



รายงานโครงการวิจัย

การพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตรให้
ถูกต้อง แม่นยำตามมาตรฐานสากล

Expansion the Efficiency of Pesticide Multi-Residue Analysis to
the International Standard.

พนิดา ไชยยันต์บุรณ์

Panida Chaiyanboon

ปี พ.ศ. 2558

สารบัญ

	หน้า
ชื่อผู้วิจัย	1
บทคัดย่อ	3
บทนำ	5
การทบทวนวรรณกรรม	8
ระเบียบวิธีวิจัย	11
ผลและอภิปรายผล	15
กิจกรรมที่ 1: การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง	15
กิจกรรมย่อยที่ 1.1 : การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในดินและน้ำ	15
กิจกรรมย่อยที่ 1.2 : การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผัก ผลไม้ และ ผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร	22
กิจกรรมที่ 2: การพัฒนาสมรรถนะการให้บริการของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษ ตกค้าง	47
บทสรุปและข้อเสนอแนะ	51
ข้อเสนอแนะของโครงการ	52
บรรณานุกรม	53
ภาคผนวก	56

ชื่อผู้วิจัย

1	กัญญารัตน์ เต็มปิยพล	23	ระนิดา สุขประเสริฐ
2	เกษสิริ ฉันทพิริยะพูน	24	วิสุทธิ เซวงศรี
3	นาตยา จันทรส่อง	25	ศศิมา มั่งนิมิตร
4	ผกาสินี คล้ายมาลา	26	สิริพร เหลืองสุขนกุล
5	พรศิริ สายะพันธ์	27	สุธินี สาลีลัง
6	มณฑาทิพย์ อรุณวรากรณ์	28	สุพัตรี หนูสังข์
7	มลิสา เวชยานนท์	29	จารุพงศ์ ประสพสุข
8	วัชรภาพร ศรีสว่างวงศ์	30	นพดล มะโนเย็น
9	ชนิษฐา วงษ์นิกร	31	บุญทวีศักดิ์ บุญทวี
10	จันทิมา ผลทอง	32	ประกิจ จันทรตีบ
11	จินตนา ภู่มงกุฏชัย	33	ประชาติปต์ย์ พงษ์ภิญโญ
12	จินตนา แสนทวิสุข	34	ปิยะศักดิ์ อรรคบุตร
13	ชนิตา ทองแถม	35	ยงยุทธ ไม้แก้ว
14	ดาวนภา ช่องวารินทร์	36	วิทยา บัวศรี
15	เบญจมาศ ใจแก้ว	37	วิษณุ แจ้งใบ
16	ปฎิมาภรณ์ สังข์น้อย	38	วีระสิงห์ แสงวรรณ
17	ปภัศรา คุณเลิศ	39	สมชาย ฉันทพิริยะพูน
18	ประภัสสรฯ พิมพ์พันธุ์	40	อิทธิพล บังพรม
19	ประไพ หงษา		
20	ปริยานุช สายสุพรรณ		
21	พนิดา ไชยยันต์บุรณ์		
22	ลักขมี เตชานุรักษ์นกุล		

Name

1	Kanyarat Tempiyapol	23	Wanida Sukprasert
2	Kedsiri Chantapiriyapoon	24	Visutti Chawengsri
3	Nattaya Jansong	25	Sasima Mungnimitr
4	Pakasinee Klaimala	26	Siriporn Luengsuchonkul
5	Phonsiri Sayaphan	27	Sutinee Saleelung
6	Montatip Aroonwarakorn	28	Supattri Noosang
7	MalisaWetchayanon	29	Jarupong Prasopsuk
8	Watcharaporn Srisawangwong	30	Noppadon Manoyen
9	Kanittha Wongnikorn	31	Boonthaweesak
10	Jantima Phonkong	32	Prakit Chuntib
11	Jintana Poomongkutchai	33	Prachathipat Pongpinyo
12	Jintana Santaweesook	34	Piyasak Akcaboot
13	Chanita Thongsam	35	Yongyuth Phaikaew
14	Daonapha Chongwarin	36	Wittaya Buasri
15	Benjamard Jaikaew	37	Wisanu Jangbai
16	Patimaporn Sungnoi	38	Weerasing Seangwan
17	Paphatsara Khunlert	39	Somchai Chantapiriyapoon
18	Prapassara Pimpan	40	Itthipon Bongprom
19	Prapai Hongha		
20	Pariyanuch Saysuphan		
21	Panida Chaiyanboon		
22	Laksamee Dachanuraknukul		

บทคัดย่อ

โครงการวิจัย เรื่อง การพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตรให้ถูกต้องแม่นยำตามมาตรฐานสากล มี 2 กิจกรรมได้แก่ กิจกรรมที่ 1 : การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง และกิจกรรมที่ 2 : การพัฒนาสมรรถนะการให้บริการของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง การดำเนินงานของกิจกรรมที่ 1 กิจกรรมที่ 1.1 : การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารตกค้างในดินและน้ำ มีดังนี้ ศึกษาวิธีการตรวจวิเคราะห์ในตัวอย่างน้ำ ศึกษาสารกลุ่ม organophosphorus, organochlorine carbamate, pyrethroid, benzimidazole และ 2,4-D ส่วนวิธีการตรวจวิเคราะห์ในตัวอย่างดิน ศึกษาสารกลุ่ม organophosphorus, organochlorine และ pyrethroid, glyphosate, 2,4-D และ phenylurea ส่วนการดำเนินงานกิจกรรมที่ 1.2 : การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผักและผลไม้ แบ่งเป็น 4 กลุ่ม ได้แก่ กลุ่มที่ 1 ศึกษาพืชที่มีปัญหาและมีสิ่งปนเปื้อนสูง ศึกษาในตัวอย่างมังคุด พืชสมุนไพร (โหระพา และสะระแหน่) พืชตระกูลส้ม (citrus fruits) พืชน้ำมัน(ถั่วเหลือง) ชะอม ทุเรียนหอมแดง มะพร้าว และ พริก กลุ่มที่ 2 ศึกษาสารที่มีความยุ่งยาก ศึกษาสาร spinetoram และ สารอนุพันธ์ neonicotinoid, chlormequat, mepiquat, captan, folpet , chlorothalonil , dithiocarbamate , pyrazole, phenylurea , fipronil และ pymetrozine กลุ่มที่ 3 ศึกษาเพื่อขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ศึกษาสารกลุ่ม organophosphorus , organochlorines, pyrethroids และ carbamate และ สาร 99 ชนิด เพื่อขยายขอบข่ายวิธีวิเคราะห์ QuEChERS และใช้เป็น screening method และกลุ่มที่ 4 ศึกษาเพื่อใช้เป็นข้อมูลในห้องปฏิบัติการ ได้แก่ การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐานกลุ่ม organophosphorus, pyrethroid, carbamate, abamectin และกลุ่ม fungicide ส่วนการทดลองอื่นๆ ได้แก่ การพัฒนาเทคนิคการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผัก โดยใช้ GC/MS โดยใช้ Database ในการ screening ชนิดของสารในตัวอย่าง และการศึกษาประสิทธิภาพของการสกัดสารพิษตกค้างกลุ่ม pyrethroid และ organophosphorus ในผักผลไม้ด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆเพื่อศึกษาผลของ matrix

การดำเนินงานในกิจกรรมที่ 2 : การพัฒนาสมรรถนะการให้บริการของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ดำเนินการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ ของการตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphorus, organochlorine, pyrethroid และ carbamate ในตัวอย่าง น้ำ ผัก และ ผลไม้ โดยจัดทำโปรแกรมการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ ในช่วง 2554-2558 โดยมีห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมโปรแกรมการทดสอบ 15-22 ห้องปฏิบัติการ เป็นห้องปฏิบัติการของกรมวิชาการเกษตรส่วนกลางและส่วนภูมิภาค และห้องปฏิบัติการภาคเอกชน โดยใช้ Z-score ในการประเมิน ผล

Abstracts

Two activities of expansion the efficiency of pesticide multi-residue analysis to the international standard project was performed, the 1st activity : development and validation of analytical methods for pesticide residues analysis and the 2nd activity : increase the efficiency of laboratory to be proficiency testing provider for pesticide residue analysis. For sub activity 1.1 of the 1st activity were studied on soil and water sample, as following, water : organochlorine, carbamate, pyrethroid ,benzimidazole and 2,4-D, soil : organophosphorus, organochlorine, pyrethroid, glyphosate, 2,4-D and phenylurea. For sub activity 1.2 of the 1st activity were studied on fruits and vegetables sample which were divided into 4 groups, as following , group 1 : difficultly plants for analysis, studied on mangosteen, herbs (thyme and sage), citrus (citrus fruits) and oilseeds (soybeans), acacia, durian, shallots, coconut and chili, group 2 : difficultly residues for analysis, studied on spinetoram and metabolites, neonicotinoid, chlormequat, mepiquat, captan, folpet, chlorothalonil, dithiocarbamate, pyrazole, phenylurea, fipronil and metabolites and pymetrozine, group 3 : for accreditation of laboratory studied on organophosphorus, organochlorine, pyrethroid and carbamate and 99 pesticide residues and finally group 4 for supporting the management in laboratory studied on stability of pesticide standards of organophosphorus, pyrethroid, carbamate, abamectin and fungicide, study screening method by GC/MS with Database and studied on matrices effect of fruit and vegetable for pyrethroid and organophosphorus residues analysis.

The 2nd Activity : increase the efficiency of laboratory to be proficiency testing provider for pesticide residue analysis was studied on organophosphorus, carbamate, endosulfan and pyrethroid in water, vegetable and fruit samples. The analytical laboratory comparison were conducted during 2011 -2515, 15-22 laboratories participated for testing programs. The result from participative laboratories were assessed by Z-score.

บทนำ

ห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์ สารพิษตกค้างส่วนใหญ่มักประสบปัญหาการวิเคราะห์ชนิดของวัตถุที่มีจำนวนมาก มีความหลากหลายของชนิดตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ ไม่สามารถวิเคราะห์พืชที่มีความยุ่งยากและมีสารปนเปื้อนสูงได้ ประกอบกับวิธีการวิเคราะห์มีหลากหลาย จำเป็นต้องหาวิธีการที่เหมาะสมสำหรับชนิดของวัตถุที่มี และชนิดตัวอย่างและนำมาใช้เป็นวิธีตรวจวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการรวมทั้งขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ การนำวิธีมาตรฐานมาใช้ในงานส่วนใหญ่มีข้อจำกัดของเครื่องมือที่มีอยู่ สารเคมีที่ระบุให้ใช้ไม่สามารถจะหาได้ ทำให้เกิดความยุ่งยาก ในการดำเนินงาน เพราะการใช้วิธีมาตรฐานต้องไม่มีการปรับ หรือเปลี่ยนแปลง ในส่วนที่สำคัญ หรือมีผลต่อการทดสอบ จึงจำเป็นที่จะต้องพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างให้เหมาะสมกับวัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการ ให้ได้วิธีการที่มีประสิทธิภาพ รวดเร็วทันกับความต้องการของผู้ใช้บริการ และปลอดภัยต่อผู้ปฏิบัติ

การใช้วิธีการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคใหม่ ๆ มุ่งเน้นให้ได้วิธีที่มีประสิทธิภาพ ประหยัดเวลา และงบประมาณมากขึ้น โดยความเข้มข้นในตัวอย่างน้อยที่สุดที่ตรวจวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้องแม่นยำ (LOQ) ต้องต่ำกว่ามาตรฐานสารพิษตกค้างสูงสุดที่ยอมให้มีได้ในผลผลิตหรือ Maximum Residue Limits (MRLs) ซึ่งค่า MRLs ของประเทศที่นำเข้าสินค้าเกษตรของไทย โดยเฉพาะอย่างยิ่ง EU และญี่ปุ่น ได้กำหนดไว้ที่ 0.01 มก./กก. ซึ่งเป็นค่าที่ต่ำมากทำให้เป็นความยุ่งยากของห้องปฏิบัติการที่ต้องพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ที่สามารถตรวจวิเคราะห์วัตถุอันตรายที่มีความเข้มข้นในตัวอย่างระดับ 0.01 มก./กก.ให้ได้ วิธีการตรวจวิเคราะห์ที่ได้รับความสนใจจากห้องปฏิบัติการทั่วโลกได้แก่ วิธีการ QuEChERS (Quick, Easy Cheap, Effectine Rugged and safe) ซึ่งพัฒนาโดย Dr.Steven J. Lethotay และคณะ เป็นวิธีตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่รวดเร็วใช้สารเคมีและเครื่องมือที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อนสามารถตรวจวิเคราะห์สารได้หลายชนิด (multiresidue method) และสามารถตรวจสารในตัวอย่างในระดับต่ำมากได้ (โดยเพิ่มขั้นตอนการลดปริมาณตัวอย่าง) โดยตรวจวิเคราะห์ GC-MS (Gas Chromatograph /Mass Spectrometer) วิธีการ QuEChERS สามารถใช้เป็น screening method ได้ดี ปัจจุบันได้รับการยอมรับทั้งในด้านการเป็น screening method และเป็นวิธีมาตรฐาน โดยมีการพัฒนาอย่างต่อเนื่องและในต่างประเทศมีการใช้กันอย่างแพร่หลาย จึงเป็นวิธีหนึ่งที่ได้นำมาทดสอบเพื่อปรับให้เหมาะสมกับวัตถุอันตรายและพืชที่ตรวจวิเคราะห์ในประเทศไทยซึ่งมีความหลากหลาย

การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผลผลิตและผลิตภัณฑ์การเกษตรส่วนใหญ่ใช้วิธีวิเคราะห์แบบรวม (Multiresidue Method) ซึ่งสามารถตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างได้หลายชนิดในการตรวจวิเคราะห์เพียงครั้งเดียว โดยใช้เครื่องตรวจวิเคราะห์ ได้แก่ GC, HPLC, GC-MS หรือ LC-MS แต่สารพิษตกค้างอีกหลายชนิดไม่สามารถใช้วิธี

ตรวจวิเคราะห์แบบรวมได้เนื่องจากคุณสมบัติทางเคมีของสารหรือมีสารปนเปื้อนในตัวอย่างจึงต้องใช้วิธีการกำจัดสิ่งปนเปื้อนที่แตกต่างไป ต้องใช้วิธีที่เฉพาะเจาะจงในการตรวจวิเคราะห์ จึงจำเป็นต้องมีการพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์แยกตามชนิดของวัตถุอันตรายและชนิดพืช เพื่อให้ได้วิธีการตรวจวิเคราะห์มารองรับการให้บริการและการใช้งานต่างๆ เพื่อเพิ่มความสามารถของห้องปฏิบัติการและรองรับการให้บริการตรวจวิเคราะห์โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการทดสอบตัวอย่างจากแปลงทดลองการสลายตัวของวัตถุอันตรายในพืชเพื่อเป็นข้อมูลในการขึ้นทะเบียนวัตถุอันตรายทางการเกษตร พืชที่มีปัญหาในการตรวจวิเคราะห์คือมีสิ่งปนเปื้อนสูง ทำให้ประสิทธิภาพของวิธีการลดลงและยังมีปัญหากับเครื่องมือที่ใช้ด้วย เช่น พืชที่มีน้ำมันมากส่งผลเสียต่อเครื่องมือวิเคราะห์ชนิด GC โดยเฉพาะอย่างยิ่ง เครื่องที่มีหัวตรวจชนิด ECD (Electron Capture Detector) ซึ่งมีความไวสูง ทำให้ความไวของเครื่องลดลงและยังมีสัญญาณของสิ่งปนเปื้อนไปบดบังสัญญาณของสารพิษตกค้างที่ต้องการตรวจวิเคราะห์อีกด้วย ทำให้ห้องปฏิบัติการจำเป็นต้องพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สำหรับพืชที่มีปัญหาเพื่อให้ได้วิธีที่มีประสิทธิภาพสูงในการขจัดหรือลดสิ่งปนเปื้อนในตัวอย่าง ขณะเดียวกันผลการตรวจวิเคราะห์ยังคงมีความถูกต้องแม่นยำด้วย

การตรวจวิเคราะห์แบบสารเดี่ยวหรือสารกลุ่มเดียว (single-residue method) จำเป็นต้องแยกวิธีวิเคราะห์ไม่สามารถใช้วิธีแบบรวมได้ เนื่องจากคุณสมบัติของสารพิษตกค้างแตกต่างจากวัตถุมีพิษต่างๆ ไป หากใช้วิธีการแบบรวม ความถูกต้องแม่นยำ ไม่ผ่านเกณฑ์ยอมรับ เช่น สารที่มีขี้ผึ้งซึ่งมีการละลายน้ำได้ดี สารรมควันหรือแก๊ส สารที่มีฤทธิ์เป็นกรด สารที่มีอนุพันธ์ต่าง สารที่ต้องวิเคราะห์แบบเดี่ยว เช่น สารกำจัดแมลง amitraz ซึ่งเป็นสารป้องกันกำจัดแมลงกลุ่ม formamidine ใช้มากในพริก องุ่น ต้องมีการวิเคราะห์สาร amitraz และอนุพันธ์ที่เกิดจากการสลายตัวด้วย สาร chlormequat และ mepiquat เป็นป้องกันกำจัดวัชพืชที่มีละลายน้ำได้ดีทำให้ต้องใช้วิธีเฉพาะในการแยกสารออกจากน้ำ สาร captan และ folpet เป็นสารป้องกันกำจัดโรคพืช ที่มีการสลายตัวได้ง่ายในช่วงการเตรียมตัวอย่างและการสกัดจึงต้องมีการใช้วิธีเฉพาะ เช่น ในการเตรียมตัวอย่างใช้น้ำแข็งแห้งขณะบดหรือปั่นตัวอย่าง ส่วนสารกลุ่มที่สามารถตรวจวิเคราะห์แบบรวมในกลุ่มของสารได้และใช้เทคนิคการวิเคราะห์ได้ทั้ง GC-MS และ LC-MS/MS เช่น สารกลุ่ม pyrazole เป็นสารป้องกันกำจัดแมลงที่มีการใช้กันมากในข้าว ผัก และผลไม้เช่น chlorantraniliprole, tebufenpyrad, tolfenpyrad, acetoprole, ethiprole และ vaniliprole และสารกำจัดวัชพืชกลุ่ม phenylurea ได้แก่ chloroxuron, diuron, metobromuron และ metobenzuron ซึ่งจำเป็นต้องพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ที่เหมาะสมกับพืชผัก ผลไม้ในเขตร้อน

การทดลองที่เสนอในโครงการฯ เป็นงานที่จำเป็นต้องมีการพัฒนาต่อเนื่อง เช่น การพัฒนาและทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ มีการดำเนินการอย่างน้อย 2 ปี โดยในปีแรกทำการพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์โดยทดสอบหลายวิธีและปรับวิธีตามความเหมาะสม ในปีถัดไปจึงทำการทดสอบความใช้ได้ของวิธี ส่วนการทดลองอื่นๆ เป็นการดำเนินการที่ต่อเนื่องเพื่อให้เพิ่มศักยภาพในการตรวจวิเคราะห์ เช่น การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างโดยใช้

Gas Chromatograph/Mass Spectrometry เป็นการทดสอบเพื่อเพิ่มชนิดของวัตถุอันตรายและพืชให้มีจำนวนมากขึ้น การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในพืชที่มีปัญหาสิ่งปนเปื้อนและการตรวจวิเคราะห์วัตถุอันตรายที่ต้องใช้วิธีการเฉพาะ เป็นต้น การพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตรให้ถูกต้องแม่นยำตามมาตรฐานสากล มุ่งเน้นให้ได้วิธีการตรวจวิเคราะห์ที่ถูกต้องและเหมาะสม นำไปขยายขอบข่ายการรับรองห้องปฏิบัติการ และต้องการเพิ่มชนิดของพืชและวัตถุที่มีพิษที่ตรวจวิเคราะห์ให้มากขึ้นเหมาะสมกับ เครื่องมือวิเคราะห์ที่มีอยู่โดย ปัจจุบันมีเครื่องตรวจวิเคราะห์ชนิด GC-MS และ LC-MS/MS เนื่องจากมีวัตถุที่มีพิษหลายชนิดโดยเฉพาะวัตถุอันตรายชนิดใหม่ๆ ไม่สามารถตรวจวิเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง GC, GC-MS และ HPLC ซึ่งมีใช้ในห้องปฏิบัติการวัตถุอันตรายทางการเกษตรที่ขึ้นทะเบียนในประเทศไทยมีมากกว่า 400 ชนิด ปัจจุบันห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุที่มีพิษการเกษตร กปผ. สามารถตรวจวิเคราะห์วัตถุอันตรายทางการเกษตรด้วยเครื่อง GC-MS ได้ประมาณ 100 ชนิด เครื่อง GC และ HPLC ได้ประมาณ 60 ชนิดและ LC-MS/MS ได้มากกว่า 100 ชนิด ซึ่งจำเป็นต้องพัฒนาการตรวจวิเคราะห์เพื่อเพิ่มจำนวนชนิดของวัตถุอันตรายทางการเกษตรให้มากขึ้น และเพิ่มการทดสอบในพืชหลายชนิดเพื่อพัฒนาความสามารถของห้องปฏิบัติการ ทั้งนี้นอกจากจะเป็นประโยชน์ในการให้บริการและการตรวจวิเคราะห์ในงานวิจัยที่เกี่ยวข้องแล้วยังเป็นประโยชน์ในการพัฒนาศักยภาพของห้องปฏิบัติการของกรมวิชาการเกษตรในส่วนภูมิภาคที่จะนำความรู้และเทคโนโลยีถ่ายทอดไปสู่ห้องปฏิบัติการของ สวพ. 1-8

