในช่วง 0.05-2.0 µg/g ยกเว้นสาร ethion อยู่ในช่วง 0.02-2.0 µg/g ค่า LOD ของสาร ethion เท่ากับ 0.005 µg/g สาร methidathion, parathion-methyl และ prothiophos เท่ากับ 0.01 µg/g สาร diazinon, EPN, phosalone, profenofos และ triazophos เท่ากับ 0.02 µg/g ส่วนสาร dimethoate และ fenitrothion เท่ากับ 0.03 µg/g ค่า LOQ ของทุกสาร เท่ากับ 0.05 µg/g ค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.50 และ 2.0 µg/g พบว่า มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 75.08-116.86 และprecision มี %RSD ในช่วง 0.80-12.25 โดยมีค่า HORRAT< 2

1.2) สารกลุ่ม pyrethroid สามารถวิเคราะห์ได้ 7 ชนิดสาร คือ bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda-cyhalothrin และ permethrin พบว่า Linearity/range ส่วนใหญ่อยู่ในช่วง 0.01-1.0 µg/g ยกเว้นสาร cypermethrin อยู่ในช่วง 0.02-1.0 µg/g ค่า LOD เท่ากับ 0.005 µg/g ค่า LOQ เท่ากับ 0.01 µg/g ยกเว้นสาร cyfluthrin และ cypermethrin เท่ากับ 0.02 µg/g ค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.50 และ 1.0 µg/g พบว่า มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 90.57-113.49และprecision มี %RSD ในช่วง 2.15-7.58 โดยมีค่า HORRAT< 2

สำหรับตัวอย่างกระเทียม (แห้ง) มี matrix รบกวนสัญญาณวิเคราะห์ค่อนข้างมาก ควรศึกษาสารเคมีที่ใช้ในการ clean up ตัวอย่างเพิ่มเติมเพื่อลดปัญหาที่เกิดขึ้น ซึ่งจะช่วยให้วิเคราะห์สารได้หลากหลายชนิดมากขึ้น

2) หอมแดง (แห้ง)

2.1) สารกลุ่ม organophosphate สามารถวิเคราะห์ได้ 17 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, diazinon, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, methidathion, mevinphos, parathion-ethyl, parathion-methyl, phosalone, pirimiphos-Ethyl, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiophos และ triazophos พบว่า Linearity/range ของสาร chlorpyrifos, ethion, fenitrothion, parathion-Ethyl, pirimiphos-ethyl และ pirimiphos-methyl อยู่ในช่วง 0.02-2.0 µg/g สาร malathion, parathion-Methyl, profenofos และprothiophos อยู่ในช่วง 0.03-2.0 µg/g ส่วนสาร diazinon, dichlorvos, EPN, methidathion, mevinphos, phosalone และ triazophos อยู่ในช่วง 0.05-2.0 µg/g ค่า LOD ของสาร chlorpyrifos, ethion, pirimiphos-ethyl, pirimiphos-methyl และ prothiophos เท่ากับ 0.005 µg/g สาร dichlorvos, fenitrothion, malathion, methidathion, parathion-ethyl, parathion-methyl และ profenofos เท่ากับ 0.01 µg/g สำหรับสาร diazinon, EPN, mevinphos, phosalone และ triazophos เท่ากับ 0.02 µg/g ค่า LOQ ของสาร chlorpyrifos, ethion, fenitrothion, parathion-ethyl, pirimiphos-

กรมวิชาการเกษตร

ethyl และ pirimiphos-methyl เท่ากับ 0.02 µg/g สาร malathion, parathion-methyl, profenofos และ prothiophos เท่ากับ 0.03 µg/g ส่วนสาร diazinon, dichlorvos, EPN, methidathion, mevinphos, phosalone และ triazophos เท่ากับ 0.05 µg/g ค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.50 และ 2.0 µg/g พบว่ามีค่า % recovery อยู่ในช่วง 96.48-118.67 และ precision มี %RSD ในช่วง 0.77-12.69 โดยมีค่า HORRAT< 2

2.2) สารกลุ่ม pyrethroid สามารถวิเคราะห์ได้ 7 ชนิดสาร คือ bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda-cyhalothrin และ permethrin พบว่า Linearity/range ส่วนใหญ่อยู่ในช่วง 0.01-1.0 µg/g ยกเว้นสาร cypermethrin, fenvalerate และ permethrin อยู่ในช่วง 0.02-1.0 µg/g ค่า LOD เท่ากับ 0.005 µg/g ยกเว้นสาร fenvalerate และ permethrin เท่ากับ 0.01 µg/g ค่า LOQ เท่ากับ 0.01 µg/g ยกเว้นสาร cypermethrin, fenvalerate และ permethrin เท่ากับ 0.02 µg/g ค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.50 และ 1.0 µg/g พบว่า มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 81.21-117.49และprecision มี %RSD ในช่วง 1.03-10.45 โดยมีค่า HORRAT< 2

3) ใบชา (แห้ง)