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ตามข้อกำหนดของ ISO/IEC 17025 มี parameter ต่างๆ ที่ต้องทดสอบดังนี้ ทดสอบช่วงความเข้มข้นของสารในตัวอย่งที่วิเคราะห์สารได้อย่างความถูกต้องแม่นยำ (working range) ความถูกต้อง (accuracy) แม่นยำ (precision) ค่าปริมาณต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ในพีชนั้นได้อย่างถูกต้องแม่นยำ () ค่าปริมาณต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ในพีชนั้นได้ (LOD) ซึ่งแต่ละ parameter มีข้อกำหนดขั้นตอนการทดสอบและเกณฑ์ในการตัดสิน ทำให้แน่ใจว่าวิธีวิเคราะห์ที่ผ่านการทดสอบแล้ว สามารถนำไปตรวจวิเคราะห์ได้ โดยให้ผลวิเคราะห์ ถูกต้อง แม่นยำ ซึ่งข้อกำหนดของ ISO/IEC 17025 ยังมีการประกันคุณภาพผลการทดสอบโดยทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ (proficiency testing) เพื่อทดสอบว่าห้องปฏิบัติการได้ใช้วิธีวิเคราะห์ที่สามารถตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างได้อย่างความถูกต้อง แม่นยำ อย่างไรก็ตามวิธีการที่ผ่านการพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้แล้ว สามารถใช้ในการขอรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการ (laboratory accreditation) ตามมาตรฐานสากล (ISO/IEC 17025)ได้ เพื่อให้ห้องปฏิบัติการเป็นที่เชื่อถือและยอมรับในระดับสากล อีกทั้งทำให้บุคลากรมีการพัฒนาในการทำงานและมีการแก้ปัญหาอย่างมีแบบแผนและมีระบบ

วิธีวิเคราะห์ที่ได้จากโครงการ นำไปใช้ในห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง นำไปขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ และเป็นแนวทางในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในพืช ชนิดอื่นๆ ในการตรวจวิเคราะห์สารชนิดเดียวกัน ซึ่งพืชหลากหลายซึ่งต้องมีการทดสอบวิธีการก่อนนำไปใช้งาน ปัจจุบันมีการกำหนดค่ามาตรฐานสารพิษ

ตกค้างหลายชนิด ที่มีสารอนุพันธ์ ทำให้ต้องมีการศึกษาวิธีวิเคราะห์สารชนิดนั้นและสารอนุพันธ์ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง การตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างจากแปลง ทดลองสารพิษตกค้างเพื่อเสนอผลการทดลองไปยัง Codex FAO/WHO จำเป็นต้องเสนอรายงานผลการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ประกอบรายงานผล ทำให้การการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ มีความจำเป็นอย่างยิ่งสำหรับห้องปฏิบัติการ

การทดสอบความสามารถหรือ การทดสอบความชำนาญ ของห้องปฏิบัติการ เป็นวิธีการหนึ่งในการประกันคุณภาพของห้องปฏิบัติการ และใช้สำหรับการเฝ้าระวังสมรรถนะในการดำเนินงานอย่างต่อเนื่องของห้องปฏิบัติการ เป็นไปตามข้อกำหนดมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025:2005 ผู้จัดโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ เป็นผู้รับผิดชอบในการดำเนินการต่างๆ เช่นการประสานงานกับห้องปฏิบัติการ การเตรียมตัวอย่าง การจัดส่งตัวอย่าง ให้กับห้องปฏิบัติการ และการประเมินผลโดยใช้สถิติที่เหมาะสม การเตรียมตัวอย่างและการจัดส่งตัวอย่าง เพื่อวิเคราะห์สารพิษตกค้าง เป็นสิ่งที่ต้องมีการศึกษา เนื่องจากมีข้อจำกัดเรื่องการสลายตัวของสาร และความยุ่งยากในการรักษาตัวอย่างในมีอุณหภูมิต่ำขณะจัดส่ง ผลการดำเนินการนำไปจัดทำคู่มือการดำเนินการ เพื่อขอการรับรองเป็นผู้จัดโปรแกรมการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ

โครงการวิจัย เรื่อง การพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตรให้ถูกต้องแม่นยำตามมาตรฐานสากล ได้ดำเนินการในช่วง ตุลาคม 2553-กันยายน 2558 ดำเนินการโดย ห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของ กปผ. และสพ.2,3,4,5 และ 6 กรมวิชาการเกษตร โดยมีวัตถุประสงค์ดังนี้

1. เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างในดิน น้ำ ผลิตผลและผลิตภัณฑ์การเกษตร ที่เป็นมาตรฐานตามข้อกำหนด ISO/IEC 17025 ที่มีประสิทธิภาพ รวดเร็ว ใช้ง่าย สะดวกและประหยัด
2. เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างแบบ screening method โดยใช้เครื่อง Gas Chromatograph/Mass Spectrometry ทำให้สามารถตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างหลายชนิด และสามารถยืนยันชนิดของสารได้ในระดับโมเลกุล
3. เพื่อขยายขอบข่ายการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในดิน น้ำ ผลิตผลและผลิตภัณฑ์การเกษตร แบบ multiresidue
4. เพื่อให้ได้วิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างแบบ single-residue method หลายวิธีการที่เหมาะสมกับสารแต่ละชนิดและสามารถตรวจวิเคราะห์พืชที่มีปัญหาสิ่งปนเปื้อนในตัวอย่างสูง
5. เพื่อศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐาน ที่อุณหภูมิ ต่าง ๆ มาใช้กำหนดอายุของสารมาตรฐานที่ใช้ในห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานของ ISO/IEC 17025

โครงการวิจัยประกอบด้วย 2 กิจกรรม รวมทั้งสิ้น 43 การทดลอง ดังนี้

1. กิจกรรมที่ : 1. การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ประกอบด้วย 2 กิจกรรมย่อย ดังนี้

1.1 กิจกรรมย่อยที่ 1.1 การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในดินและน้ำ ประกอบด้วย 4 การทดลอง

1.2 กิจกรรมย่อยที่ 1.2 การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผัก ผลไม้ และผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร ประกอบด้วย 36 การทดลอง

2. กิจกรรมที่ 2. การพัฒนาสมรรถนะการให้บริการของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ประกอบด้วย 3 การทดลอง

การทบทวนวรรณกรรม

glyphosate เป็นสารกำจัดวัชพืชที่มีปริมาณนำเข้ามาใช้ในประเทศในปี 2551 ในรูป glyphosate acid, glyphosate isopropylammonium และ glyphosate isopropylammonium + 2,4-D isopropylaminesalt สูงถึง 20,385.27 ตัน (สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร, 2551) ในสหรัฐอเมริกามีการตรวจวิเคราะห์ glyphosate ในน้ำดื่มโดย หน่วยงาน U.S.EPA ซึ่งใช้วิธีของ U.S.EPA method 547 ผ่าน derivatization ใน post column ก่อนจะตรวจวิเคราะห์ด้วย High Performance Liquid Chromatography (HPLC) ใช้หัวตรวจวัดชนิด Fluorescence (Winfield, T.W., 1990) สารนี้มีความเป็นพิษต่อสัตว์เลี้ยงลูกด้วยนม แต่เนื่องจากมีปริมาณการใช้มาก จึงอาจปนเปื้อนสู่แหล่งน้ำและน้ำใต้ดินได้ การพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์ glyphosate ในน้ำที่เหมาะสม จึงมีความสำคัญต่อการเฝ้าระวังการปนเปื้อนของสารนี้ในสิ่งแวดล้อม

วิธีตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างใน ดิน และน้ำ เป็นวิธีการที่ยุ่งยากซับซ้อนและตรวจวิเคราะห์ปริมาณที่น้อยมากถึงหนึ่งในพันล้านส่วน หรือน้อยกว่า วิธีที่ใช้กันทั่วไปในต่างประเทศนั้น มีหลากหลายวิธีตามความจำเป็นของวัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่มีใช้กันอยู่ ในปัจจุบันนี้ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตรได้นำวิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างมาจากหลายแหล่งวิชาการ เช่น AOAC (1990), EPA (1986), Netherland (The Netherlands, 1996), German (German, 1992) Fajgelj and Ambrus (2000) รวมทั้งจากการติดต่อกับผู้เชี่ยวชาญต่างประเทศโดยตรง เช่น Netherland, German และ Austria บางวิธีเป็นวิธีมาตรฐานที่ประกาศใช้ในประเทศเหล่านั้น บางวิธีเป็นวิธีมาตรฐานระหว่างประเทศ แต่ไม่สามารถนำมาใช้ได้ตลอดทั้งวิธีการ เนื่องจากสารบางชนิดเหมาะที่จะใช้ตรวจวิเคราะห์สารพิษกลุ่มหนึ่ง แต่ไม่สามารถใช้กับสารพิษอีกกลุ่มหนึ่งได้ (Luke et al, 1975 และ Hollege et al, 1991) มีขั้นตอนการปฏิบัติที่ค่อนข้างยุ่งยากซับซ้อน (Matinez et al, 1988 และ Niewola et al, 1985) เครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่ไม่สามารถหาได้ และมีราคาแพง (Miliadis et al, 1996, Matinez et al, 1988, Niewola et al, 1985 Wiele et al, 2000 และ Vryzas and Papadopoulou-Mourkidou , 2002) ซึ่งหน่วยงานไม่สามารถสนับสนุนงบประมาณส่วนนี้ได้ รวมทั้งจะต้องใช้บุคลากรที่มีความชำนาญและประสบการณ์อย่างดีในการใช้

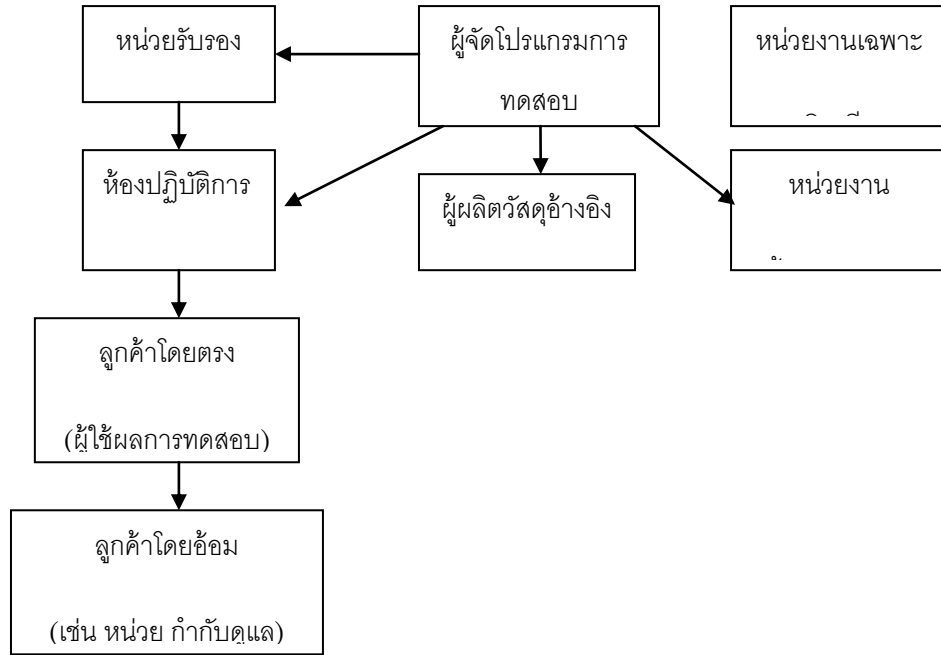
เครื่องมือเหล่านี้ ซึ่งจะต้องใช้เวลานานในการฝึกอบรมบุคลากรให้มีความพร้อมและมีประสิทธิภาพ Greve (1983), Garfield (1991) และ Tuinstra ได้แนะนำการใช้ระบบ Good laboratory practice, Quality control และ Quality assurance รวมทั้งระบบการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ (Method validation) ให้ใช้ในห้องปฏิบัติการของประเทศเนเธอร์แลนด์ ดังนั้นสถาบัน RIVM (National Institute of Public Health and Environmental Protection), TNO (TNO Nutrition and Food Research) และ RIKILT-DLO (State Institute for Quality Control of Agricultural Products) ของประเทศเนเธอร์แลนด์ จึงได้ร่วมมือกันพัฒนาวิธีวิเคราะห์วัตถุพิษในอาหาร และจัดพิมพ์เป็นวิธีมาตรฐาน (Ministry of Public Health, Welfare and Sport, 1996) สำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐและเอกชน

สำหรับห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตร ได้เริ่มทำการศึกษาและพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในปี 2542 โดยศึกษาการพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช atrazine, ametryn และ metribuzin ในดิน (พงค์ศรี และคณะ, 2543) รวมทั้งศึกษาการพัฒนาวิธีวิเคราะห์รวมของสารกำจัดวัชพืชกลุ่ม triazines ในดิน (พงค์ศรี และคณะ, 2544) การพัฒนาวิธีวิเคราะห์รวมสารกำจัดวัชพืชกลุ่ม triazines ในน้ำ (พงค์ศรี และคณะ, 2545) การพัฒนาวิธีวิเคราะห์รวมสารกำจัดวัชพืชกลุ่ม triazines ในน้ำ โดยวิธี High Performance Liquid Chromatography (พงค์ศรี และคณะ, 2546) การพัฒนาวิธีวิเคราะห์รวม การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช butachlor, oxadiazon, propanil, thiobencarb และ trifluralin ในดินและน้ำ (พงค์ศรี และคณะ, 2547) การพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชalachlor, bromacil, fenoxaprop-P-ethyl, oxyfluorfen, pichloram และ petilachlor ในดินและน้ำ (พงค์ศรี และคณะ, 2549-50) การพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช quizalofop ethyl, quizalofop-P-tefuryl, quinclorac, triclopyr, fluroxypyr และ formesafen ในดิน (พงค์ศรี และคณะ, 2551) ทั้งนี้การพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชแบบรวมที่ผ่านมาทุกการทดสอบ จะทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gas Chromatograph ซึ่งจะมีข้อจำกัดในเรื่องต่าง ๆ มากมาย เช่น column ที่ใช้ ความสามารถในการตรวจจับของตัวตรวจวัด(detector) ความเข้มข้นของสาร ตลอดจนสารปนเปื้อนต่าง ๆ จากตัวอย่าง (matrix) จำเป็นต้องพัฒนาการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gas Chromatograph/Mass Spectrometry (GC/MS) ที่มีความสามารถและประสิทธิภาพที่สูง รวมทั้งสามารถตรวจกลุ่มของสารพิษได้หลากหลายในครั้งเดียว เป็นการลดขั้นตอนในการตรวจวิเคราะห์ และเพิ่มความมั่นใจในผลการวิเคราะห์ เนื่องจากการวิเคราะห์ด้วย GC/MS เป็นการวิเคราะห์ในระดับโครงสร้างโมเลกุล (Amadeo R. Fernandez-alba, 2005) ที่มีความจำเพาะเจาะจงของสารแต่ละชนิด ทำให้การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือชนิดนี้ให้ผลถูกต้องและแม่นยำ โดยในช่วงระยะเวลาที่ผ่านมา ในระบบมาตรฐาน ISO หรือการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในสินค้าที่ส่งไปในประเทศแถบสหภาพยุโรป ส่วนใหญ่ต้องการการยืนยันผลการตรวจวิเคราะห์ด้วย GC/MS ทั้งนี้เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐานสำหรับการตรวจวิเคราะห์สารกำจัดแมลงศัตรูพืชและ

สารกำจัดวัชพืชเหล่านี้ ที่มีความถูกต้อง แม่นยำ และมีประสิทธิภาพสูง สะดวกและรวดเร็ว และห้องปฏิบัติการสามารถนำไปใช้ทำงานวิจัยและให้บริการตรวจวิเคราะห์สารกำจัดแมลงศัตรูพืช และสารกำจัดวัชพืชทั้งในดินและน้ำได้

วิธีการ QuEChERS (Quick, Easy Cheap, Effectine Rugged and safe ซึ่งพัฒนาโดย S. J. Lehotay และคณะ (2005) และ M. Anastassiades และคณะ (2003) เพื่อตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผลิตภัณฑ์และผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร ที่ได้รับความสนใจเนื่องจากเป็นวิธีที่ง่าย รวดเร็ว ใช้คน สารเคมีและเครื่องมือ น้อย มีการศึกษาการตรวจวิเคราะห์ที่แสดงให้เห็นว่าเป็นวิธีที่น่าสนใจและพิจารณานำมาใช้ในห้องปฏิบัติการ เช่น การศึกษาวิธี QuEChERS เพื่อตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างใน Traditional Chinese Medicine (TCM) โดยบริษัท Agilent technologies ผู้ผลิตเครื่องตรวจวิเคราะห์ GC/MS พบว่าสามารถตรวจวิเคราะห์สารได้ถึง 430 ชนิด และการศึกษาในประเทศญี่ปุ่นในการตรวจวิเคราะห์วัตถุที่มีพิษ 260 ชนิด เพื่อเฝ้าระวังสารพิษตกค้างในผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร 173 ชนิด โดยใช้วิธี QuEChERS พบว่ามี recovery ในช่วง 70-120% และมีค่าต่ำสุดของการตรวจวิเคราะห์ที่ 0.02-0.1 mg/kg

ข้อกำหนดของ ISO/IEC 17025 มีการประกันคุณภาพผลการทดสอบโดยทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ (proficiency testing) เพื่อทดสอบว่าห้องปฏิบัติการได้ใช้วิธีวิเคราะห์ที่สามารถตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างได้อย่างถูกต้อง แม่นยำ การประกันคุณภาพผลการทดสอบและสอบเทียบ ข้อ 5.9 ว่าด้วยการเข้าร่วมในการทดสอบเปรียบเทียบระหว่างห้องปฏิบัติการ หรือ โปรแกรมการทดสอบความชำนาญ โดยจะต้องทำการวิจัยเพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ (Method validation) ตามข้อกำหนดมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ผ่านการเข้าร่วมการวิเคราะห์ร่วมกับห้องปฏิบัติการที่มีมาตรฐานสากลในประเทศหรือต่างประเทศ (Collaborative study) เพื่อที่ห้องปฏิบัติการจะได้ขอการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการ (Laboratory accreditation) ตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025 ซึ่งจะทำให้เกิดการยอมรับและเชื่อถือในผลการวิเคราะห์ทั้งในระดับประเทศและต่างประเทศ ซึ่งการจัดทำโปรแกรมการทดสอบความชำนาญดำเนินการโดยมีหน่วยงานอื่นที่เกี่ยวข้องตั้งแสดงในแผนภูมิด้านล่าง



ภาพที่ 2 หน่วยงาน ที่เกี่ยวข้องการจัดทำโปรแกรมการทดสอบความชำนาญหรือทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ(ที่มา: สำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ)

ระเบียบวิธีวิจัย

กิจกรรมที่ : 1. การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง

มีการดำเนินการ ดังนี้

1. การพัฒนาวิธีวิเคราะห์

1.1 จัดหา สารเคมี สารมาตรฐาน ตัวอย่างดิน น้ำ พืช อุปกรณ์วิทยาศาสตร์ เช่น คอลัมน์สำหรับเครื่อง GC-MS, GC-MS/MS, HPLC และ LC-MS/MS สอบเทียบเครื่องมือที่มีผลต่อการทดสอบ เช่น เครื่องชั่ง เทอร์โมมิเตอร์ เครื่องแก้วปริมาตร เป็นต้น

1.2 เตรียมสารมาตรฐานของวัตถุพิษที่ความเข้มข้นต่างๆ เพื่อใช้ปรับสถานะเครื่องตรวจวิเคราะห์ เพื่อใช้เตรียม spiked sample และเพื่อสร้าง calibration curve

1.3 ปรับสถานะ เครื่องตรวจวิเคราะห์ โดยฉีดสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ เพื่อหา ช่วงต่ำสุด จนถึงสูงสุดของการวัด ตามความเหมาะสม เพื่อให้มีสัญญาณการตรวจวัดได้ที่ความเข้มข้นของสารมาตรฐานต่ำสุด และ range ของ calibration curve ของสารมาตรฐาน

1.4 ตรวจสอบวิเคราะห์ ตัวอย่างที่ใช้ทดสอบ โดยใช้วิธีการใดวิธีการหนึ่งที่เลือกใช้ในการทดสอบ ต้องไม่พบสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบ หรือมีสัญญาณการตรวจวัด ของสารพิษตกค้างน้อยกว่าที่ระดับ LOQ

1.5 ตรวจสอบ การปนเปื้อนของสารที่มีสัญญาณการตรวจวัดตรงกับสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบในสารเคมี เครื่องแก้ว อุปกรณ์ต่าง ๆ โดยตรวจสอบวิเคราะห์ solvent blank ตามวิธีทดสอบ ต้องไม่พบสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบ

1.6 เติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนลงในตัวอย่าง (spike) และหาเปอร์เซ็นต์การวิเคราะห์ กลับคืน (% recovery) ดังนี้

1.6.1 ทดสอบวิธี วิเคราะห์อย่างน้อย 2 วิธี ที่ความเข้มข้นของสารมาตรฐานในตัวอย่าง อย่างน้อย 3 ความเข้มข้น ความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ ประเมินผลการทดสอบ จาก % Recovery ต้องอยู่ในช่วง 60-120 , % RSD ต้องมีค่า HORRAT < 2 และความเข้มข้นต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ได้ถูกต้องแม่นยำ (LOQ) ต้องมีค่า น้อยกว่า ค่า MRL

1.6.2 ปรับวิธีการที่ให้ผลการวิเคราะห์มีแนวโน้มอยู่ในเกณฑ์ โดย ปรับในขั้นตอนสกัด และ clean up ตัวอย่าง เพื่อให้ได้วิธีที่มีความถูกต้องแม่นยำ และมีความ LOQ น้อยกว่า ค่า MRL

1.6.3 สร้างวิธีทดสอบ และทดสอบความถูกต้องของวิธี โดยเปลี่ยนชนิดของธัญพืช เพื่อหาข้อจำกัดของวิธี ตรวจวิเคราะห์

2. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ โดยทดสอบวิธี วิเคราะห์ ตาม parameter ต่างๆดังนี้

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

2.2 Accuracy และ precision ทดสอบโดยการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน อย่างน้อย 3 ความเข้มข้น ความเข้มข้นละอย่างน้อย 10 ซ้ำ ประเมินผลการทดสอบ จาก % Recovery ต้องอยู่ในช่วง 60-120 , % RSD ต้องมีค่า HORRAT < 2

2.3 LOQ และ LOD โดยใช้ค่า SD- standard deviation ของความเข้มข้นของสารในตัวอย่างที่น้อยที่สุด โดย $LOQ = 10 \times SD$ และ $LOD = 3 \times SD$

2.3.1 LOQ ทดสอบโดยการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน อย่างน้อย 10 ซ้ำ ประเมินค่า % Recovery, % RSD และ Signal to Noise Ratio ≥ 10

2.3.2 LOD ทดสอบโดยการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน อย่างน้อย 10 ซ้ำ ประเมินค่า Signal to Noise Ratio ≥ 3

3. สรุปและรายงานผล

การบันทึกข้อมูล

น้ำหนัก ปริมาตร และความเข้มข้น ในการเตรียมสารมาตรฐาน น้ำหนักตัวอย่าง ความเข้มข้นของสารมาตรฐานในตัวอย่างที่เติม และที่ตรวจวิเคราะห์ได้ สัญญาณการตรวจวัดของเครื่องตรวจวิเคราะห์ Signal to Noise Ratio ของ สัญญาณการตรวจวัดที่ความเข้มข้นระดับ LOD และ LOQ สภาพะการใช้งานของเครื่องตรวจวิเคราะห์

กิจกรรมที่ 2. การพัฒนาสมรรถนะการให้บริการของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง

มีการดำเนินการ ดังนี้

1. จัดหา สารเคมี สารมาตรฐาน Organophosphate 23 ชนิด , Organochlorine 3 ชนิด และ Pyrethroid 7ชนิด และ Carbamate 7 ชนิด จัดหาอุปกรณ์วิทยาศาสตร์ เช่น คอลัมน์สำหรับเครื่อง GC, LC-MS/MS สอบเทียบเครื่องมือที่มีผลต่อการทดสอบ เช่น เครื่องชั่ง เทอร์โมมิเตอร์ เครื่องแก้วปริมาตร
2. จัดหาตัวอย่างน้ำ ผัก ผลไม้ที่ไม่มีสารพิษตกค้างที่อยู่ในขอบข่ายการทดสอบ กรณีที่หาตัวอย่างผัก ผลไม้ที่ไม่มีสารพิษตกค้างไม่ได้ ต้องทำแปลงทดลอง ควบคุมการใช้วัตถุมีพิษโดยฉีดพ่น สารที่ต้องการให้มีในตัวอย่างในแปลงปลูก และเก็บตัวอย่างที่ระยะเก็บเกี่ยว ใช้เป็นตัวอย่างในการทดลอง
2. เตรียมสารมาตรฐานของวัตถุมีพิษที่ความเข้มข้นต่างๆ เพื่อใช้ปรับสภาวะเครื่อง GC, HPLC และ LC-MS/MS เพื่อใช้ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง เตรียม spiked sample และเพื่อสร้าง calibration curve
4. ปรับสภาวะ เครื่องตรวจวิเคราะห์ GC-ECD/FPD ที่ใช้ตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม Organophosphate , Organochlorine และ Pyrethroid โดยฉีดสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นของสารในตัวอย่าง โดยปรับ flow rate ของ column, temperature ของ oven และ detector และอื่นๆ ตามความเหมาะสม ปรับสภาวะ เครื่องตรวจวิเคราะห์ LC-MS/MS ที่ใช้ตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม Carbamate และ Fungicide โดยฉีดสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นของสารในตัวอย่าง โดยปรับ flow rate ของ column, temperature ของ oven และ detector และอื่นๆ ตามความเหมาะสม เพื่อให้มีสัญญาณการตรวจวัดได้ที่ชัดเจนคงที่

4. ตรวจสอบวิเคราะห์ตัวอย่างตัวอย่าง (sample blank) ด้วยวิธีที่ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แล้ว ต้องไม่พบสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบ กรณีที่พบสารที่ต้องการให้มีในตัวอย่าง ทำการคำนวณปริมาณสารพิษตกค้าง

5. ตรวจสอบ การปนเปื้อนของสารที่มีสัญญาณการตรวจวัดตรงกับสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบ โดยตรวจวิเคราะห์ solvent blank ตามวิธีทดสอบ ต้องไม่พบสารพิษตกค้างที่ต้องการทดสอบ

6. ติดต่อกับห้องปฏิบัติการต่างๆ ที่มีความสามารถด้านการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในส่วนภูมิภาคของกรมวิชาการเกษตรและห้องปฏิบัติการอื่นๆ เพื่อร่วมทดสอบ พร้อมทำแบบบันทึกสภาพตัวอย่างที่ปลายทาง

7. เตรียมตัวอย่างผักผลไม้โดย หั่นเป็นชิ้น ขนาดยาวประมาณ 1-2 นิ้วนำไปแช่ไว้ในตู้แช่ -20°C ซ้ำมคืนนำมาปั่น กับน้ำแข็งแห้งจนละเอียด แช่ไว้ในตู้แช่ -20°C เพื่อให้ คาร์บอนไดออกไซด์ระเหยจนหมด เตรียมตัวอย่างเพื่อเป็นตัวอย่างอ้างอิงภายใน ดังนี้

7.1 นำตัวอย่างมาทิ้งไว้ให้ละลาย กรณี มีชิ้นใหญ่ หรือไม่สม่ำเสมอ ให้กรองผ่านตะแกรง

7.2 การเตรียม spiked sample โดยชั่งน้ำหนักตัวอย่าง และเติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้น กวนผสมตัวอย่างตลอดเวลาโดยใช้เครื่องกวน แบ่งตัวอย่างใส่ขวดสีชา ชั่งน้ำหนักตัวอย่าง และติดป้ายตัวอย่าง

7.2.1 ทดสอบ ความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneity) โดยสุ่มตัวอย่างจำนวน 10 ตัวอย่าง นำมาตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ ประเมินผลการทดสอบโดยใช้หลักสถิติที่เหมาะสม

7.2.2 ทดสอบความคงทน (stability) ของตัวอย่างที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยการแบ่งตัวอย่างที่เตรียม เก็บที่สภาวะต่าง ๆ ได้แก่ ที่อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิตู้เย็น และอุณหภูมิ Freezer (แช่แข็ง) กำหนดระยะเวลาในการเก็บของแต่ละสภาวะไม่น้อยกว่า 7 วัน ๆ ละ 3 ตัวอย่าง นำมาทดสอบตามระยะเวลาที่กำหนด เพื่อดูแนวโน้มของการสลายตัวของสารพิษที่สภาวะและระยะเวลาต่าง ๆ เพื่อเป็นข้อมูลในการเลือกชนิดสารที่เติมลงในตัวอย่าง ต้องไม่สลายตัวในระหว่างการส่งตัวอย่าง คำนวณผลการทดสอบความคงทนของตัวอย่าง โดยใช้สถิติ ได้แก่ ค่าเฉลี่ย ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน ความแปรปรวนของข้อมูล และผลการทดสอบหาเปอร์เซ็นต์ recovery

7.3 การเตรียม blank sample ชั่งน้ำหนักตัวอย่างกวนผสมตัวอย่างตลอดเวลาโดยใช้เครื่องกวน แบ่งตัวอย่างใส่ขวดสีชา โดยชั่งน้ำหนักตัวอย่าง ติดป้ายตัวอย่าง

สำหรับตัวอย่างน้ำ ทำการผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน หาปริมาณสารพิษตกค้างใน blank sample และทดสอบตัวอย่าง homogeneity และ stability ใน spiked sample

8. เตรียมตัวอย่างสำหรับทดสอบ 2 ชุดโดย ชุดที่ 1 เป็น spiked sample มีการเติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนลงในตัวอย่าง ซึ่งจะเตรียมให้เพียงพอสำหรับการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและจำนวนห้องปฏิบัติการที่ทดสอบ ชุดที่ 2 เป็น blank sample ไม่มีการเติมสารมาตรฐานลงในตัวอย่าง

9. ตัวอย่าง spiked sample และ blank sample เก็บโดยแช่ไว้ในตู้แช่ -20°C

9. ส่งตัวอย่างให้กับห้องปฏิบัติการต่าง ๆ ตามวันเวลาที่กำหนด โดยทางไปรษณีย์ โดยศึกษาวิธีการ บรรจุที่เหมาะสมเพื่อรักษาความเย็นให้ได้ยาวนานที่สุดก่อนถึงห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ

10. นำรายงานผลการทดสอบของแต่ละห้องปฏิบัติการมาประเมินและเปรียบเทียบผล โดยใช้สถิติที่เหมาะสม

11. ทำรายงานประเมินผลการทดสอบและจัดส่งให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ

12. สรุปและรายงานผล

การบันทึกข้อมูล

1. น้ำหนัก ปริมาตร และความเข้มข้น ในการเตรียมสารมาตรฐาน น้ำหนักตัวอย่าง ความเข้มข้นของสารมาตรฐานในตัวอย่างที่เติม และที่ตรวจวิเคราะห์ที่ได้ สภาพการใช้งานของเครื่อง GC และ LC-MS/MS

2. บันทึกปริมาณสารพิษตกค้าง ในการทดสอบ homogeneity และ stability

3. บันทึกรายชื่อของผู้เข้าร่วมทดสอบ พร้อม LAB CODE ของห้องปฏิบัติการ

4. บันทึกการส่งตัวอย่างได้แก่ รูปแบบการส่งตัวอย่าง สภาพตัวอย่างที่ปลายทาง ตามแบบสอบถามสภาพตัวอย่างที่แนบไปกับตัวอย่าง บันทึกขั้นตอนการดำเนินการและระยะเวลาในการดำเนินการในการทดสอบความสามารถของห้องปฏิบัติการ

5. ชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างที่เป็นผลการทดสอบ จากห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบและผลการประเมินความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

กิจกรรมที่ 1: การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง

กิจกรรมย่อยที่ 1.1 : การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในดินและน้ำ

ประกอบด้วย 4 การทดลอง

1.1 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดแมลง สารกำจัดวัชพืช และ สารกำจัดโรคพืชในดินและในน้ำ

ดำเนินการในปี พ.ศ. 2554 –2558

1.1.1 พัฒนาริธีวิเคราะห์สารกำจัด แมลงกลุ่ม carbamate ในน้ำ โดยใช้ โดย เครื่องตรวจวิเคราะห์ HPLC ชนิด FLD ที่ต่อกับ post column derivatizer ปรับสภาวะของเครื่องโดยทดสอบ mobile phase 2 ชนิด ได้แก่

water/methanol และ water/acetonitrile พบว่า water/acetonitrile ให้ peak ที่มี sensitivity ที่ดีกว่าการใช้ water/methanol และเมื่อใช้ mobile phase ชนิด water/methanol/acetonitrile แบบ gradient program พบว่าให้ sensitivity ดี และแยก peak ที่ซ้อนทับกันได้

การทดสอบวิธีการวิเคราะห์สารกำจัดแมลงกลุ่ม carbamate ในน้ำ ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง เพื่อนำมาใช้ในการเปรียบเทียบข้อมูลของ 3 วิธีการได้แก่ การสกัดด้วย Separatory funnel shaker, Solid phase extraction และ Homogenizer โดยนำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ชนิด FLD ที่ต่อกับ post column derivatizer พบว่า วิธี Separatory funnel shaker ให้ค่าการทำซ้ำดีและค่า % recovery อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ วิธี SPE มี ค่าการทำซ้ำไม่ตึง และค่า %recovery อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ ส่วนวิธี Homogenizer ให้ค่าการทำซ้ำและค่า %recovery ค่อนข้างต่ำ ดังนั้น วิธีวิเคราะห์สารกำจัดแมลงกลุ่ม carbamate ในน้ำ โดยใช้ Separatory funnel shaker 1 นาที่ปริมาตรน้ำ 1 l ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ชนิด FLD ที่ต่อกับ post column derivatizer

1.1.2 พัฒนาการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช glyphosate ในดิน การปรับสภาวะการทำงานของเครื่อง HPLC detector ชนิด DAD ที่ 200 nm โดยใช้ column IC-Pak™ สารละลายที่ใช้เป็น mobile phase ได้แก่ 3mM KH₂PO₄/ acetonitrile (950/50 v/v) ปรับ pH 3 ทดสอบ sensitivity ของเครื่องโดยใช้สารละลายมาตรฐาน glyphosate และ AMPA พบว่าสารละลายมาตรฐานมีความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ โดยมีค่า R > 0.95 และการปรับสภาวะการทำงานของเครื่อง HPLC detector ชนิด FLD ที่ต่อกับ post column derivatizer (PCX5200) โดยใช้ column Potassium Cation Exchange สารละลายที่ใช้เป็น mobile phase ได้แก่ water, 5mM KH₂PO₄ และ pickering reagent ที่ใช้สำหรับวิเคราะห์ glyphosate ทดสอบ sensitivity ของเครื่องโดยใช้สารละลายมาตรฐาน glyphosate และ AMPA พบว่าสารละลายมาตรฐานมีความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ โดยมีค่า R > 0.95 เลือกสภาวะการทำงานของเครื่อง HPLC detector ชนิด FLD ที่ต่อกับ post column derivatizer พบว่ามีช่วงในการวัด 0.07 - 4.21 ml

เปรียบเทียบวิธีการทดสอบในการสกัดตัวอย่างดินทรายเปรียบเทียบ 3 วิธีการ ดังนี้

วิธีที่ 1 ชั่งดิน 25 กรัม ความชื้น 10 % สกัดด้วยน้ำ, dichloromethane และ acidic modifier solution โดยใช้ vortex mixer (high speed) และ centrifuge 3,500 rpm โดยผ่านการ clean-up ด้วย cation-exchange resin (modified from : Method Abstract for post column Liquid chromatography ; Glyphosate and AMPA Analysis in Crops. 2006)

วิธีที่ 2 ชั่งดิน 20 g ความชื้น 10 % สกัดด้วย aqueous solution (0.25M NH₄OH และ 0.1 M KH₂PO₄) เขย่าด้วย reciprocal shaker 90 นาที และ centrifuge 3,500 rpm (modified from : Phillip L. Alferness and Yutaka Iwata. 1994)

วิธีที่ 3 ชั่งดิน 10 g ความชื้น 10 % สกัดด้วย สารละลายของ Sodium chloride 1% Potassium phosphate monobasic 0.1% และ Sodium hydroxide 0.1% โดยใช้ vortex mixer (high speed) และ centrifuge 3,500 rpm (modified from: Christensen, R., Poulson, M.E., Hermann, S., and Granby K. 2008)

ทดสอบวิธีการสกัด ที่ระดับสาร 3 ความเข้มข้น ผลการทดสอบพบว่าใน 3 วิธีการให้ % recovery ระหว่าง 72 - 94 % ส่วนการทดสอบหาค่า limit of detection (LOD) ของวิธีทดสอบอยู่ระหว่าง 0.02 mg/kg และ limit of quantitation (LOQ) 0.07 - 0.08 mg/kg เกณฑ์ในการใช้ทดสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ recovery 70-120% ค่า precision %RSD \leq 20% หลังจากพัฒนาวิธีทดสอบโดยตรวจวิเคราะห์ด้วย HPLC detector ชนิด FLD ที่ต่อกับ Post column derivatizer พบว่า วิธีที่ 3 ให้ผลการทดสอบอยู่ในระดับดี มีความเหมาะสมสำหรับใช้เป็นวิธีการทดสอบสารกำจัดวัชพืช glyphosate และ AMPA ในดินของห้องปฏิบัติการ

1.1.3 พัฒนาริวิวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช กลุ่ม phenylurea ในดิน ศึกษาสารกลุ่ม phenylurea ได้แก่ ไดเมฟูรอน (dimefuron) ไดยูรอน (diuron) ฟีนูรอน (fenuron) ฟลูโอเมตูรอน (fluometuron) ไอโซโปรทูรอน (isoproturon) ลินูรอน (linuron) เมโทโบรมูรอน (metobromuron) โมนูรอน (monuron) โดยใช้ surrogate standard ได้แก่ โมนูรอน (monuron) และ คาบาโซล (carbazole) ตาม EPA method 532 ละลายใน methanol ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ เพื่อใช้เป็นสารละลายมาตรฐานสำหรับ calibration standard และ fortified standard

สภาวะการทำงานของเครื่อง HPLC detector ชนิด DAD ที่ให้ sensitivity ที่เหมาะสม โดยปรับ flow rate อยู่ในช่วง 0.5 - 0.8 ml/ min คอลัมน์ C18, 4.6 x 250 มิลลิเมตร particle size 5 μ m เตรียมสารละลายที่ใช้เป็น mobile phase ได้แก่ 25mM potassium dihydrogen phosphate pH 2.4 และ acetonitrile และทดสอบ sensitivity ของสารละลายมาตรฐาน phenylurea ในระดับความเข้มข้น phosphate pH 2.4 และ acetonitrile ที่ความยาวคลื่น 245 นาโนเมตร

ทดสอบประสิทธิภาพในการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช phenylurea อย่างน้อย 6 ระดับความเข้มข้น (0.01 - 2.0 μ g/ml) เปรียบอย่างน้อย 2 วิธีการ ในตัวอย่างดินทราย ดินร่วน และดินเหนียว ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ผลการทดสอบประสิทธิภาพในการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช phenylurea อย่างน้อย 6 ระดับความเข้มข้น (0.01 - 2.0 μ g/ml) เปรียบอย่างน้อย 2 วิธีการ ในตัวอย่างดินทราย และดินเหนียว โดยใช้วิธีการตาม CDF method EM29.4 (2000) ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ในดินทราย ได้ค่า % recovery ของสารกำจัดวัชพืช phenylurea ระหว่าง 58 - 130% ค่า LOD ระหว่าง 0.01 - 0.03 mg/kg ค่า LOQ ระหว่าง 0.03 - 0.10 mg/kg ส่วนในดินเหนียว ได้ค่า % recovery ของสารกำจัดวัชพืช phenylurea ระหว่าง 46 - 122% ค่า LOD ระหว่าง 0.01 - 0.08 mg/kg ค่า LOQ ระหว่าง 0.03 - 0.26 mg/kg

1.1.4 พัฒนาริวิวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช กลุ่ม benzimidazole ในน้ำ ศึกษาสารกลุ่ม benzimidazole 7 ชนิด ได้แก่ เบนอิมิล (benomyl) คาร์เบนดาซิม (carbendazim) ฟูริเบนดาโซล (furibendazole) ออกซิเบนดาโซล (oxibendazole) ไทโอฟาเนต-เอทิล (thiophanate-ethyl) ไธโอฟาเนต-เมทิล (thiophanate-methyl) ไทอะเบนดาโซล (thiabendazole) และ internal standard ได้แก่ ไตรฟีนิลฟอสเฟต (triphenylphosphate) ละลายใน methanol ที่ระดับความเข้มข้น 0.05 - 5.0 μ g/ml เพื่อใช้เป็นสารละลายมาตรฐานสำหรับ calibration standard และ fortified standard ข้อมูลจาก standard method เช่น EPA method 631 รวมถึงเอกสารที่เกี่ยวข้องในการพัฒนาริวิวิเคราะห์ในการพัฒนาริวิวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่ม benzimidazole ในน้ำ

ปรับสภาวะการทำงานของเครื่อง HPLC 1100 detector ชนิด DAD โดยใช้คอลัมน์ C18, 4.6 x 250 mm particle size 5 ไมโครเมตร พร้อมการ์ดคอลัมน์ เครื่อง HPLC 1290 detector ชนิด DAD ที่ 254, 280, 285, nm โดยใช้คอลัมน์ C18, 2.1 x 50 mm particle size 1.8 nm พร้อมการ์ดคอลัมน์ เตรียมสารละลายที่ใช้เป็น mobile phase เช่น water/acetonitrile, 25 mM phosphoric acid in water/acetonitrile, 50 mM ammonium formate (pH 4) และ acetonitrile เป็นต้น ส่วนเครื่อง GC-NPD ใช้คอลัมน์ HP-5 0.32 mm, 30 m, 5 µm film thickness ทดสอบ sensitivity ของเครื่องมือชนิดต่างๆ โดยเตรียมสารเป็น single standard เพื่อหาค่า retention time ของแต่ละสาร ก่อนนำไปเตรียมเป็น mixed standard และหาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง เปรียบเทียบและเลือก condition ที่เหมาะสมกับวิธีทดสอบ

การตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-NPD หรือ GC-ECD ต้องผ่านขั้นตอนการเปลี่ยนรูปสารก่อนการวิเคราะห์ โดยใช้สาร pentafluorobenzyl bromide ทำให้เกิดความแปรปรวนในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารพิษตกค้าง จึงเปรียบเทียบการตรวจวิเคราะห์ด้วย HPLC-DAD และ HPLC-FLD สำหรับผลการทดสอบประสิทธิภาพการวิเคราะห์สารกำจัดโรคพืชกลุ่ม benzimidazole ในน้ำ %recovery ของสารกำจัดโรคพืชกลุ่ม benzimidazole ในน้ำประปาและน้ำกลั่น ใช้วิธีการสกัด 4 แบบ ได้แก่ แบบ liquid-liquid extraction สารด้วย วิธีการสกัดแบบที่ 1 ใช้ dichloromethane + sulfuric acid, วิธีการสกัดแบบที่ 2 ใช้ ethyl acetate, acetone + ammonium chloride วิธีการสกัดแบบที่ 3 ใช้ methanol + hydrochloric acid และ วิธีการสกัดแบบที่ 4 ใช้ Solid phase extraction (SPE) C18 elute ด้วย methanol ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC-DAD ที่ wavelength ระหว่าง 280 - 285 nm และ HPLC-FLD ที่ wavelength excitation 340 nm emission 455 nm ใช้ mobile phase คือ 25mM phosphate buffer และ acetonitrile ได้เปอร์เซ็นต์ของสารกลุ่ม benzimidazole ที่ความเข้มข้น 0.05 - 5 µg/l (% recovery) %recovery ของสารในน้ำประปาและน้ำกลั่น อยู่ระหว่าง 30 - 94 % RSD 4.4 - 5.7 ค่า LOD ระหว่าง 0.08 - 0.25 µg/l ค่า LOQ ระหว่าง 0.26 - 0.79 µg/l