3.1) สารกลุ่ม organophosphate สามารถวิเคราะห์ได้ 15 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, dichlorvos, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, mevinphos, parathion-Ethyl, parathion-Methyl, phosalone, pirimiphos-Ethyl, pirimiphos-Methyl, profenofos, prothiophos และ triazophos พบว่า Linearity/range ของสาร chlorpyrifos, ethion, fenitrothion, parathion-ethyl และ pirimiphos-ethyl อยู่ในช่วง 0.02-2.0 µg/g สาร malathion, parathion-methyl, pirimiphos-methyl และprothiophos อยู่ในช่วง 0.03-2.0 µg/g ส่วนสาร dichlorvos, EPN, mevinphos, phosalone, profenofos และ triazophos อยู่ในช่วง 0.05-2.0 µg/g ค่า LOD ของสาร chlorpyrifos, ethion, pirimiphos-ethyl และ prothiophos เท่ากับ 0.005 µg/g สาร dichlorvos, fenitrothion, malathion, parathion-ethyl, parathion-methyl และ pirimiphos-methyl เท่ากับ 0.01 µg/g สำหรับสาร EPN, mevinphos, phosalone, profenofos และ triazophos เท่ากับ 0.02 µg/g ค่า LOQ ของสาร chlorpyrifos, ethion, fenitrothion, parathion-ethyl และ pirimiphos-Ethyl เท่ากับ 0.02 µg/g สาร malathion, parathion-methyl, pirimiphos-methyl และprothiophos เท่ากับ 0.03 µg/g ส่วน dichlorvos, EPN, mevinphos, phosalone, profenofos และ triazophos เท่ากับ 0.05 µg/g ค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.50 และ 2.0 µg/g พบว่า มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 61.43-92.73 และ precision มี %RSD ในช่วง 1.23-9.45 โดยมีค่า HORRAT< 2

3.2) สารกลุ่ม pyrethroid สามารถวิเคราะห์ได้ 7 ชนิดสาร คือ bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda-cyhalothrin และ permethrin พบว่า Linearity/range อยู่ในช่วง 0.01-1.0 µg/g ค่า LOD เท่ากับ 0.005 µg/g ค่า LOQ เท่ากับ 0.01 µg/g ค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.50 และ 1.0 µg/g พบว่า มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 73.33-108.95 และ precision มี %RSD ในช่วง 6.03-15.59 โดยมีค่า HORRAT< 2

กรมวิชาการเกษตร

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์ :

สามารถนำผลงานไปปรับใช้กับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในกระเทียม หอมแดง และใบชา (แห้ง) นำเข้าจากต่างประเทศผ่านด่านตรวจพืชต่างๆ

11. เอกสารอ้างอิง :

กระทรวงสาธารณสุข. 2560. อาหารที่มีสารพิษตกค้าง. ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 134 ตอนพิเศษ 228 ง เลขที่ 387 (18 กันยายน 2560). 8-10

เกษม พลายแก้ว. 2545. สารเคมีกำจัดศัตรูพืชในพืชผัก ผลไม้: ภัยมืดที่มากับความอร่อย. วารสารมหาวิทยาลัยหัวเฉียวเฉลิมพระเกียรติ. 5(10): 77-92.

วัชราพร ศรีสว่างวงศ์, ปริยานุช สายสุพรรณ์ และจารุพงศ์ ประสพสุข. 2552. การตรวจสอบชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างในผักและผลไม้ในพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนบน. รายงานโครงการวิจัย. กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 3 กรมวิชาการเกษตร. 38 หน้า.

สกุลรัตน์ อุษณาวรงค์ และนาถธิดา วีระปรียากูร. 2545. ผลกระทบต่อสุขภาพที่เกิดจากการใช้สารเคมีป้องกันและกำจัดศัตรูพืช. วารสารศูนย์บริการวิชาการ. 10 (3) : 35-39.

สำนักงานมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. 2559. มาตรฐานสินค้าเกษตร (มกษ. 9002-2559) เรื่อง สารพิษตกค้าง: ปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด (PESTICIDE RESIDUES: MAXIMUM RESIDUE LIMITS). ราชกิจจานุเบกษา ฉบับประกาศและงานทั่วไป เล่ม 133 ตอนพิเศษ 288ง (13 ธันวาคม 2559). 61 หน้า

Anastassiades, M., S. J. Lehotay, D. Stajnbaher, and F. J. Schenck. 2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and 'Dispersive Solid-Phase Extraction' for the Determination of Pesticide Residues in Produce. J. AOAC Int., 86(2): 412.

Lehotay, S. J., K. Mastovska, and S. J. Yun. 2005. Evaluation of Two Fast and Easy Methods for Pesticide Residue Analysis in Fatty Food Matrixes. J. AOAC Int., 88 (2): 630.

SANTE/12682. 2019. Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed. (Online) Available: https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/plant/docs/pesticides_mrl_guidelines_wrkdoc_2017-11813.pdf (January 25, 2021).

กรมวิชาการเกษตร