1.2 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดแมลงและสารกำจัดวัชพืชในดินและน้ำ โดยใช้ Gas chromatograph/Mass spectrometry

ดำเนินการในปี 2554-2558

1.2.1 พัฒนาริธีวิเคราะห์สารกำจัดแมลง : โดยศึกษาสาร กลุ่มออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 10 ชนิด และกลุ่มไพรีทรอยด์ 7 ชนิด ปรับสภาวะการทำงานของเครื่อง GC/MS เพื่อให้เหมาะสมสำหรับตรวจวิเคราะห์สารพิษ 33 ชนิด แบ่งเป็นสารพิษกลุ่มออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 10 ชนิด และกลุ่มไพรีทรอยด์ 7 ชนิด ใช้ column DB - 5MS, mode SIM scan, Helium flow 1.4 ml/min, run time 35 min พบว่ามี Linearity ของสารพิษกลุ่มออร์กาโนคลอรีน กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส และไพรีทรอยด์ ได้ linearity ของสารพิษกลุ่ม

ออร์กาโนคลอรีนอยู่ในช่วง 0.01 – 7 ug/ml กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสและกลุ่มไพรีทรอยด์อยู่ในช่วง 0.01- 4 ug/ml ค่า correlation coefficient; r ของการทดสอบ linearity อยู่ระหว่าง 0.995 – 0.999

ทดสอบตัวอย่าง ดินทรายโดยสกัดตัวอย่างด้วย การเขย่าด้วย shaker และปรับเปลี่ยนสารเคมีที่ใช้ในการสกัด ได้แก่ ethyl acetate, hexane, acetone, hexane: acetone, dichloromethane: acetone ทุกตัวอย่างไม่ผ่านการ clean up สุดท้ายปรับปริมาตรให้ได้ 2 ml ด้วย hexane : acetone ผลการทดสอบวิธีการสกัดสารพิษในตัวอย่าง ที่ระดับความเข้มข้น 0.005 – 0.33 mg/kg พบว่าสกัดด้วย hexane, ethyl acetate acetone, hexane: acetone, dichloromethane: acetone มีค่าระหว่าง 59 – 139, 77-136, 62-134 และ 85-136 % ตามลำดับ จึง เลือกวิธีการสกัดด้วย ethyl acetate สำหรับทำการทดสอบในดินร่วนและดินทราย ที่ระดับความเข้มข้น 0.005 – 0.01 mg/kg ได้ค่า%recovery อยู่ระหว่าง 54 – 145 และ 75 – 161 %ตามลำดับ

เลือกวิธีการทดสอบตัวอย่างดินโดยสกัดด้วย ethyl acetate 75 ml เขย่าโดยใช้เครื่อง shaker นาน 5 ชั่วโมง ไม่ผ่านการ clean up ปรับปริมาตรสุดท้ายเป็น 2 ml ตรวจวิเคราะห์ โดยใช้เครื่อง Gas chromatography/Mass spectrometry โดยทดสอบในดินทราย ดินร่วน และดินเหนียว ที่ระดับความเข้มข้น 0.005 – 0.33 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ผลการทดสอบในตัวอย่างดินทรายและดินร่วน มีค่า recovery อยู่ในช่วง 77 - 117 และ 74 - 117 %ตามลำดับ ยกเว้น สารพิษชนิด malathion ที่อยู่ในกลุ่ม organophosphorus ที่มีค่า recovery มากกว่า 120 %ซึ่งไม่อยู่ในเกณฑ์กำหนด 70- 120 % สำหรับผลการทดสอบในตัวอย่างดินเหนียว พบว่าสารพิษกลุ่ม organochlorines มีค่า recovery อยู่ในช่วง 75 - 118 %ซึ่งอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ ส่วนสารพิษกลุ่ม organophosphorus และ pyrethroids ส่วนใหญ่มีค่า recovery มากกว่า 120 % และไม่ผ่านเกณฑ์การยอมรับ ยกเว้นสารพิษชนิด chlorpyrifos ethyl, bifenthrin, lambda cyhalothrin และ permethrin ที่มีค่า recovery ระหว่าง 104 – 115 %ซึ่งอยู่ในเกณฑ์กำหนด ทั้งนี้สารพิษที่ทดสอบในตัวอย่างดินเหนียวที่มีค่า recovery ไม่อยู่ในเกณฑ์ที่กำหนดนี้จะต้องทำการศึกษารายละเอียดประกอบอื่นเพิ่มอีกในขั้นต่อไป

ทดสอบ % recovery ในตัวอย่าง ดินร่วน ดินทราย และ ดินเหนียวผลการทดสอบสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน ความเข้มข้นในตัวอย่าง 0.01 – 0.12 mg/kg มี % recovery 101 – 122, 88 – 125 และ 70 – 118 ตามลำดับ กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ความเข้มข้นในตัวอย่าง 0.01 – 0.15 mg/kg มี % recovery 70 – 130, 69 – 128 และ 68 – 120 ตามลำดับ กลุ่มไพรีทรอยด์ ความเข้มข้นในตัวอย่าง 0.03 – 0.13 mg/kg % recovery 89 – 111, 82 - 120 และ 70 - 115 ตามลำดับ

1.2.2 พัฒนาการวิเคราะห์สารกำจัดแมลง กลุ่ม organophosphorus, organochlorine และ pyrethroid ในน้ำ : โดยศึกษาสารพิษทั้ง 3 กลุ่ม จำนวน 33 ชนิด ใช้เครื่อง GC/MS ชนิด Single Quadrupole ยี่ห้อ Agilent รุ่น MSD 5973 ควบคุมสถานะการทำงานของเครื่องดังนี้ Mode pulsed splitless, SIM mode column DB 5 - MS capillary, 30 m x 0.25 mm id, 0.25 μ m film thickness ,injector 230 °C MS

Transfer Line 280 °C, MS Quad temperature 150 °C, Ms source 230 °C Oven program 100 °C (1 min) อัตรา 15 °C/min 180 °C (1 min) อัตรา 3 °C/min 200 °C (0 min) อัตรา 1 °C/min 210 °C (0 min) อัตรา 15 °C/min 290 °C (5 min) Carrier gas helium flow 1.4 ml/min Injection volume 1 µl พบว่า Linearity ของสารละลายของสารพิษมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 10 ชนิด และกลุ่มไพรีทรอยด์ 7 ชนิด มีค่า correlation coefficient: r ระหว่าง 0.995 - 0.999

ใช้วิธีการสกัดแบบ Liquid - Liquid Partition ปริมาตรตัวอย่างน้ำ 1000 ml เขย่าด้วยเครื่อง separatory funnel shaker นานครั้งละ 3 นาที 3 ครั้ง ปริมาตรสารเคมีที่ใช้ในการสกัด 100, 50 และ 50 ml ปรับปริมาตรสุดท้ายเป็น 1 ml ด้วย hexane: acetone (1:1)

ผลการทดสอบสารเคมีที่ใช้ในการสกัด โดยใช้น้ำประปาเป็น sample blank

สารเคมีที่ใช้สกัด	% recovery		
	กลุ่ม	กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส	กลุ่มไพรีทรอยด์
Hexane	103 - 125	80 - 123	77 - 134
Ethyl acetate	71 - 123	90 - 135	103 - 110
Dichloromethane	90 - 103	77 - 129	77 - 123
Hexane : acetone (1:1)	97 - 116	90 - 123	84 - 129
Ethyl acetate : Acetone (1:1)	77 - 130	84 - 110	97 - 122
Dichloromethane : Acetone	71 - 129	84 - 116	103 - 125

เลือกวิธีการทดสอบที่ให้ผลการทดสอบ % recovery อยู่ในเกณฑ์การยอมรับไปทดสอบกับตัวอย่างน้ำ เชื้อซึ่งเป็นตัวแทนของผิวดิน

สารเคมีที่ใช้สกัด	% recovery		
	กลุ่มออร์กาโนคลอรีน	กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส	กลุ่มไพรีทรอยด์
Hexane : acetone (1:1)	82 - 110	75 - 118	90 - 107
Dichloromethane : Acetone	79 - 121	89 - 114	98 - 119

1.2.3 พัฒนาการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช 2,4-D ในดิน : โดยปรับสภาวะการทำงานของเครื่อง GC/MS เพื่อให้เหมาะสมสำหรับตรวจวิเคราะห์สารพิษ โดยใช้ column DB-5 MS ความยาว 30 m เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 mm สารเคลือบหนา 0.25 µm สำหรับแยกและวิเคราะห์สาร สภาวะการทำงานของเครื่อง GC เป็นแบบ pulsed splitless อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 65 °C คงไว้ 1 min ปรับอุณหภูมิด้วยอัตรา 15 °C / min ไปที่ 180 °C คงไว้ 1 min ปรับอุณหภูมิด้วยอัตรา 7 °C / min ไปที่ 220 °C ปรับอุณหภูมิด้วยอัตรา 7 °C / min ไปที่ 280 °C คงไว้ 1 min รวมเวลาทั้งหมด 25 min ใช้ sim mode เตรียมสารละลายของสารพิษมาตรฐานชนิด 2,4-D ในสถานะสารละลายที่เป็น acid และ ester ทดสอบ linearity ของสารละลายมาตรฐานที่ 5 ระดับความเข้มข้น คือ 0.1264, 0.3512, 0.7024, 1.4048 และ 3.5202 ได้ค่า correlation coefficient เท่ากับ 0.997 ดัดแปลงวิธีการสกัดจากวิธี BASF, 1992 ประเทศเยอรมนี กำหนดเกณฑ์การยอมรับค่า correlation coefficient เท่ากับ 0.997

วิธีการที่ใช้ทดสอบได้ดัดแปลงวิธีการสกัดจากวิธี BASF, 1992 ประเทศเยอรมนีคือทดสอบวิธีการสกัดตัวอย่างโดยชั่งตัวอย่าง 20 g (ใช้ดินทรายเป็น sample blank) ใส่ Erlenmeyer flask เติมสารสกัดตัวอย่างปริมาตร 100 ml เขย่าด้วย shaker นาน 30 min กรองผ่าน anhydrous Na_2SO_4 เก็บใน round bottom flask เติม 10 M NaOH 10 ml นำไปต้มที่อุณหภูมิ water bath 60 °C นาน 35 นาที เทตัวอย่างใส่ separatory funnel ล้าง round bottom flask ที่ใส่ตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น 50 ml เติม dichloromethane 25 ml เขย่าเบา ๆ ตั้งทิ้ง dichloromethane ปรับ pH ด้วย 3M H_2SO_4 ให้ได้ <3 เติม dichloromethane 25 ml เขย่าเบา ๆ กรองผ่าน anhydrous Na_2SO_4 ลงใน round bottom flask สกัดด้วย dichloromethane 25 ml ซ้ำอีก 2 ครั้ง ล้าง separatory funnel ที่ใส่ตัวอย่างด้วย dichloromethane 10 ml ลดปริมาตรด้วย rotary evaporator ให้เกือบแห้ง (อุณหภูมิ water bath 30 องศาเซลเซียส) เติม methanol : conc. H_2SO_4 (9:1) 5 ml เขย่าเบา ๆ ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที เทตัวอย่างลงใน separatory funnel (อันใหม่) ล้าง round bottom flask ด้วยน้ำกลั่น 15 ml เติม hexane (PR) 5 ml เขย่า ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 3 min ตั้งชั้นล่าง(ชั้นน้ำ) เติม 0.5 M NaHCO_3 15 ml เขย่า ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น ตั้งชั้นล่าง(ชั้น NaHCO_3) ชั้นบนกรองผ่าน anhydrous Na_2SO_4 ลงใน graduated tube นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC/MS

ทดสอบวิธีการสกัดที่ระดับความเข้มข้น 0.05 – 0.30 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม โดยใช้ดินทรายเป็นตัวอย่าง sample blank และปรับเปลี่ยนสารเคมีที่ใช้ทดสอบ ให้ผลการทดสอบ % recovery ดังนี้ methanol:water (8:2) ในช่วง 93-100 hexane:acetone(1:1) ในช่วง 32-67 Dichloromethane: acetone (1:1) ในช่วง 43-54

เลือกวิธีการสกัดด้วย methanol : water (8:2) ซึ่งให้ผลการทดสอบ % recovery อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ ทดสอบกับตัวอย่างดินร่วน ในช่วง 78-109 และดินเหนียว ในช่วง 76-110 ที่ระดับความเข้มข้น 0.15 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ได้ผลการทดสอบดังนี้จากการพัฒนาวิธีการสกัดสารพิษชนิด 2,4-D ในดิน โดยใช้ GC/MS พบว่าวิธีที่ดัดแปลงจากBASF, 1992 ประเทศเยอรมนี โดยใช้ methanol : water (8:2) เป็นสารสกัด ให้ผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ

1.2.4 พัฒนารีวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช 2,4-D ในน้ำ โดยปรับสภาวะของเครื่องตรวจวิเคราะห์ดังนี้ ใช้ column DB-5 MS ความยาว 30 m เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25mm สารเคลือบหนา 0.25 μm สภาวะการทำงานของเครื่อง GC เป็นแบบ pulsed splitless, sim mode อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 65 °C คงไว้ 1 min ปรับอุณหภูมิด้วยอัตรา 15 °C / min ไปที่ 180 °C คงไว้ 1 min ปรับอุณหภูมิด้วยอัตรา 7 °C / min ไปที่ 220 °C คงไว้ 1 min ปรับอุณหภูมิด้วยอัตรา 7 °C / min ไปที่ 280 °C คงไว้ 1 min รวมเวลาทั้งหมด 25 min ทดสอบ linearity โดยใช้สารละลายในสถานะที่เป็น ester ที่ 5 ระดับความเข้มข้นคือ 0.2264, 0.7024, 1.4048, 2.1072 และ 3.5202 $\mu\text{g/l}$ ได้ค่า correlation coefficient เท่ากับ 0.998

ใช้วิธีทดสอบที่ดัดแปลงจาก EPA method 8151 A, 1996 และ BASF, 1992 โดยตวงตัวอย่างน้ำ 800 ml (ใช้น้ำกลั่นเป็น sample blank) ใส่ separatory funnel ปรับ pH ด้วย sulfuric acid เติมสารสกัด 100 ml เขย่าด้วย separatory funnel shaker นาน 3 นาที กรองผ่าน anh. Na₂SO₄ เก็บใน round bottom flask สกัดซ้ำด้วยสารสกัดอีก 2 ครั้งๆ ละ 50 ml เติม 10 M NaOH 10 ml นำไปต้มที่อุณหภูมิ water bath 60 °C นาน 35 min เทตัวอย่างใส่ separatory funnel ล้าง round bottom flask ที่ใส่ตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น 50 ml เติม dichloromethane 25 ml เขย่าเบา ๆ ทิ้งชั้น dichloromethane ปรับ pH ด้วย 3M H₂SO₄ ให้ได้ <3 เติม dichloromethane 25 ml เขย่าเบา ๆ กรองผ่าน anh. Na₂SO₄ ลงใน round bottom flask สกัดด้วย dichloromethane 25 ml ซ้ำอีก 2 ครั้ง ล้าง separatory funnel ที่ใส่ตัวอย่างด้วย dichloromethane 10 ml ลดปริมาตรด้วย rotary evaporator ให้เกือบแห้ง (อุณหภูมิ water bath 30 องศาเซลเซียส) เติม methanol : conc. H₂SO₄ (9:1) 5 ml เขย่าเบา ๆ ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที เทตัวอย่างลงใน separatory funnel (อันใหม่) ล้าง round bottom flask ด้วยน้ำกลั่น 15 ml เติม hexane (PR) 5 ml เขย่าและตั้งทิ้งไว้ประมาณ 3 นาที ทิ้งชั้นล่าง (ชั้นน้ำ) เติม 0.5 M NaHCO₃ 15 ml เขย่าตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น ทิ้งชั้นล่าง (ชั้น NaHCO₃) ชั้นบนกรองผ่าน anh. Na₂SO₄ ลงใน graduated tube นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC/MS

ทดสอบวิธีการสกัดที่ระดับความเข้มข้น 0.5, 1.5 และ 5 µg/l โดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวอย่าง sample blank และปรับเปลี่ยนสารเคมีที่ใช้ ทดสอบ ให้ผลการทดสอบ % recovery ดังนี้ hexane ในช่วง 40-47 ethyl acetate ในช่วง 32-43 dichloromethane ในช่วง 60-69 และ methanol : ether (2:8) ในช่วง 75-105

เลือกวิธีการสกัดด้วย methanol : ether (2:8) ซึ่งให้ผลการทดสอบ recovery อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ ทดสอบกับน้ำเชื่อมและน้ำแม่ที่ระดับความเข้มข้น 0.5 ไมโครกรัมต่อลิตร ได้ค่าเฉลี่ย 92 และ 88 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

1.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง สารกลุ่ม organochlorine และ pyrethroid ในน้ำเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ .5

ดำเนินการในปี 2557

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง สารกลุ่ม organochlorine และ pyrethroid ได้แก่ endosulfan-sulfate, bifenthrin, cyhalothrin, cyfluthrin, cypermethrin และ fenvalerate ในน้ำ ใช้วิธีทดสอบ Inhouse method base on AOAC (1995) ผลการทดสอบ range /linearity พบว่าอยู่ในช่วง 0.02- 2.0 µg/l หาค่า accuracy และ precision ที่ความเข้มข้น 0.02- 2.0 µg/l ประเมินผลการทดสอบ จาก % Recovery พบว่า อยู่ในช่วง 160.9-114.8 และ % RSD อยู่ในช่วง 1.6-16.6 LOD และ LOQ เท่ากับ 0.008 และ 0.02 µg/l พบว่าวิธีทดสอบสารพิษวิธีนี้ให้ผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด และนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับตรวจวิเคราะห์สารพิษกลุ่ม organochlorine และ pyrethroid ในน้ำสำหรับห้องปฏิบัติการได้

1.4 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม carbamate ในน้ำเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ5

ดำเนินการในปี 2558

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบสารพิษกลุ่ม carbamate ในน้ำโดยใช้เครื่อง HPLC สารพิษที่ทดสอบจำนวน ชนิด 5 methomyl aldicarb matolcarb carbofuran และ carbaryl ใช้วิธีทดสอบ Inhouse method base on AOAC 1995 ผลการทดสอบ range /linearity พบว่าอยู่ในช่วง 0.1- 2.0 ug/l โดยมีค่า Linearity (Correlation coefficient,r) 0.997-0.999 หาค่า accuracy และ precision ที่ความเข้มข้น 0.1, 1.0 และ 2.0 ug/l ประเมินผลการทดสอบ จาก % Recovery พบว่า อยู่ในช่วง 72.7-86.7 และ % RSD อยู่ในช่วง 2.8-12.7 LOD และ LOQ เท่ากับ 0.05 และ 0.10 ug/l พบว่าวิธีทดสอบสารพิษวิธีนี้ให้ผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด และนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับตรวจวิเคราะห์สารพิษกลุ่ม carbamate ในน้ำสำหรับห้องปฏิบัติการได้

ชื่อกิจกรรมย่อยที่ 1.2 การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผักผลไม้และผลิตภัณฑ์

ทางการเกษตร รวม 36 การทดลอง

1.2.1 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม organophosphorus pyrethroid และ endosulfan ใน มังคุด

ดำเนินการในปี 2554-2555

1) ทดสอบการสกัดและ clean up วัตถุที่มีพิษกลุ่ม pyrethroid และ endosulfan 10 ชนิด ได้แก่ α -endosulfan, β -endosulfan, endosulfan sulfate, bifenthrin, cyhalothrin, permethrin, cyfluthrin, cypermethrin, fenvalerate และ deltamethrin โดยทำการทดลอง 5 วิธีการ ดังนี้

วิธีการที่ 1 สกัดโดยวิธีประยุกต์ของ Steinwandter 1985 clean up โดย เขย่า SAX: PSA (1:1) และ $MgSO_4$ ได้ % recovery เฉลี่ยระหว่าง 55-116% วัตถุที่มีพิษที่ไม่ผ่านเกณฑ์มี 6 ชนิด

วิธีการที่ 2 สกัดโดยวิธี QuEChERS 2007 ได้ % recovery เฉลี่ยระหว่าง 16-114% วิธีนี้วัตถุที่มีพิษส่วนใหญ่ไม่ผ่านเกณฑ์ (ไม่ผ่านเกณฑ์ 7 ชนิด)

วิธีการที่ 3 สกัดโดยวิธีประยุกต์ของ Steinwandter 1985 clean up โดย SAX: PSA (1:1) ชะด้วย hexane : CH_2Cl_2 (4:1) และ hexane : CH_2Cl_2 (1:1) ได้ % recovery เฉลี่ยระหว่าง 77-106% วัตถุที่มีพิษที่ไม่ผ่านเกณฑ์มี 2 ชนิด ได้แก่ fenvalerate และ deltamethrin

วิธีการที่ 4 สกัดโดยวิธีประยุกต์ของ Steinwandter 1985 clean up โดยใช้ silica gel deactivated ด้วยน้ำ 10% ชะด้วย hexane : CH_2Cl_2 (4:1) และ hexane : CH_2Cl_2 (1:1) ได้ % recovery เฉลี่ยระหว่าง 46-265% วัตถุที่มีพิษที่ไม่ผ่านเกณฑ์ได้แก่ bifenthrin และ permethrin

วิธีการที่ 5 สกัดโดยวิธี QuEChERS 2007 โดยใช้วิธีปั่นด้วย Homogenizer และใช้ปริมาณตัวอย่างและสารเคมีเป็น 2 เท่า และ clean up ด้วย SAX: PSA (1:1) ชะด้วย hexane : CH_2Cl_2 (4:1) และ hexane : CH_2Cl_2 (1:1) ได้ % recovery เฉลี่ยระหว่าง 63-161% โดยวัตถุที่มีพิษที่ไม่ผ่านเกณฑ์ ได้แก่ permethrin และ deltamethrin

2) เลือก วิธีการที่ 3 สกัดโดยวิธีประยุกต์ของ Steinwandter (1985) ด้วย acetone, dichloromethane และ sodium chloride clean up และ clean up โดยใช้ส่วนผสมของ sorbent ชนิด SAX:PSA อัตราส่วน 1: 1 ชะด้วย hexane:dichloromethane 4:1 และ 1:1 มาทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม

organophosphorus 18 ชนิด pyrethroid และ endosulfan 10 ชนิด ในมังคุด โดยใช้เครื่อง Gas chromatograph ผลการวิเคราะห์กลุ่ม organophosphorus พบว่า linearity/range ของการทดสอบอยู่ในช่วง 0.01- 2.00 mg/kg มีค่า LOQ 0.01 mg/kg ยกเว้น EPN, phosalone และ triazophos มีค่า LOQ เท่ากับ 0.02 mg/kg ส่วน LOD มีค่าอยู่ในช่วง 0.002-0.01 mg/kg ค่า accuracy และ precision ที่ระดับความเข้มข้น 0.02, 0.1 และ 0.5 mg/kg ผ่านเกณฑ์ที่กำหนดค่า คือ % recovery อยู่ในช่วง 70-120 ค่า %RSD น้อยกว่า 20 และมีค่า HORRAT ไม่เกิน 2 ส่วนผลวิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroid และ endosulfan ที่ระดับความเข้มข้น 0.02, และ 0.5 mg/kg มีค่า accuracy , precision ผ่านเกณฑ์ที่กำหนด และมีค่า LOQ เท่ากับ 0.02 mg/kg

1.2.2 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้วิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในชะอม โดยใช้เทคนิค chromatography

ดำเนินการในปี 2554

ทดสอบวิธีวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphorus ด้วยเครื่อง GC / FPD ในตัวอย่างชะอม ทดสอบ 3 วิธี ได้แก่ Steinwandter H. (1985), QuEChERS และ วิธี Kobe ของประเทศญี่ปุ่น โดยวิธีวิเคราะห์ Steinwandter H. (1985) และ วิธี Kobe ไม่มีการ clean up ตัวอย่าง และวิธี QuEChERS มีการ clean up ตัวอย่าง 3 วิธี ที่ใช้สารเคมีในการสกัดที่แตกต่างกัน ได้แก่ ใช้ Citrate extraction mix (EN15662) ใช้ acetate buffer (AOAC,2007) และแบบไม่ใช้ buffer (QuEChERS, 2003) ซึ่งวิธี QuEChERS ทั้ง 3 วิธี

ผลการทดสอบวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphorus ในชะอมพบว่า

- 1) วิธี Steinwandter H. (1985) และ Kobe ซึ่งไม่ clean up ตัวอย่าง และ QuEChERS 3 วิธี ให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันมาก
- 2) วิธีที่เตรียมตัวอย่างในน้ำแข็งแห้งให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่ดีเท่าวิธีที่ไม่ใช้น้ำแข็งแห้ง
- 3) วิธีการสกัดที่ให้ผลดีที่สุด คือ การเตรียมตัวอย่างโดยไม่ใช้น้ำแข็งแห้ง และสกัดโดยไม่ใช้ buffer (QuEChERS, 2003) รองลงมาได้แก่วิธี QuEChERS (AOAC,2007) และวิธีอื่นให้ผลการวิเคราะห์ที่ใกล้เคียงกัน ส่วนการเตรียมตัวอย่างโดยใช้น้ำแข็งแห้ง และนำไปสกัดด้วยวิธีต่างๆ ให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่ดีเท่าที่ควร
- 4) การตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-FPD พบว่าสารที่จัดอยู่ในกลุ่มที่มีความเป็น polar สูง ซึ่งเป็นสารที่มี retention time ต่ำ ควรต้องระวังในการตรวจวิเคราะห์เป็นอย่างมาก ซึ่งสารเหล่านี้จะทำให้ผลการตรวจวิเคราะห์แปรปรวนได้ง่าย

ในการทดลองครั้งนี้ไม่สามารถตรวจวิเคราะห์สาร dicotophos ได้ เนื่องจาก matrix ของตัวอย่างระดม มี peak ขึ้นตรงตำแหน่งเดียวกันกับสาร dicotophos และในสภาพการทดลองนี้ peak ของ methidathion และ prothiofos ให้ retention time ที่ตำแหน่งเดียวกันจึงเลือกใช้ prothiofos ซึ่งมีการใช้ในพืชผักมากกว่า methidathion

1.2.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง prochloraz ในพริก

ดำเนินการในปี 2554

ทำการพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง prochloraz ในพริก โดยใช้วิธีวิเคราะห์ของ Navarro et.al (2002) พบมี working range ความเข้มข้นในตัวอย่างในช่วง 0.02-2.00 mg/kg โดย linearity มีค่า $r = 0.9968$ มี LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg การทดสอบ accuracy พบว่า % recovery ในช่วง 81 – 109 จึงอยู่ในเกณฑ์ยอมรับคือมีค่าในช่วง 60–120 และ precision พบว่า มี % RSD ในช่วง 7.5-14.7 มีค่า HORRAT < 2

1.2.4 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus, pyrethroid และ endosulfan ในมะม่วง โดยวิธี QuEChERS ด้วยเทคนิค Chromatography

ดำเนินการในปี 2554

ตรวจวิเคราะห์สารมาตรฐานของวัตถุพิษ organophosphorus, pyrethroid และ endosulfan ด้วยเครื่อง GC เพื่อหาค่า retention time และปริมาณสารที่เครื่องสามารถตรวจวิเคราะห์ในช่วงที่เป็นเส้นตรง (linearity) นำมากำหนดความเข้มข้นของสารมาตรฐานเพื่อทำ calibration curve ของวัตถุพิษแต่ละชนิด ทดสอบการสกัดวิธี QuEChERS ในตัวอย่างมะม่วงเพื่อหา linearity และ working range พบว่า สารกลุ่ม organophosphorus, pyrethroid อยู่ในช่วง 0.01-3 mg/kg endosulfan อยู่ในช่วง 0.005 - 0.08 mg/kg

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (method validation) เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่มีความถูกต้องแม่นยำ เหมาะสม รวดเร็ว ทันต่อความต้องการ เสียค่าใช้จ่ายน้อย โดยใช้วิธีวิเคราะห์ QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) (Lehotay, *et al.*, 2007) ทำการสกัดตัวอย่างโดยการเขย่าด้วย acetonitrile (MeCN) containing 1% acetic acid (HAc), anhydrous $MgSO_4$ และ sodium acetate (NaAC) แล้วนำไป centrifuge โดยใช้ primary secondary amine (PSA) และ $MgSO_4$ ในการ ขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up) นำวิธีมาพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ด้วยเทคนิค fortified sample วัตถุพิษจำนวน 39 ชนิด ในมะม่วง และ ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ด้วยเครื่อง Gas Chromatography/ECD-FPD ตาม parameter ที่ทดสอบ ทำการ

ทดลองในมะม่วงที่ระดับความเข้มข้นของวัตถุมีพิษ 7 ระดับ ในช่วง 0.01-1.0 mg/kg ระดับความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ จากผลการทดสอบการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ สารพิษกลุ่ม organophosphorus, pyrethroid และ endosulfan จำนวน 39 ชนิดในมะม่วง พบว่าวัตถุมีพิษจำนวน 32 ชนิด มีความเหมาะสมในการทดสอบโดยสามารถตรวจวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง (accuracy) และมีความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ (precision) อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ในช่วงความเข้มข้น 0.01-1 mg/kg มีค่า LOD เท่ากับ 0.01 mg/kg และ LOQ อยู่ในช่วง 0.01-0.02 mg/kg สำหรับ fenvalerate ให้ผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ยอมรับที่ระดับความเข้มข้นในตัวอย่าง 0.1 mg/kg มีเพียงวัตถุมีพิษจำนวน 6 ชนิดที่ไม่ผ่านเกณฑ์การทดสอบ ได้แก่ methamidophos, acephate, monocrotophos chlorpyrifos-methyl, parathion-methyl และ permethrin วิธีวิเคราะห์นี้สามารถตรวจวิเคราะห์สารพิษในมะม่วงได้อย่างสะดวกรวดเร็ว และมีประสิทธิภาพ สามารถนำไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่ทำเป็นงานประจำและต้องการผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและถูกต้องแม่นยำ

1.2.5 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม dithiocarbamate ในกระเจี๊ยบเขียวด้วยเทคนิค headspace

ดำเนินการในปี 2554

ตรวจวิเคราะห์สารมาตรฐานของวัตถุมีพิษ กลุ่ม dithiocarbamate ด้วยเครื่อง GC โดยใช้เทคนิค headspace เพื่อหาค่า retention time และปริมาณสารที่เครื่องสามารถตรวจวิเคราะห์ในช่วงที่เป็นเส้นตรง (linearity) นำมากำหนดความเข้มข้นของสารมาตรฐานเพื่อทำ calibration curve ของวัตถุมีพิษ สกัดตัวอย่างเพื่อหา linearity และ working range ทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ตัวอย่างกระเจี๊ยบเขียว เพื่อหา accuracy และ precision ของวิธีวิเคราะห์ ที่ความเข้มข้นในตัวอย่าง 3 ระดับคือ LOQ ระดับกลาง และระดับสูง รวม ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ

ผลการพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม dithiocarbamate ในกระเจี๊ยบเขียวด้วยเทคนิค headspace โดยใช้วิธีวิเคราะห์ของ CRL for DTC version 2 (2009) พบมี working range อยู่ในช่วงความเข้มข้นในตัวอย่าง 0.003-0.013mg/kg โดย linearity มีค่า $r > 0.995$ ผลการทดสอบ accuracy พบว่า % recovery ในช่วง 75-86 จึงอยู่ในเกณฑ์ยอมรับคือมีค่าอยู่ในช่วง 60-120

1.2.6 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus , organochlorines, pyrethroids และ carbamate ในมะม่วงเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.3

ดำเนินการในปี 2554-2556

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ ซึ่งประกอบด้วย specificity/selectivity, range, linearity , limit of detection (LOD), limit of quantitation (LOQ), accuracy และ precision โดยวิธีวิเคราะห์ In house method base on Steinwandter H. 1985. Universal 5 min on-line Method for Extracting and Isolating Pesticide Residues and Industrial Chemicals. Fresenius Z Anal. Chem.322:752-754 ซึ่งห้องปฏิบัติการนำมาใช้ทดสอบสารพิษตกค้างในมะม่วงมีความเหมาะสม สามารถนำมาใช้ได้ตามพระราชบัญญัติ มาตรฐานสินค้าเกษตร พ.ศ. 2551 สอดคล้องกับค่า MRL ของ ไทย ญี่ปุ่น กลุ่มประเทศในสหภาพยุโรป มีผลการดำเนินการดังนี้

1) Organophosphorus

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี ของสาร pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, fenitrothion, profenofos, ethion และ triazophos พบว่าวิธีวิเคราะห์ มีความเฉพาะเจาะจงไม่พบสัญญาณรบกวนจาก Matrix การพิสูจน์ค่า LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg ค่า LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg range/linearity ในช่วง 0.01-4.0 mg/kg การทดสอบ accuracy และ precision ที่ความเข้มข้น 0.01-1.0 mg/kg มี % recovery ในช่วง 77.28-100.36 มี % RSD ในช่วง 2.36-13.08 ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับ

2) Organochlorine และ pyrethroid

ทดสอบวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนคลอรีน 3 ชนิดคือ α -endosulfan, β -endosulfan และ endosulfan sulfate และสารพิษตกค้างกลุ่มไพรีทรอยด์ 4 ชนิดคือ cyfluthrin, cypermethrin, fenvalerate และ deltamethrin สรุปผลได้ดังนี้ range/linearity ในช่วง 0.025-0.2 mg/kg ค่า LOD และ LOQ ของวิธีทดสอบ มีค่า 0.01 และ 0.025 mg/kg ตามลำดับ การทดสอบ accuracy โดยประเมินจากค่า % recovery ที่ระดับความเข้มข้น 0.025- 0.2 mg/kg อยู่ในช่วง 70-120 การทดสอบ precision ประเมินจาก % RSD ที่ความเข้มข้นระดับต่ำ กลาง สูง มีค่าระหว่าง 2.9 -6.0, 5.2 – 8.6 และ 4.7 – 7.5 ตามลำดับ และเมื่อนำไปประเมิน HORRAT(Horwitz' s ratio) พบว่าอยู่ในเกณฑ์กำหนด (Horwitz' s ratio < 2) ซึ่งจากการประเมินผลการทดสอบโดยวิเคราะห์ค่าต่างๆ เหล่านี้พบว่า วิธีทดสอบนี้ให้ผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์ยอมรับและสามารถนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการได้

3) Carbamate

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มคาร์บาเมทในมะม่วง โดยใช้ High performance liquid chromatography (HPLC) เพื่อยืนยันคุณลักษณะของวิธีวิเคราะห์และประเมินด้วยวิธีทางสถิติว่า วิธีวิเคราะห์นี้มีความถูกต้อง แม่นยำ มีความน่าเชื่อถือและเหมาะสมที่จะนำมาใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการ โดยวิธีทดสอบที่นำมาใช้ดัดแปลงมาจาก QuEChERS ของ AOAC Method ทำการทดสอบและประเมินผลการวิเคราะห์ต่างๆ ด้วยวิธีทางสถิติ ได้แก่ rang, linearity, accuracy, precision, LOD และ LOQ สารพิษที่ทำการทดสอบเป็นสารกลุ่มคาร์บาเมท จำนวน 5 ชนิด ได้แก่ aldicarb, carbofuran, carbaryl, methomyl และ oxamyl ผลการทดลองมีดังนี้

range/ linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.02-5 mg/kg accuracy มี % recovery มีค่าในช่วง 87.5-102.7 precision มีค่า % RSD ในช่วง 1.41-9.16 มีค่า HORRAT < 2 คือระหว่าง 0.10-0.95 ส่วน LOD และ LOQ ของวิธีทดสอบมีค่า 0.02 และ 0.05 mg/kg ตามลำดับ

จากการประเมินผลการทดสอบโดยวิเคราะห์ค่าต่าง ๆ เหล่านี้ พบว่าวิธีทดสอบนี้ให้ผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์ยอมรับตามเกณฑ์การยอมรับสากล สามารถใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ที่ให้ผลถูกต้อง แม่นยำ และสามารถนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการได้

1.2.7 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus และ pyrethroid ในพริกและมะม่วงเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.4

ดำเนินการในปี 2554-2556

1) มะม่วง

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบสารพิษตกค้าง ได้แก่ range, linearity, accuracy, precision, limit of quantitation (LOQ), limit of determination (LOD) โดยใช้ วิธีที่พัฒนามาจากวิธีของ Steinwandter H. 1985. Universal 5 min on-line Method for Extracting and Isolating Pesticide Residues and Industrial Chemicals. Fresenius Z. Anal.Chem. No.1155 สกัดตัวอย่างโดยใช้ acetone และ dichloromethane ทำการกำจัดน้ำด้วยการใช้ sodium sulphate หลังจากนั้นจึงนำมอลดปริมาตรเพื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง (preconcentration) และทำการตรวจหาชนิดและปริมาณโดยใช้เครื่อง gas chromatography

1.1) Organophosphorus ทดสอบสาร diazinon, pirimiphos methyl, chlorpyrifos, malathion และ ethion ผลการตรวจสอบ range /linearity พบว่าอยู่ในช่วง 0.01 - 4.00 mg/kg ค่า accuracy ประเมินจาก %

recovery พบว่าอยู่ในช่วง 74.542 –115.920 ซึ่ง AOAC กำหนดให้มีค่า 60–120 ค่า precision มีค่า % RSD อยู่ในช่วง 0.988-5.075 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ตามมาตรฐานของ AOAC ที่กำหนดค่า ≤ 21 ค่า LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg ค่า LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg

1.2) Pyrethroid มี % recovery อยู่ในช่วง 70-110 % RSD <20 ส่วน LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.001 mg/kg

2) ฟริก

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม organophosphorus ได้แก่ diazinon, pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, parathion-methyl, malathion, profenofos, ethion และ ethion โดยใช้วิธีทดสอบ base on stienvandter 1985 ใช้แก๊สโครมาโตกราฟ ผลการทดสอบ มี range/ linearity อยู่ในช่วง 0.01 – 4.00 mg/kg มี % recovery อยู่ในช่วง 74.5 –115.9 และ % RSD อยู่ในช่วง 0.80-20.30 และ ค่า HORRAT < 2 ส่วน LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.001 mg/kg

1.2.8 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม organophosphorus,

organochlorine, pyrethroid และ carbamate ในลำไย เพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.6 ดำเนินการในปี 2554-2555

1) Organophosphorus

ผลการพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ของสารกลุ่ม organophosphorus ในลำไย พบว่าวิธีวิเคราะห์มี working range อยู่ในช่วงความเข้มข้นในตัวอย่าง 0.01-4.00 mg/kg โดย linearity มีค่า $r > 0.995$ มี LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg การทดสอบ accuracy พบว่า % recovery ในช่วง 74 – 103 จึงอยู่ในเกณฑ์ยอมรับคือมีค่าอยู่ในช่วง 60–120 และ precision พบว่า มี % RSD ในช่วง 3.2 - 8.2 มีค่า HORRAT < 2

2) Organochlorine และ pyrethroid

ผลการพิสูจน์ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ของสาร กลุ่ม organochlorine และ pyrethroid มี % recovery อยู่ในช่วง 70-110 และ % RSD <20 ส่วน LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.001 mg/kg

3) Carbamate

ดำเนินการตรวจวิเคราะห์ carbofuran, carbaryl, methomyl และ methiocarb ในตัวอย่างลำไย โดยใช้เครื่อง HPLC post-column พบว่า linearity /working range อยู่ในช่วง 0.36-5 mg/kg R^2 อยู่ในช่วง 0.9957-0.9975 การทดสอบ accuracy และ precision ทดสอบที่ความเข้มข้นในตัวอย่าง 0.36-5 mg/kg พบว่า accuracy มี % recovery ในช่วง 73.5-105.6 ค่า precision มีค่า HORRAT (Horwitz' s ratio) ≤ 2 LOD เท่ากับ 0.18 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.36 mg/kg

1.2.9 การขยายขอบข่ายวิธีวิเคราะห์ QuEChERS เพื่อใช้เป็น screening method ในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผักและผลไม้ โดยใช้ Liquid Chromatograph/Mass Spectrometry : เทคนิค Liquid Chromatograph/Mass Spectrometry ในผลไม้

ดำเนินการในปี 2554-2558

ศึกษาการใช้วิธีตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างจำนวน 99 ชนิด Acephate, Acetamiprid, Acetochlor, Alachlor, Ametryn, Azinphos-ethyl, Azoxystrobin, Benalaxyl, Bensulfuron-ethyl, Bromacil, Bupirimate, Carbaryl, Carbendazim, Carbofuran, Carboxin, Chlorfenvinphos, Chlorfluazuron, Chlorpropham, Cymoxanil, Cyproconazole, Diazinon, Dichlofluanid, Difenoconazole, Dimethoate, Dimethomorph, Diuron, EPN, Epoxiconazole, Ethion, Ethoprophos, Fenamiphos, Fenarimol, Fenazaquin, Fenobucarb, Fenpropathrin, Fenthion, Fipronil, Flufenoxzuron, Flusilazole, Haloxyfop-methyl, Heptenophos, Hexaconazole, Hexythiazox, Iprovalicarb, Isazofos, Isoprocarb, Isoxaflutole, Kresoxim-methyl, Malathion, Mecarbam, Metalaxyl, Methamidophos, Methidathion, Methiocarb, Methomyl, Metolcarb, Metribuzin, Omethoate, Oxadixyl, Oxamyl, Paclobutrazol, Parathion, Penconazole, Pencycuron, Pendimethalin, Phenthoate, Phorate, Phosalone, Phosmet, Phosphamidon, Phoxim, Pirimicarb, Pirimiphos-ethyl, Pirimiphos-methyl, Prochloraz, Profenofos, Promecarb, Propanil, Propiconazole, Propoxur, Pyraclostrobin, Pyridaben, Quinalphos, Quinalofop-ethyl, Spiromesifen, Tebuconazole, Tebufenozide, Thiabendazole, Thiacloprid, Thiamethoxam, Tolclofos-methyl, Tolyfluanid, Triadimenol, Triazophos, Trichlorfon, Tricyclazole, Trifloxystrobin, Triflumizole และ Triflumuron

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ QuEChERS ที่มีความรวดเร็ว ง่าย ประหยัด มีประสิทธิภาพ ใช้ได้กับตัวอย่างหลายชนิด และมีความปลอดภัย ในตัวอย่างมะม่วง ซึ่งเป็นตัวแทนของผลไม้ที่มีปริมาณของสิ่งเจือปนปานกลาง (moderate pigmented matrix) จะใช้วิธี Dispersive SPE (Solid Phase Extraction) แล้วทำการตรวจหาชนิดและปริมาณของสารพิษตกค้างที่ต้องการศึกษาด้วยเทคนิค liquid chromatography ที่ต่ออยู่กับ ionization tandem mass spectrometry (LC-ESI-MS/MS) ที่ตรวจวัดในโหมด positive ion multiple reaction monitoring (MRM) จากผลการทดลองพบว่าวิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างข้างต้น สามารถตรวจได้ทั้งชนิดและปริมาณโดยมีค่า limit of quantitation (LOQ) เท่ากับ 5 ug/kg ซึ่งเป็นค่าที่ต่ำกว่าค่า maximum residue limit (MRLs; 10 ug/kg) ค่าความเข้มข้นของสารพิษตกค้างที่ทำการศึกษาประสิทธิภาพการนำกลับ (recovery) คือ

10, 20 และ 100 ng/g ค่าร้อยละของประสิทธิภาพการนำกลับ (% recovery) มีค่าอยู่ในช่วง 70-120% โดยมี RSD ต่ำกว่า 30%

1.2.10 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างในทุเรียน ด้วยวิธี QuEChERS เทคนิค

ดำเนินการในปี 2555

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์วัตถุมีพิษจำนวน 29 ชนิด ในทุเรียน โดยใช้วิธีวิเคราะห์ QuEChERS ตรวจสอบวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ด้วยเครื่อง gas chromatography –ECD/FPD ตาม parameter ที่ทดสอบ ทำการทดลองในทุเรียนที่ระดับความเข้มข้นของวัตถุมีพิษ 5 ระดับ คือ 0.01, 0.025, 0.1, 0.5 และ 1.0 mg/kg ระดับความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ จากผลการทดสอบการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษกลุ่ม organophosphate จำนวน 29 ชนิดในทุเรียน พบว่าวัตถุมีพิษจำนวน 29 ชนิด มีความเหมาะสมในการทดสอบโดยสามารถตรวจวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง (accuracy) และมีความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ (precision) อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ range ของวิธีวิเคราะห์ที่ความสัมพันธ์เชิงเส้น มีค่า correlation coefficient (r) อยู่ระหว่าง 0.997-1.0 พบว่าวิธีวิเคราะห์สามารถตรวจวิเคราะห์วัตถุมีพิษกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต 29 ชนิด อยู่ในช่วง 0.01 – 0.5 mg/kg มีค่า % การวิเคราะห์ย้อนกลับ ระหว่าง \leq 49-152 % , 60-108 % , 81- 148%, 89-132% และ 88-116% ตามลำดับ มีค่า LOD ในช่วงความเข้มข้น 0.01-0.025 mg/kg วัตถุมีพิษจำนวน 11 ชนิด มีค่า LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg ได้แก่ etroprophos, phorate, chlorpyrifos-methyl, parathion-methyl, malathion , chlorpyrifos, parathion-ethyl, methidathion, prothiophos, ethion และ triazophos วัตถุมีพิษ 13 ชนิด มีค่า LOQ เท่ากับ 0.025 mg/kg ได้แก่ dichlofos, omethoate, dicrotophos, dimethoate, diazinon, pirimiphos-methyl, fenitrothion, pirimiphos-ethyl, phenthoate, profenophos, EPN, phosalone และ coumaphos วัตถุมีพิษจำนวน 3 ชนิด มีค่า LOQ เท่ากับ 0.05 mg/kg ได้แก่ acephate, monocrotophos และ phosphamidon วัตถุมีพิษจำนวน 2 ชนิด มีค่า LOQ เท่ากับ 0.5 mg/kg ได้แก่ methamidophos และ azinphos-methyl

1.2.11 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม pyrazole ในผัก

ดำเนินการในปี 2555-2556

ศึกษาวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม pyrazole 2 ชนิด ได้แก่ pyraclostrobin เป็นสารป้องกันกำจัดโรคพืช และ chlorantraniliprole เป็นสารกำจัดแมลง ทั้งสองชนิดเป็นสารใหม่ที่กำลังนิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในต่างประเทศเพื่อทดแทนสารเคมีในปัจจุบันที่เป็นพิษต่อคนและสัตว์ หรือทดแทนสารที่มีพิษตกค้างนาน เนื่องจากออกฤทธิ์เฉพาะเจาะจงกับศัตรูพืช และมีความเป็นพิษต่ำต่อสัตว์เลี้ยงลูกด้วยนม ทดสอบการวิเคราะห์สารมาตรฐานทั้งสองชนิดนี้ด้วยเครื่องมือที่มีในทุกห้องปฏิบัติการด้านสารพิษตกค้างของกรมวิชาการเกษตร ได้แก่ HPLC และ GC-ECD

พบว่าสามารถวิเคราะห์สาร chlorantraniliprole ได้ทั้ง HPLC และ GC-ECD แต่จะให้ผลดีกว่าเมื่อวิเคราะห์ด้วย HPLC เนื่องจากเป็นสารที่มีมวลโมเลกุลค่อนข้างใหญ่คือ 387.82 และ 483.15 กรัมต่อโมล ตามลำดับ เมื่อวิเคราะห์ด้วย HPLC-DAD โดยใช้ acetonitrile : water ที่ 70:30 อัตราการไหลที่ 1 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิคอลัมน์ C-18 อยู่ที่ 25 องศาเซลเซียส ที่ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตร เมื่อทดสอบสาร pyraclostrobin จะได้ retention time อยู่ที่ 8.4 นาที ที่ระดับความเข้มข้น 6 ระดับ ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 4 มิลลิกรัมต่อลิตร ได้ linear range ดังสมการ $y = 36.7x + 0.2154$ และ correlation = 0.9999 ส่วนสาร chlorantraniliprole ในช่วงระดับความเข้มข้นเดียวกัน ได้ Linear range ดังสมการ $y = 82.3x - 0.4373$ และ correlation = 0.9996 สำหรับการวิเคราะห์สารทั้งสองชนิดนี้ด้วย GC-ECD ความไวในการวัดค่อนข้างต่ำแต่ก็สามารถวัดได้ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ในความเข้มข้น 4 ระดับ ได้ linear range ดังสมการ $y = 8586.06x - 188.51$ และ correlation = 0.9993 ส่วนสาร chlorantraniliprole ในช่วงระดับความเข้มข้นเดียวกัน ได้ linear range ดังสมการ $y = 88.13x - 0.9824$ และ correlation = 0.9995

เมื่อได้ในสถานะของเครื่องที่เหมาะสมแล้ว ทำการทดสอบวิธีการสกัดสารพิษตกค้างในผักกาดหอม คื่นช่าย และพริก เพื่อหาวิธีการที่มีประสิทธิภาพนั้น พบว่าการใช้ตัวทำละลาย acetone และ dichloromethane ที่ใช้ในวิธีการ TM-T04-R03 ของกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง ไม่สามารถตรวจวิเคราะห์ได้ และการสกัดด้วยวิธี QuEChERS ให้ประสิทธิภาพการวิเคราะห์ที่ต่ำกว่าเกณฑ์การยอมรับ (ที่ระดับ 60-115%) ส่วนการสกัดด้วย acetonitrile ให้ผลดีกว่า acetone นอกจากนี้ยังได้ทดสอบการวิเคราะห์สารพิษตกค้างตามวิธีการของ Grant, et. al. (2010) วิธีการของ Dong, et. al. (2012) และวิธีการของ Malhat (2012) พบว่า วิธีการของ Dong, et. al. (2012) ที่ประยุกต์วิธีการ QuEChERS โดยมีการเก็บสารละลายที่สกัดแล้วในอุณหภูมิ -20 เซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที สามารถวิเคราะห์สารพิษตกค้าง pyraclostrobin ได้ผลดี ประสิทธิภาพของการวิเคราะห์สารพิษตกค้างนี้ในผักกาดหอม คื่นช่าย และพริก อยู่ในช่วงร้อยละ 66–92, 88–96 และ 62-88 ค่า RSD<20% สำหรับสารพิษตกค้าง chlorantraniliprole ต้องมีการกำจัดสิ่งปนเปื้อนด้วย florisil cartridge หรือ polymer cartridge ที่เป็น strongly anion exchange หรือ SAX ประสิทธิภาพการวิเคราะห์อยู่ในเกณฑ์ 60-115% แต่ยังมีความแปรปรวนสูง ต้องมีการปรับปรุงในขั้นตอนการกำจัดสิ่งเจือปน นอกจากนี้ยังได้ทำการทดสอบผลของ matrices ที่มีผลต่อการวิเคราะห์ พบว่า ประสิทธิภาพการวิเคราะห์ไม่แตกต่างกันในพืชแต่ละชนิดที่ทำการวิเคราะห์ เมื่อได้วิธีการวิเคราะห์ที่เหมาะสมแล้ว จะได้ดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการ ได้แก่ linearity, range, accuracy, precision, LOQ, LOD

1) ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างสารกำจัดแมลง chlorantraniliprole และสารป้องกันกำจัดโรคพืชชนิด pyraclostrobin ในตัวอย่าง ผักกาดหอม คื่นช่าย และพริก ที่เป็นตัวแทนของพืชผักที่มี matrices ต่างกัน ด้วยวิธีการวิเคราะห์ 4 วิธีการ ได้แก่ วิธีการตรวจสอบสารพิษตกค้างที่ กวพ. ได้รับการรับรองแล้ว (TM-T04-R03) วิธีการ QuEChERS วิธีการของ Dang, et. al. (2012) เพื่อวิเคราะห์สารพิษตกค้าง pyraclostrobin และ วิธีการของ

Singh, et. al. (2012) เพื่อวิเคราะห์สารพิษตกค้าง chlorantraniliprole เล็กวิธี Dang, et. al. (2012) และ Singh, et. al. (2012) ในการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

2) Pyraclostrobin ใช้วิธีการของ Dang, et. al. (2012) ดำเนินการตรวจสอบ range, linearity, accuracy และ precision ผลการทดสอบมีดังนี้ range/linearity 0.05-5 mg/kg $r > 0.995$ accuracy และ precision ในค่น้ำที่ระดับความเข้มข้น 0.05 – 5 mg/kg ในผักกาดหอมที่ระดับความเข้มข้น 0.02 – 2 mg/kg และในพริกที่ระดับความเข้มข้น 0.2 – 5 mg/kg accuracy มี % recovery 70-110% ยกเว้นผักกาดหอมที่ระดับความเข้มข้น 0.02 mg/kg ไม่ผ่านเกณฑ์ ผ่านเกณฑ์ยอมรับที่ 0.05 mg/kg ส่วนตัวอย่างพริกมีที่ระดับความเข้มข้น 5 mg/kg สูงกว่า 110% เล็กน้อย ในบางซ้ำของการทดสอบ สำหรับ precision และ คำนวณค่าจากสมการ HORRAT พบว่าเป็นไปตามเกณฑ์ RSD <20% และ HORRAT < 2

3) Chlorantraniliprole ใช้วิธีการของ Singh, et. al. (2012) ดำเนินการตรวจสอบ range, linearity, accuracy และ precision ผลการทดสอบมีดังนี้ range/linearity 0.05-2 mg/kg $r > 0.995$ accuracy และ precision ที่ระดับความเข้มข้น 0.05, 0.1, 0.5 และ 2 mg/kg ในค่น้ำ และผักกาดหอม ผลการวิเคราะห์ ในค่น้ำที่ระดับความเข้มข้น 0.5 และ 2 mg/kg ผ่านเกณฑ์ ได้ค่าเฉลี่ยของ % recovery เท่ากับ 109.74 และ 89.92 ตามลำดับ ส่วนในผักกาดหอม ที่ระดับความเข้มข้น 0.1 และ 0.5 mg/kg ผ่านเกณฑ์ ได้ค่าเฉลี่ยของ % recovery เท่ากับ 77.74 และ 71.86 ตามลำดับ แต่ที่ระดับความเข้มข้น 2 mg/kg ได้ค่าเฉลี่ยของ recovery เท่ากับ 64.79 ต่ำกว่าเกณฑ์ แต่ยอมรับ precision และอยู่ในเกณฑ์เมื่อคำนวณจากสมการ HORRAT ส่วนในพริกมีสารรบกวนมาก ไม่สามารถวิเคราะห์โดยใช้ HPLC ได้

1.2.12 การพัฒนาเทคนิคการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผัก โดยใช้ Gas Chromatograph/Mass Spectrometry

ดำเนินการในปี 2555

เตรียมสารมาตรฐาน 110 ชนิด ทำการ mixed และนำไปตรวจวิเคราะห์ ด้วยเครื่อง GC /MS เพื่อจัดกลุ่มให้เหมาะสม ทดสอบความพร้อมของ การใช้งาน Database NIST, Japan, Agilent ของเครื่อง ทำการสกัดตัวอย่าง ค่น้ำ มะเขือเทศ ใบแมงลัก ด้วยวิธี QuEChERS เพื่อนำสารละลายที่มาจากสารสกัดตัวอย่างมาใช้ในการเตรียมสาร working standard solutionแบ่งกลุ่มสารมาตรฐาน 110 ชนิด นำมาเตรียม working standard solution ที่เตรียมจากสารละลาย ที่สกัดจากตัวอย่าง ค่น้ำ มะเขือเทศ ใบแมงลัก ด้วยวิธี QuEChERS โดยตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC /MS โดยใช้ Database NIST, Japan, Agilent และ software DRS เพื่อหาปริมาณต่ำสุดของสารในตัวอย่าง ที่ตรวจวิเคราะห์ได้โดยใช้ software DRS ของเครื่อง พบว่าความสามารถในการตรวจวิเคราะห์สารต่ำสุดแตกต่างกันตามชนิดของตัวอย่าง พบว่าความสามารถในการตรวจวิเคราะห์ลดลงเมื่อเทียบกับ working standard solution ที่เตรียมจาก solvent

ทำการทดลองหาผลของ matrix ในตัวอย่างพืช จำนวน 4 ชนิด ได้แก่ ค่น้ำ ผักกาดขาว พริกและใบแมงลัก โดยใช้สารมาตรฐาน 149 ชนิด ตรวจวิเคราะห์ด้วย GC-MS และประมวลผลเปรียบเทียบกับ library สำเร็จรูปที่มากับ

เครื่อง ซึ่งประกอบด้วย Japan list ที่สามารถประมวลผลได้ 527 ชนิดและ pesticide list (tripest) 926 ชนิด เปรียบเทียบกัน พร้อมใช้สารละลายมาตรฐานที่ไม่มี matrix เปรียบเทียบด้วย โดยเตรียมสารละลายเพื่อเปรียบเทียบ ที่ความเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.05 และ 0.1 mg/kg เพื่อความสะดวกต่อการ วิเคราะห์ผลจึงแบ่งสารละลายมาตรฐาน เป็น 4 กลุ่ม (mix 1-mix 4) ผลที่ความเข้มข้นสูงสามารถวิเคราะห์สารได้ประมาณ 70 ชนิดที่อยู่ในตัวอย่างพืช แต่ที่ ความเข้มข้นต่ำโดยเฉพาะ 0.01 mg/kg วิเคราะห์ผลได้ไม่ถึง 10% และในสารละลายมาตรฐานที่ไม่มี matrix ได้ผล น้อยกว่าใน matrix อย่างไรก็ตามการทดสอบโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูปที่ใช้ mode ในการวิเคราะห์เป็น scan mode ซึ่งเหมาะสำหรับการ scan ตัวอย่างในเบื้องต้น แต่การวิเคราะห์ที่ให้ผลต่ำกว่านี้อาจใช้ PVT ซึ่งจะต้องมีการพัฒนา ต่อไป

1.2.13 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม pyrethroid ในมะม่วงเพื่อขอการ รับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.2

ดำเนินการในปี 2555

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม pyrethroids จำนวน 6 ชนิดสารได้แก่ lambda cyhalothrin, permethrin, cyfluthrin, cypermethrin, fenvalerate, และ deltamethrin ในมะม่วง โดย ห้องปฏิบัติการได้ทำการศึกษาใน 6 ปัจจัยหลัก คือ range, linearity, accuracy, precision, limit of detection (LOD), และ limit of qualification (LOQ) และจากผลการทดสอบ range และ linearity, พบว่า R^2 อยู่ในช่วง 0.995-0.999 ซึ่ง ผ่านเกณฑ์การยอมรับ คือ $R^2 > 0.995$ และการตรวจสอบ accuracy ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.02, 0.30, และ 2.0 mg/kg ได้ค่า mean % recovery อยู่ระหว่าง 70-91, 91-109, และ 84-97 ตามลำดับ ซึ่ง ผ่านเกณฑ์การยอมรับ ในส่วนของการตรวจสอบ precision ที่ 3 ระดับความเข้มข้น คือ 0.02, 0.10 และ 1.0 mg/kg พบว่า HORRAT อยู่ในช่วงระหว่าง 0.62-0.99, 1.15-1.70, และ 1.51-1.92 ตามลำดับ ซึ่ง ผ่านเกณฑ์การ ยอมรับ คือ มีค่า Horwitz's ratio < 2 และนอกจากนี้การตรวจสอบที่ระดับความเข้มข้น LOD ของสารพิษตกค้างแต่ละชนิด ซึ่งให้ค่า signal to noise > 2 ได้ค่า LOD อยู่ในช่วง 0.002-0.009 mg/kg และได้ค่า LOQ ที่ระดับความเข้มข้น 0.02 mg/kg ซึ่งจากผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่าวิธีวิเคราะห์มีความถูกต้องและ แม่นยำ มีความน่าเชื่อถือ และสามารถใช้เป็นวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างทางการเกษตร กลุ่ม pyrethroid ของ ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 2 และใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ในการขอ ขยายขอบข่ายการรับรองห้องปฏิบัติการได้

1.2.14 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม organochlorine, pyrethroid และ carbamate ในมะม่วงเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.5

ดำเนินการในปี 2555-2556

1) Organochlorine และ pyrethroid

ตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างมะม่วงเพื่อหา accuracy และ precision ของวิธีวิเคราะห์ ในตัวอย่างมะม่วงโดยทำการทดลองความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ พบว่าสาร กลุ่ม pyrethroid และ endosulfan มี % recovery อยู่ในช่วง 70-110 และ % RSD <20 ส่วน LOD เท่ากับ 0.005 และ LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg

2) Carbamate

ตรวจวิเคราะห์กลุ่ม carbamate ได้แก่ aldicarb, metolcarb, isoprocarb, fenobucarb และ promecarb ในตัวอย่างมะม่วง พบว่ามี range /linearity ในช่วง 0.05 - 2 mg/kg มีค่า R^2 0.996-0.998 การทดสอบที่ความเข้มข้นในช่วง 0.05-2 mg/kg มี % recovery ในช่วง 71-115 % ส่วน % RSD ในช่วง 2.44-15.84 ค่า LOD เท่ากับ 0.03 mg/kg และค่า LOQ เท่ากับ 0.05 mg/kg

1.2.15 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง spinetoram ในมะม่วง

ดำเนินการในปี 2555

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ วัตตุมิพิช spinetoram ซึ่งมี 2 isomer คือ XDE-175-J และ XDE-175-L และสาร metabolite 5 ชนิด คือ XDE-175-N-formyl-J, XDE-175-N-demethyl-L และ XDE-175-N-demethyl-J รวมทั้งสิ้น 5 สาร ทดสอบในตัวอย่างมะม่วง โดยใช้วิธี Steinwandter และ QuEChERS โดยใช้เครื่อง LC/MS/MS ผลการทดสอบ linearity, working range พบว่าอยู่ในช่วง 3-1,000 ng/mL accuracy, precision ของวิธี Steinwandter มี % recovery อยู่ในช่วง 82-101 และ %RSD อยู่ในช่วง 1-2 วิธี QuEChERS มี % recovery อยู่ในช่วง 68-120 และ % RSD อยู่ในช่วง 9-14 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้

1.2.16 การพัฒนาเทคนิคการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง chlormequat และ mepiquat ในผลไม้ โดยใช้ Liquid Chromatograph/Mass Spectrometry

ดำเนินการในปี 2555-2556

สภาวะของเครื่องมือตรวจวิเคราะห์ LC-MS/MS สำหรับนำไปประยุกต์ใช้หาสภาวะที่เหมาะสม ได้แก่ ชนิดของ Column (HILIC 150 mm × 2.1 mm, 3 μ m), Flow rate (0.2 – 1.0 mL/min), Injection volume (5-20

μL), ionic strength of mobile phase (10-50 mM formic/ammonium formate) และ Fragment, Dewell time, Collision จากผลการทดลองพบว่าเมื่อความเข้มข้นของ ammonium formate buffer เพิ่มขึ้น สารจะถูกชะออกจากคอลัมน์เร็วและมีค่า retention time น้อย และมีค่าความไว (sensitivity) สูง ดังนั้นจึงเลือก 50 mM ammonium formate buffer ในการตรวจวิเคราะห์

ศึกษาวิธีการสกัด chlormequat และ mepiquat ในมะม่วง โดยเลือกวิธีการสกัด 3 วิธี ได้แก่ QuEChERS, สกัดตัวอย่างด้วย 1% formic acid in acetonitrile และ สกัดตัวอย่างด้วย 1% Formic acid in Methanol โดยทดสอบที่ความเข้มข้น 0.05 mg/kgพบว่า วิธีการสกัด 3 วิธี สาร chlormequat มี % recovery 97.47, 100.27 และ 94.47 และ % RSD 8.69, 6.38 และ 13.31 ตามลำดับ สาร mepiquat มี % recovery 98.07, 111.33 และ 119.80 และ %RSD 10.42, 4.86 และ 4.65 ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับทั้ง 3 วิธี

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ chlormequat และ mepiquat ในตัวอย่างมะม่วง โดยใช้วิธีทดสอบ QuEChERS (base on QuPPE-Method, Anastassiades *et al.* (2011)) ผลการทดสอบ specificity/selectivity) พบว่าไม่มี matrix effect จึงใช้สารมาตรฐานที่เตรียมใน solvent ในการหาปริมาณ working range/ linearity ของสารทั้ง 2 ชนิด อยู่ในช่วง 0.005-5.0 mg/kg พบว่าค่า $R^2 \geq 0.995$ accuracy และ precision ที่ 0.05-1.00 mg/kg สาร chlormequat มี % recovery อยู่ในช่วง 90-107 %RSD อยู่ในช่วง 3.45 - 5.85 สาร mepiquat มี % Recovery อยู่ในช่วง 94 -114 และ % RSD อยู่ในช่วง 3.32-4.92 สารทั้ง 2 ชนิดมีค่า limit of detection เท่ากับ 0.01 mg/kg และค่า limit of quantitation เท่ากับ 0.02 mg/kg

1.2.17 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่ม phenylurea ในผลไม้

ดำเนินการในปี 2555

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มฟีนิลยูเรีย (phenylurea) ในสับปะรด เป็นการพัฒนาและปรับวิธีการจากวิธีมาตรฐาน คือ QuEChERS, SweEt Method และ Steinwandter (1985) ด้วยเครื่อง HPLC-UV โดยเลือกวิธีการที่ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ที่มีความถูกต้องแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ยอมรับมาใช้เป็นวิธีวิเคราะห์สำหรับห้องปฏิบัติการ จากการเปรียบเทียบวิธีการสกัดทั้ง 3 วิธี การสกัดสารพิษตกค้างด้วยวิธี QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) ให้ผลการตรวจสอบที่มีประสิทธิภาพสูงสุด ซึ่งสกัดตัวอย่างสับปะรดด้วย acetonitrile, magnesium sulfate และ Sodium chloride นำส่วนที่สกัดได้ไปทำการขจัดสิ่งปนเปื้อน (clean up) ด้วย primary secondary amine (PSA) และ magnesium sulfate แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC /UV ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โดยการใช้เทคนิค fortified sample ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ กลุ่ม phenylurea ที่ทำการตรวจสอบ ได้แก่ diuron และ isoproturon พาราเมเตอร์ๆ ที่ใช้

ในการตรวจสอบ ได้แก่ range, linearity, accuracy, precision, limit of quantitation (LOQ) และ limit of detection (LOD)

ผลการตรวจสอบพบว่า range/linearity ของสารทั้ง 2 ชนิด มีค่า correlation coefficient (R^2) > 0.995 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ โดย range ของการทดสอบอยู่ในช่วง 0.01 – 2.00 mg/kg การพิสูจน์ accuracy จากการหา % recovery อยู่ในช่วง 75.9 -109.2 precision ของสารพิษตกค้าง ให้ค่า HORRAT ไม่เกิน 2 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ มีค่า LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg และมีค่า LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg

1.2.18 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง captan และ folpet ในผลไม้

ดำเนินการในปี 2555

ตรวจวิเคราะห์สารมาตรฐานของวัตถุที่มีพิษ เครื่อง GC /MS/MS โดย GC-MSD/SIM folpet มีค่า retention time ที่ 9.12 Qlon =147, 76, 104 captan มีค่า retention time ที่ 9.38 Qlon = 79, 151, 80, 77

เปรียบเทียบโครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน ในตัวทำละลาย ในสิ่งปนเปื้อนที่สกัดจากตัวอย่าง (matrix) ในตัวทำละลาย+analyte protectants (AP) และใน matrix+analyte protectants (AP) พบว่าเมื่อเติม analyte protectants (AP) ให้ฟิคของสารมาตรฐานมี sensitivity ที่ดีที่สุดเนื่อง analyte protectants (AP) จะช่วยทำให้ฟิคสูงและแคบขึ้น และพบว่าสารปนเปื้อนที่สกัดจากตัวอย่าง (matrix) ส่งผลให้ response ของฟิค ของสาร captan และ folpet สูงขึ้นเมื่อเทียบกับการเตรียมสารมาตรฐานในตัวทำละลาย ซึ่งทำให้ต้องเตรียมสารมาตรฐานใน matrix เพื่อคำนวณปริมาณสารตกค้าง

เปรียบเทียบวิธีการสกัดระหว่างวิธี Stienwandter กับ QuEChERS โดยพิจารณาจากค่า Recovery ที่ความเข้มข้น 0.5 mg/kg พบว่าวิธี Stienwandter พบว่า % recovery สาร folpet ในช่วง 68-72 สาร captan ในช่วง 62-98 วิธี QuEChERS พบว่า % recovery สาร folpet ในช่วง 60-70 สาร captan ในช่วง 66-72

ทดสอบการสลายตัวของสารจากการเตรียมตัวอย่างโดยเตรียมที่อุณหภูมิห้อง และที่ความเย็นสูงโดยใช้น้ำแข็งแห้ง นำมาสกัดด้วยวิธี QuEChERS และวิธี Steinwandter (1985) ศึกษา ในตัวอย่างองุ่นโดยเปรียบเทียบตัวอย่าง พบว่า ในการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง captan และ folpet ในองุ่นโดย GC-MSD/SIM ใช้ได้ดีกับวิธี Stienwandterและจะให้ผลดียิ่งขึ้นเมื่อใช้น้ำแข็งแห้งในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างและเติม analyte protectants (AP)ในขั้นตอนก่อนการฉีดตัวอย่างเข้าเครื่อง GC-MSD

1.2.19 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง emamectin benzoate ในมะพร้าว

ดำเนินการในปี 2556

ทดสอบวิธีวิเคราะห์และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ สารพิษตกค้าง emamectin benzoate emamectin B1a และ emamectin B1b โดยใช้ LC-MS/MS และวิธีทดสอบ QuEChERS มีผลการทดลองดังนี้ การศึกษา range จากผลการทดลองพบว่าวิธีวิเคราะห์ emamectin benzoate (emamectin B1a และ emamectin B1b) มีค่า range/linearity อยู่ในช่วง 0.002-1.00 mg/kg การศึกษา accuracy ที่ความเข้มข้น 0.004- 0.10 mg/kg พบว่า emamectin B1a มี % recovery ในช่วง 83-102 emamectin B1b มี % recovery ในช่วง 70-106 precision มีค่า HORRAT <2 ค่า limit of detection เท่ากับ 0.004 mg/kg และค่า limit of quantitation เท่ากับ 0.02 mg/kg

1.2.20 การศึกษาความคงตัว (Stability)ในการเก็บรักษา สารมาตรฐานกลุ่ม organophosphorus ที่อุณหภูมิ ต่าง ๆ

ดำเนินการในปี 2556

ศึกษาสารละลายมาตรฐาน กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 11 ชนิด dimethoate, diazinon, parathion-methyl, pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, pirimiphos-ethyl, methidathion, profenofos, ethion, triazophos และ EPN

20.1 สารมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ความบริสุทธิ์สูง ที่วันหมดอายุแตกต่างกัน (วันหมดอายุ ตั้งแต่ปี 2003-2015) โดยนำมาเตรียม Working Standard ความเข้มข้น 0.2 ppm แล้วตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC นำ response ของเครื่องวิเคราะห์มาเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานที่ยังไม่หมดอายุ โดยให้ response ของมาตรฐานที่ยังไม่หมดอายุ เป็น 100 % โดยสารที่ยังคงสามารถใช้ได้ต้องมี response ในช่วง 90-110 % พบว่า สารมาตรฐานยังคงสภาพแม้ว่าหมดอายุไปแล้ว มีดังนี้ methidathion หมดอายุไปแล้ว 12 ปี chlorpyrifos, pirimiphos methyl และ diazinon หมดอายุไปแล้ว 11 ปี EPN และ triazophos หมดอายุไปแล้ว 7 และ 6 ปี ตามลำดับ ส่วนสารอื่นๆไม่คงสภาพเมื่อหมดอายุไปแล้ว ได้แก่ dimethoate 3 ปี, parathion methyl 5 ปี, pirimiphos ethyl 6 ปี, profenophos 4 ปี, ethion 5 ปี แสดงให้เห็นว่าสาร chlorpyrifos, irimiphos methyl, methidathion และ diazinon เป็นสารที่มีความคงทน สามารถนำไปใช้ได้ แม้ว่าหมดอายุไปแล้วมากกว่า 10 ปี และ triazophos และ EPN แม้ว่าหมดอายุไปแล้วมากกว่า 6 ปี เมื่อเก็บรักษาไว้ที่ -20°C

20.2 ศึกษาความคงตัวของ internal standard solution ความเข้มข้น 50 ppm ที่ เก็บรักษาที่ -20°C ที่ระยะเวลา 1,2,3,4,5 และ 6 เดือน เทียบกับสารมาตรฐานที่เตรียมใหม่พบว่ามี % RPD 0-6 แสดงว่าสารมาตรฐาน intermediate solution ให้มีอายุการใช้งานนาน 6 เดือน

20.3 ศึกษาความคงตัวของ working standard ความเข้มข้น 0.2 ppm ที่ระยะเวลาการเก็บรักษาที่อุณหภูมิ -20°C ที่ระยะเวลา 28 วัน พบว่าสารมาตรฐานที่ได้เตรียมเป็น working standard solution มีระยะเวลาในการเก็บรักษาและใช้งานโดยที่ยังคงประสิทธิภาพของสารมาตรฐานไว้ ไม่เกิน 1 เดือน

20.4 เปรียบเทียบความคงตัวของสารละลายมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสความเข้มข้น 0.2 ppm ที่เก็บรักษาที่อุณหภูมิห้อง ที่ระยะเวลา 0-4 สัปดาห์ จากการทดลองพบว่า dimethoate, diazinon, methidathion และ profenofos มีความคงตัวที่ 1 สัปดาห์ parathion-methyl, pirimiphos methyl, chlorpyrifos, pirimiphos-ethyl, ethion, triazophos และ EPN ความคงตัวที่ 4 สัปดาห์

1.2.21 การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐานกลุ่ม carbamate ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ดำเนินการในปี 2556

ศึกษาสารละลายมาตรฐาน กลุ่ม carbamate 7 ชนิด ได้แก่ carbofuran-3-hydroxy, carbofuran, carbaryl, isoprocarb, methiocarb, methomyl และ promecarb

21.1 เปรียบเทียบความแตกต่างของสัญญาณ (respond) ของสารมาตรฐานที่หมดอายุ กับ สารมาตรฐานที่ยังไม่หมดอายุ โดยให้ เปอร์เซ็นต์ความแตกต่าง (% RPD) ไม่เกิน 10% ทดสอบสารมาตรฐาน ที่อายุแตกต่างกัน (วันหมดอายุ ตั้งแต่ปี 2006-2017) โดยเตรียมสารมาตรฐานเป็น working standard ตรวจวิเคราะห์ ด้วยเครื่อง LC-MS/MS พบว่า carbofuran และ methomyl ยังคงใช้ได้เมื่อหมดอายุแล้วไม่เกิน 3 ปี ส่วนสารอื่น มีสารมาตรฐานที่หมดอายุไม่เพียงพอที่จะสรุปความคงทนได้แต่พบว่า ไม่สามารถ methiocarb หมดอายุไปแล้ว 7 ปี และ carbofuran-3-hydroxy หมดอายุไปแล้ว 9 ปี ส่วนสารที่ยังคงใช้ได้เมื่อหมดอายุแล้วได้แก่ promecarb หมดอายุแล้ว 2 ปี และ isoprocarb หมดอายุแล้ว 1 ปี

21.2 นำสารมาตรฐานที่เตรียมไว้ ที่ยังไม่หมดอายุ มาเตรียม mixed intermediate standard solution ความเข้มข้น 100 ppm นำไปเก็บไว้ที่อุณหภูมิ -20°C มีความคงทนที่ 6 เดือน มี % RPD ในช่วง 1.5-3.8 เมื่อเทียบกับสารมาตรฐานที่เตรียมใหม่ ส่วนที่ 7 เดือนมีการสลายตัว โดยมี % RPD ในช่วง 13.5-26.1

21.3 ศึกษาความคงตัวของ working standard ความเข้มข้น 0.1 ppm เก็บไว้ที่อุณหภูมิต่าง -20°C เปรียบเทียบความแตกต่างของสัญญาณ (respond) กับสารมาตรฐานที่เตรียมขึ้นใหม่ พบว่า มีอายุการใช้งานได้ 30 วันมี (% RPD ในช่วง 4.0-4.6) และไม่เกิน 45 วัน (% RPD ในช่วง 5.7-10.0)

21.4 การเปรียบเทียบการเก็บรักษา working Standard ความเข้มข้น 0.1 ppm ที่อุณหภูมิ -20°C และ 25°C เป็นเวลา 4 สัปดาห์ พบว่าสารมาตรฐานยังคงสภาพเมื่อเก็บรักษานาน 4,2 และ 1 สัปดาห์ ตามลำดับ ยกเว้น isoprocarb ยังคงสภาพเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 4°C นาน 3 สัปดาห์

1.2.22 การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐาน abamectin ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ดำเนินการในปี 2556

1) เปรียบเทียบความคงตัวของสารมาตรฐาน abamectin ที่เป็น Primary standard เก็บไว้ที่อุณหภูมิต่าง - 20⁰C โดยเปรียบเทียบ Area ของสารมาตรฐาน abamectin ที่มีวันหมดอายุแตกต่างกันโดยให้สารมาตรฐานที่หมดอายุ 2013 คิดเป็น 100% แล้วนำสารมาตรฐานที่หมดอายุปี ค.ศ 2010, 2007 และ 2005 มาเปรียบเทียบให้ผล % RPD เท่ากับ 18.40, 19.16 และ 20.85 ตามลำดับ ถ้ากำหนด % RPD แตกต่างกันไม่เกิน 10% ดังนั้นสารมาตรฐาน abamectin ที่หมดอายุเกิน 3 ปี ไม่สามารถนำมาใช้ในการตรวจวิเคราะห์เชิงปริมาณได้

2) การศึกษาความคงตัวของ intermediate standard ความเข้มข้น 100 ppm เก็บไว้ที่อุณหภูมิ -20⁰C ที่ระยะเวลาต่างๆ ผลจากการศึกษา พบว่าในเดือนที่ 3 มีค่า %RPD=9.34 ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้ 10 % ดังนั้นจึงควรเก็บรักษาได้ไม่เกิน 2 เดือนซึ่งมีค่า %RSD เท่ากับ 4.92

3) จากการศึกษาความคงตัวของ working standard ความเข้มข้น 0.5 ppm เก็บไว้ที่อุณหภูมิต่าง -20⁰C ที่ระยะเวลาต่างๆ ผลการเปรียบเทียบความแตกต่าง (%RPD) พบว่าการเก็บรักษาในช่วง 0 - 45 วันให้ผล % RPD ไม่เกิน 10% ส่วนที่ 60 - 105 วันให้ผล % RPD >10 ดังนั้น working standard ของ abamectin มีอายุใช้งานไม่เกิน 45 วัน

4) เปรียบเทียบความคงตัวของสารละลายมาตรฐาน abamectin เข้มข้น 0.5 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ -20, 5, 25 และ 40 องศาเซลเซียส โดยศึกษา 10 สัปดาห์ พบว่า ที่อุณหภูมิ -20 และ 5⁰C สารมาตรฐานมีความคงทน 5 สัปดาห์โดยไม่เสื่อมสภาพ ที่อุณหภูมิ 25⁰C สารมาตรฐานมีความคงทนมีความคงทน 2 สัปดาห์ และ ที่อุณหภูมิ 40⁰C สารมาตรฐานมีความคงทนมีความคงทน 1 สัปดาห์

1.2.23 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในพืชที่มีความเป็นกรดสูง

ดำเนินการในปี 2556

ทำการทดสอบการพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในพืชที่มีความเป็นกรดสูง ในพืชตระกูลส้ม (citrus fruits) โดยใช้วิธีการสกัดแบบ QuEChERS โดยใช้ acetonitrile และ magnesium sulfate และจัดสิ่งปนเปื้อนด้วย PSA , GCB และ magnesium sulfate การทดสอบหา working range/ linearity พบว่าสารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส มีค่าอยู่ในช่วง 0.02 - 4.0 mg/kg สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน มีค่าอยู่ในช่วง 0.01 - 1.0 mg/kg สารกลุ่มไพรีทรอยด์ มีค่าอยู่ในช่วง 0.06 - 4.0 mg/kg accuracy ของวิธีสกัด มี % recovery อยู่ในช่วง 70-120 % และ precision ของวิธีการสกัด มี % RSD < 20

1.2.24 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม neonicotinoid ในผลไม้

ดำเนินการในปี 2556

ศึกษาการตรวจวิเคราะห์สารพิษกลุ่ม neonicotinoid insecticide ได้แก่ acetamepid, clothianidin, dinotefuran, imidacloprid, thiacloprid, thiamethoxam และสารละลายมาตรฐานอนุพันธ์ของ imidacloprid ได้แก่ 6-chloronicotinic acid, IMI olefin, IMI 5-hydroxy, IMI dihydroxy และ IMI urea รวม 11 ชนิด

ทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ QuEChERS (2003) ของสาร 7 ชนิด ได้แก่ acetamiprid, chlothianidin, dinotefuran, imidacloprid, thiacloprid, thaimethoxam และ 6-chloronicotinic acid ในตัวอย่างมะม่วง ด้วยเครื่อง HPLC-UV โดยทดสอบ linearity/working range อยู่ในช่วง 0.01-2.0 mg/kg accuracy มี % recovery ในช่วง 86 – 110% (ยกเว้น 6-chloronicotinic acid ในช่วง 64 – 80% limit of detection (LOD) เท่ากับ 0.005 mg/kg และ limit of quantification (LOQ) เท่ากับ 0.01 mg/kg

ศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง LC-MS/MS ของสารกลุ่ม neonicotinoid insecticide 11 ชนิด เพื่อกำหนดค่า MRM Precursor/Product Ion Transitions and Instrument Condition จนได้สถานะของเครื่อง LC-MS/MS ที่สามารถนำไปใช้ตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม neonicotinoid insecticide 11 ชนิด ได้

1.2.25 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม carbamate ในพริกเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.2

ดำเนินการในปี 2556

ทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ที่พัฒนาขึ้นเองของกรมวิชาการเกษตร ทดสอบสารกลุ่มคาร์บาเมท 9 ชนิด ได้แก่ methomyl, carbofuran-3-OH, aldicarb, carbofuran, carbaryl, isoprocarb, fenobucarb, methiocarb และ promecarb ในตัวอย่างพริก ด้วยเครื่อง HPLC พบว่าค่า range / linearity อยู่ในช่วง 0.01-1.50 mg/kg ค่า LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg (ยกเว้น methomyl เท่ากับ 0.005 mg/kg) และ LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg (ยกเว้น methomyl เท่ากับ 0.02 mg/kg) ค่า accuracy ที่ 0.01-1.00 mg/kg โดยการหา % recovery อยู่ใน ช่วง 60-120 precision มี ค่า HORRAT อยู่ใน ช่วง 0.18-1.68

1.2.26 การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษาสารมาตรฐานกลุ่ม Pyrethroid ที่อุณหภูมิต่างๆ

ดำเนินการในปี 2557

1) ศึกษาความคงตัวของสารมาตรฐาน กลุ่ม pyrethroid โดยตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC ศึกษาสารจำนวน 10 ชนิดได้แก่ α -endosulfan, β -endosulfan, endosulfan-SO₄, bifenthrin, L-cyhalothrin, permethrin, cyfluthrin, cypermethrin, fenvalerate และ deltamethrin ซึ่งเป็น primary standard โดยเปรียบเทียบความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน working standard ความเข้มข้น 0.1 ppm ที่เตรียมจากสารที่หมดอายุกับสารมาตรฐานที่ไม่หมดอายุ พบว่า สารมาตรฐานที่มีความคงทน 1 ปี ได้แก่ bifenthrin และ deltamethrin สารมาตรฐานที่มีความคงทน 2 ปี ได้แก่ cyfluthrin สารมาตรฐานที่มีความคงทน 3 ปี ได้แก่ α -endosulfan และ β -endosulfan ส่วนสารมาตรฐานที่มีความคงทน น้อยกว่า 5 ปี ได้แก่ L-cyhalothrin, permethrin และ fenvalerate ส่วนสารมาตรฐาน endosulfan-SO₄ และ cypermethrin ไม่สามารถสรุปความคงทน ได้เนื่องจากไม่มีสารมาตรฐานที่หมดอายุ ที่สามารถนำมาเปรียบเทียบได้

2) ศึกษาความคงตัวของ intermediate standard ความเข้มข้น 100 ppm เก็บรักษาที่อุณหภูมิ -20⁰C โดยเปรียบเทียบความเข้มข้นระหว่างสารละลายมาตรฐานที่เตรียมขึ้นใหม่ (fresh intermediate) กับความเข้มข้นที่เก็บรักษาที่เวลาแตกต่างกัน ซึ่งจากผลการทดลอง ในช่วงเดือนที่ 1-6 มีค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่าง (difference) อยู่ในช่วง 0.995-9.644 ซึ่งไม่เกิน 10% ยกเว้น cypermethrin เดือนที่ 6 มีค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่าง (Difference) เท่ากับ 16.216 แสดงว่า intermediate standard ความเข้มข้น 100 ppm ของสารกลุ่ม pyrethroid มีอายุ 6 เดือน โดยการเก็บรักษาที่ -20⁰C ยกเว้น cypermethrin มีอายุ 5 เดือน

3) ศึกษาความคงตัวของ working standard ความเข้มข้น 0.1 ppm ที่อุณหภูมิ 25 และ 4⁰C นาน 4 สัปดาห์ พบว่าที่อุณหภูมิ 4⁰C สาร α -endosulfan, β -endosulfan, endosulfan-SO₄ และ fenvalerate มีอายุการใช้งาน 4 สัปดาห์ สาร bifenthrin, L-cyhalothrin, permethrin, cyfluthrin, cypermethrin และ deltamethrin มีอายุการใช้งาน 3 สัปดาห์ ส่วนที่อุณหภูมิ 25⁰C ทุกสารมีอายุการใช้งาน 2 สัปดาห์

1.2.27 การศึกษาประสิทธิภาพของการสกัดสารพิษตกค้างกลุ่ม Pyrethroid และ Organophosphorus ในผักผลไม้ด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ

ดำเนินการในปี 2557

ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง โดยใช้ขั้นตอนของวิธีการตรวจสอบสารพิษตกค้างที่ กวพ.ได้รับการรับรองแล้ว (TM-T04-R03) คัดเลือกและเตรียมสารมาตรฐานกลุ่ม pyrethroid จำนวน 5 สารมาตรฐาน ได้แก่ bifenthrin, L-

cyhalothrin , cypermethrin , fenvalerate และ deltamethrin สารมาตรฐานกลุ่ม organophosphorus จำนวน 9 สารมาตรฐาน ได้แก่ dichlorvos , diazinon , pirimiphos-methyl , chlorpyrifos , pirimiphos-ethyl , prothiophos , ethion , triazophos และ EPN

ทำการวิเคราะห์ในตัวอย่าง 3 ชนิด ได้แก่ ผักคะน้า , ผักกาดขาว และ มะม่วง เพื่อทดสอบหา recovery อย่างน้อยสามระดับความเข้มข้น (สูง กลาง ต่ำ) โดยใช้ตัวทำละลายที่เลือกใช้เพื่อศึกษาประสิทธิภาพ จำนวน 5 ชนิด ได้แก่ acetone , hexane ethyl acetate , acetonitrile และตัวทำละลายผสม hexane กับ ethyl acetate วิเคราะห์สารพิษตกค้างด้วยเทคนิค GC-ECD และ GC-FPD

ทดสอบ accuracy และ precision ของการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม pyrethroid และ กลุ่ม organophosphorus ในมะม่วง คะน้า และผักกาดหอม ที่ระดับความเข้มข้น 0.05 – 1.0 mg/kg โดยทดสอบความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ ผลการทดสอบ พบว่า

1) การใช้ acetone สกัดสารพิษตกค้างทั้งสองกลุ่ม ผ่านเกณฑ์ทดสอบ accuracy ที่ระดับ 60 – 110 % ทั้งสามตัวอย่างที่ทำการทดลอง ยกเว้นในตัวอย่างผักคะน้าที่มีสารรบกวนการวิเคราะห์มาก ทำให้สารพิษตกค้างบางสาร มีเปอร์เซ็นต์การคืนกลับที่ต่ำกว่า 60% เล็กน้อย ในบางซ้ำของการทดสอบ ซึ่งต้องมีการทดสอบเพิ่มเติม

2) การใช้ acetonitrile และตัวทำละลายผสม hexane กับ ethyl acetate ในตัวอย่างทั้งสามชนิด พบว่า ข้อมูลส่วนใหญ่ก็มีค่าผ่านเกณฑ์ทดสอบ accuracy ที่ระดับ 60 – 110 % ยกเว้นสาร dichlorvos ที่ไม่ผ่านเกณฑ์ ให้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับสูงกว่า 110 %

3) การใช้ ethyl acetate และ hexane ในตัวอย่างทั้งสามชนิด ข้อมูลส่วนใหญ่ ให้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับที่สูงกว่า 110 % ไม่ผ่านเกณฑ์ทดสอบ

1.2.28 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus, pyrethroid และ endosulfan ในพืชน้ำมัน

ดำเนินการในปี 2557- 2558

ศึกษาสารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus ได้แก่ dimethoate, diazinon, parathion-methyl, pirimiphos-methyl, chlorpyrifos , parathion-ethyl, pirimiphos-ethyl และ profenofos กลุ่ม pyrethroid ได้แก่ cypermethrin, lamda-cyhalothrin และ, permethrin และ endosulfan ได้แก่ alpha-endosulfan, beta-endosulfan และ endosulfan sulphate ตรวจวิเคราะห์โดยเครื่อง gas chromatograph หัวตรวจวัด FPD และ ECD ศึกษาถั่วเหลืองเป็นตัวแทนของพืชน้ำมัน ทำการศึกษาวิธีสกัดและกำจัดน้ำมันออกจากถั่วเหลือง

เนื่องจากถั่วเหลืองเป็นพืชที่มีน้ำมันสูงโดยถั่วเหลือง 100 g ประกอบด้วย คาร์โบไฮเดรต 30.16 g ไขมัน 19.94 g และ โปรตีน 36.49 g

ทดสอบการ clean up โดยสกัดตัวอย่างด้วยวิธี QuEChERS และทดสอบการ clean up เพื่อขจัดน้ำมัน รวม 5 วิธี ได้แก่ การไม่ใช้สาร clean up , การแช่แข็ง (freezing out) ร่วมกับใช้สาร PSA, ใช้สาร PSA, ใช้สาร PSA และ C18 และใช้สาร PSA และ MgSO₄ นำไปหาปริมาณน้ำมันโดยการ ชั่ง น้ำหนัก พบว่าวิธี freezing out +PSA สามารถลดปริมาณน้ำมัน ได้เพียง 29 % ส่วนวิธีการอื่นๆสามารถลดปริมาณน้ำมัน ได้ 47-50 %

การหาประสิทธิภาพของวิธีการสกัดและขจัดสิ่งปนเปื้อน 3 วิธีดังนี้

1) วิธี QuEChERS ของ European method – EN 15662 (2007) โดยสกัดด้วย acetonitrile และ Clean up ด้วย Sampli Q EN dispersive SPE นำไปตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphorus, pyrethroid และ endosulfan

2) วิธีประยุกต์ของ Steinwandter 1985 โดยสกัดด้วย acetone, sodium chloride และ dichloromethane นำไปตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphorus แบ่งสารละลายตัวอย่างไป clean up ด้วย silica gel ที่ deactivated ด้วยน้ำ 10 % นำไปตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroid และ endosulfan

3) วิธีประยุกต์ของ Netherlands method โดยสกัดด้วย acetonitrile, sodium chloride และ dichloromethane และ partition ด้วย acetonitrile ที่อิ่มตัวด้วย hexane นำไปตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphorus แบ่งสารละลายตัวอย่างไป clean up ด้วย florisisil นำไปตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroid และ endosulfan

ผลการทดสอบพบว่าสามารถใช้วิธีที่ 3 ในการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ใช้วิธีที่ 2 ในการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ ในพืชน้ำมัน

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โดยสกัดตัวอย่างด้วยวิธีที่ 3 ร่วมกับการนำตัวอย่างแช่ตู้เย็น -20 °C 2 ชั่วโมง (freezing out) ก่อนทำการ partition นำไปตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphorus แบ่งสารละลายตัวอย่างไป clean up ด้วย silica gel ที่ deactivated ด้วยน้ำ 10 % (วิธีที่ 2) นำไปตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroid และ endosulfan พบว่า range / linearity สารกลุ่ม organophosphorus อยู่ในช่วง 0.02-1.00 mg/kg สารกลุ่ม pyrethroid และ endosulfan อยู่ในช่วง 0.01-1.00 mg/kg accuracy มี % recovery สารกลุ่ม organophosphorus อยู่ในช่วง 71-101 สารกลุ่ม pyrethroid และ endosulfan อยู่ในช่วง 72-94

precision มีค่า %RSD น้อยกว่า 20 ค่า LOD สารกลุ่ม organophosphorus เท่ากับ 0.02 mg/kg สารกลุ่ม pyrethroid และ endosulfan เท่ากับ 0.01 mg/kg

1.2.29 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม dithiocarbamate ในผักและผลไม้ โดยใช้เทคนิค Gas Chromatograph/Mass Spectrometry

ดำเนินการในปี 2557- 2558

ศึกษาสารกลุ่ม dithiocarbamate ได้แก่ zineb thiram propineb maneb ferbam และ mancozeb สามารถตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Gas Chromatograph/ Mass Spectrometry และรายงานผลเป็นคาร์บอนไดซัลไฟด์ (CS₂) โดยค่า Codex MRL ในมะม่วงมีค่าเท่ากับ 2 mg/kg และในพริกมีค่าเท่ากับ 1 mg/kg

เตรียมเคมีที่ใช้ในการทดสอบได้แก่ สารมาตรฐาน mancozeb มีค่าความบริสุทธิ์ 77 % สารเคมี ได้แก่ Tin(II) chloride, Hydrochloric, CS₂ และ ตัวทำละลาย ได้แก่ isooctane

ทดสอบการตรวจวิเคราะห์ CS₂ ด้วย เครื่อง Gas Chromatograph/Mass Spectrometry (GC-MS) เพื่อหาสภาวะเครื่องที่เหมาะสมโดยตรวจวัด target ion 76 m/z

ทำการตรวจวิเคราะห์โดยเติม mancozeb ใน ตัวอย่างมะม่วง 50 g แล้วเติม isooctane 4 ml และ stannous (II) chloride 100 ml ปิดฝาขวดต้มใน water bath ที่อุณหภูมิ 80 °C 1 ชั่วโมง เขย่าทุก 15 นาที แล้ววางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง ดูดสารละลายขึ้นบนมาตรวจวิเคราะห์ ด้วยเครื่อง GC-MS พบว่าการทดสอบ ตัวอย่าง 5 ความเข้มข้น พบว่าการตรวจวิเคราะห์ CS₂ (ซึ่งมาจาก สาร mancozeb) มีค่า linearity และ range อยู่ในช่วง 0.04-5.0 mg/kg ค่า LOQ ของ CS₂ ในตัวอย่าง เท่ากับ 0.01 mg/kg

1.2.30 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง chlorothalonil ในผักและผลไม้

ดำเนินการในปี 2557- 2558

หาความสามารถในการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC ECD, GC-MS และ LC/MS-MS โดยเตรียมสารมาตรฐานจากสารสกัดตัวอย่างค่น้ำและมะม่วงที่ไม่มีสาร chlorothalonil ตามวิธี Steinwandter และ QuEChERS เพื่อใช้เป็น matrix solvent พบว่า สามารถใช้ GC-ECD ในการตรวจวิเคราะห์ได้ ส่วน GC/MS ไม่สามารถตรวจในปริมาณที่ต่ำได้ และ LC/MS-MS ใน negative mode โดยใช้ ESI พบว่าการแตกตัวของ chlorothalonil ไม่สมบูรณ์ ซึ่ง GC-ECD ตรวจพบสาร chlorothalonil ใน solvent ได้ 0.001 µg/ml แต่เมื่อใช้ matrix มะม่วงสามารถ ตรวจพบในสารละลายตัวอย่าง 0.002 mg/ ml (วิธี QuEChERS) และ 0.003 mg/ ml (วิธี Steinwandter) ส่วน matrix ค่น้ำตรวจพบที่ 0.001 mg/ ml (วิธี QuEChERS) และ 0.002 mg/ ml (วิธี Steinwandter)

การทดสอบวิธีวิเคราะห์วิธี Steinwandter กับ QuEChERS ในตัวอย่าง ค่ะน้ำและมะม่วง ที่ความเข้มข้น 0.01, 0.02 และ 0.05 mg/kg ตรวจวิเคราะห์ด้วย GC-ECD พบว่ามะม่วงวิธีที่สกัดด้วย QuEChERS ให้ผล % recovery ในช่วง 90-120 ส่วนวิธี Steinwandter ผลไม่อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ ส่วนคะน้ำที่สกัดด้วย Steinwandter พบว่า % recovery อยู่ในช่วง 71-116 ส่วนวิธี QuEChERS ไม่อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ

ทดสอบการตรวจวิเคราะห์ chlorothalonil ด้วย GC-MS/MS พบว่าสามารถตรวจวิเคราะห์ได้ดี จึงทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ QuEChERS ในตัวอย่างมะม่วง ด้วยเครื่อง GC-MS/MS พบว่า Linearity อยู่ในช่วง 0.01-0.50 mg/kg ค่า limit of detection เท่ากับ 0.005 mg/kg และ limit of quantitation เท่ากับ 0.01 mg/kg สำหรับการศึกษาค่า accuracy และ precision ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.01 ถึง 0.50 mg/kg พบว่า % recovery ในช่วง 90-105 % RSD อยู่ในช่วง 3.12-7.09 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ

1.2.31 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง fipronil และ สารอนุพันธ์ ในผลไม้

ดำเนินการในปี 2557

ศึกษา fipronil และ สารอนุพันธ์ ได้แก่ fipronil sulfone, fipronil sulfide, fipronil desulfonil และ fipronil carboxamide ตรวจวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Liquid Chromatograph Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS) หาสถานะที่เหมาะสมของเครื่อง LC-MS/MS ได้แก่ precursor, product ion, dwell time, fragmentor และ collision

ศึกษาวิธีการสกัดสารละลายตัวอย่าง องุ่น โดยใช้วิธี QuEChERS (EN Method) และเปรียบเทียบในขั้นตอนการกำจัดสิ่งปนเปื้อน 3 วิธี ดังนี้

- 1) MgSO₄ 750 mg + PSA 125 mg (M1)
- 2) MgSO₄ 750 mg + PSA 125mg +GCB 125 mg (M2)
- 3) MgSO₄ 750 mg + PSA 125mg +GCB 37.5 mg (M3)

จากผลการทดลองทั้ง 3 วิธีที่ใช้ในการกำจัดสิ่งปนเปื้อนให้ค่า % recovery อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ (AOAC, 2002) ซึ่งในขั้นตอนการสกัดจะต้องดำเนินการศึกษาต่อไปเพื่อให้ได้วิธีที่เหมาะสมที่สุดในการตรวจวิเคราะห์ fipronil และสารอนุพันธ์

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการตรวจวิเคราะห์ QuEChERS (EN Method) โดยการหา linearity และ range ของวิธีวิเคราะห์พบว่า fipronil และสารอนุพันธ์ มีค่าอยู่ในช่วง 0.001-0.5 mg/kg และมีค่า R²>0.995 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ accuracy (%Recovery) ที่ระดับความเข้มข้น 3 ระดับ มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 96 -106

precision ที่ระดับความเข้มข้นในช่วง 0.001- 0.01 mg/kg ค่า % RSD อยู่ในช่วง 0.97-8.12 มีค่า HORRAT<2 ค่า LOD เท่ากับ 0.001 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.005 mg/kg

1.2.32 การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐานกลุ่ม fungicide ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ดำเนินการในปี 2557-2558

ศึกษาวิธีการทางเอกสารและสถิติที่เกี่ยวข้องกับความคงตัวของสารมาตรฐานได้แก่ SANCO/12571/2013 กำหนดให้สัญญาณการตรวจวัดของ สารมาตรฐานเก่าต้องมีค่าความแตกต่างกับสารใหม่ไม่เกิน 10 % เมื่อกำหนดให้ สารมาตรฐานใหม่มีค่า 100 % และ USDA เรื่องการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ กำหนดให้สัญญาณการ ตรวจวัดของ สารมาตรฐานเก่า ต้องมีความแตกต่างของค่า RF (the response factor : Area or height of each standard divided by the concentration of that standard) มีค่าไม่เกิน 10% relative percent difference เมื่อเทียบกับสารใหม่

สำรวจสารมาตรฐานกลุ่ม fungicide ที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการเพื่อกำหนดวิธีการศึกษา พบว่ามีสารในกลุ่ม fungicide 40 ชนิดที่มีวันหมดอายุ ตั้งแต่ปี ค.ศ. 2003-2017 และ มีความบริสุทธิ์ของสารในช่วง 94.5-99.9 % และมีสารที่ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง LC-MS/MS จำนวน 33 ชนิด และ GC-MS จำนวน 7 ชนิด

ศึกษาสารมาตรฐาน 24 ชนิด ได้แก่ azoxystrobin, benalaxyl, cymoxanil, cyproconazole, difenoconazole, dimethomorph, epoxiconazole, fenamedone, flusilazole, imazalil, kresoxim-methyl, metalaxyl, oxycarboxin, penconazole, prochloraz, propamocarb, pyrazophos, pyrimethanil, tebuconazole, tolcllofos-methyl, triadimefon, triadimenol, tricyclazole และ trifloxystrobin เนื่องจาก สามารถนำมา mixed และตรวจวิเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง LC-MS/MS ในการ run เพียงครั้งเดียว เก็บรักษาสาร มาตรฐานความเข้มข้น 0.1 µg/ml ในอุณหภูมิห้อง ตู้เย็นและตู้แช่ ความเข้มข้น 1.0 µg/ml ในอุณหภูมิห้องตู้แช่ โดยตรวจสอบการระเหยของตัวทำละลายโดยการชั่งน้ำหนัก พบว่าที่อุณหภูมิห้อง สารส่วนใหญ่มีความคงทน อยู่ใน เกณฑ์ยอมรับ ยกเว้นสาร cymoxanil , oxycarboxin และ tolcllofos-methyl มีการสลายตัวต่ำกว่าเกณฑ์ยอมรับ โดยระยะเวลาที่ สารที่มีความเข้มข้นลดลงเหลือ < 90 % ได้แก่ cymoxanil ที่ 10 วัน oxycarboxin ที่ 30 วัน ส่วนผลการศึกษาตู้เย็น สารมีความคงทนถึง 90 วัน การเก็บในตู้แช่ พบว่าที่ระยะเวลา 1 -12 เดือน ทุกสารยังคงมี ความคงทน อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ ส่วนสารมาตรฐาน 1.0 µg/ml เก็บรักษาที่อุณหภูมิ freezer (น้อยกว่า -18 °C) ที่ ระยะเวลา 3 -12 เดือน พบว่าทุกสารมีความคงทน อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ

1.2.33 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในพืชสมุนไพร โดยใช้

Gas Chromatograph

ดำเนินการในปี 2557- 2558

ทดสอบวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในพืชสมุนไพร 2 ชนิดคือโหระพาและสะระแหน่ใช้วิธีการสกัดแบบ QuEChERS ใช้ acetonitrile , magnesium sulfate และ sodium chloride เป็นสารสกัดและกำจัดขจัดสิ่งปนเปื้อนโดยใช้ magnesium sulfate, primary secondary amine (PSA) และ graphitized carbon black (GCB) ทำการทดสอบโดยเติม pesticide ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส จำนวน 14 ชนิดตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-FPD การทดสอบพบว่า ทำการทดสอบโดยเติม pesticide ของสารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส จำนวน 13 ชนิดคือ dimethoate, diazinon, parathion-methyl, pirimiphos-methyl, malathion, chlorpyrifos, parathion-ethyl, pirimiphos-ethyl, methidathion, profenophos, ethion, triazophos และ EPN ที่ระดับความเข้มข้น 3 ระดับๆละ 7 ซ้ำ คือ 0.025, 0.1 และ 0.2 mg/kg กลุ่มออร์กาโนคลอรีน 3ชนิด คือ α -endosulfan, β -endosulfan และ endosulfan-sulfate ที่ระดับความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.008, 0.04 และ 0.08 mg/kg สารกลุ่มไพรีทรอยด์ 1 ชนิด คือ bifenthrin ที่ระดับ 0.04, 0.1 และ 0.4 mg/kg

ผลการทดสอบ พบว่า สารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสทั้ง 13 ชนิดอยู่ในเกณฑ์ทดสอบ accuracy มีค่า mean recovery อยู่ในช่วง 70-120 % ทั้ง 3 ระดับความเข้มข้น ยกเว้น EPN ที่ระดับความเข้มข้น 0.1 mg/kg ไม่ผ่านเกณฑ์ยอมรับ ส่วน precision มีค่า HORRAT ไม่เกิน 2 มีความถูกต้องของการทำซ้ำ RSDr (repeatability) น้อยกว่า Horwitz equation มีค่า limit of quantification(LOQ) อยู่ในช่วง 0.02- 0.06 mg/kg ส่วน สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ มีค่า recovery ไม่ผ่านเกณฑ์ยอมรับ

1.2.34 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง pymetrozine ในผัก

ดำเนินการในปี 2557- 2558

ศึกษาวิธีวิเคราะห์ pymetrozine ด้วยวิธี QuEChERS multi-residue method (Anastasiades M., 2003) และวิธี SweEt Method (New advances in Ethyl Acetate Method) โดยใช้เครื่อง LC-MS/MS ศึกษาในตัวอย่าง ผัก โดยเลือกตัวอย่างผักใบจำนวน 2 ชนิด คือ ผักกาดหอม กะหล่ำปลี และตัวอย่างผักที่เป็นผล จำนวน 1 ชนิด คือ มะเขือเทศ

ผลการทดสอบวิธีวิเคราะห์ ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.05 และ 0.1 ppm พบว่าวิธี QuEChERS มี % recovery ทดสอบในตัวอย่างผักกาดหอม ในช่วง 71.8 –94.5 กะหล่ำปลี ในช่วง 80.1–95.1 และมะเขือเทศ ในช่วง

96.6 –117.7 ส่วนวิธี SweEt Method มี % recovery ทดสอบในตัวอย่างผักกาดหอม ในช่วง 71.1 –102.0 กะหล่ำปลี ในช่วง 79.7 –98.2 และมะเขือเทศ ในช่วง 78.2–114.6

การตรวจสอบความใช้ได้วิธี SweEt ของการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง pymetrozine ในผักกาดหอม linearity ในช่วง 0.005- 1.0 mg/kg Range ในช่วง 0.01 - 1.0 mg/kg ทดสอบ accuracy และ precision ที่ความเข้มข้น 0.01 mg/kg จำนวน 21 ซ้ำพบว่า % recovery ในช่วง 71-82.5 และ %RSD (relative standard deviation for reproduceibility) เท่ากับ 9.91 ส่วน ค่า LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg

การตรวจสอบความใช้ได้วิธี QuEChERS ของการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง pymetrozine ในผัก 9 ชนิดได้แก่ ต้นหอม ผักกาดขาวปลี แตงกวา มะเขือเทศ ผักกาดหอม ถั่วฝักยาว แครอท หน่อไม้ฝรั่ง และ เห็ดเข็ม พบว่า linearity ในช่วง 0.005- 1.0 mg/kg range ในช่วง 0.01 - 1.0 mg/kg ทดสอบ accuracy และ precision ที่ความเข้มข้น 0.01 mg/kg จำนวน 6-30 ซ้ำพบว่า % recovery ในช่วง 70-118 และ % RSD (relative standard deviation for reproduceibility) ในช่วง 6.8-17.6 ส่วน ค่า LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg

สามารถใช้วิธี QuEChERS multi-residue method และวิธี SweEt Method ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง LC-MS/MS วิเคราะห์สารพิษตกค้าง pymetrozine ในผัก ให้ผลการตรวจวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้

1.2.35 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphate ใน หอมแดง

ดำเนินการในปี 2557

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สาร กลุ่มออร์แกโนฟอสฟอรัส จำนวน 23 ชนิด ได้แก่ dichlorvos (DDVP), methamidophos, mevinphos, diazinon, omethoate, dicrotophos, monocrotophos, dimethoate, pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, parathion-methyl, pirimiphos, malathion, fenitrothion, parathion, prothiophos, methidathion, profenofos, triazophos, ethion, EPN, phosalone และ azinphos ใน หอมแดง โดยใช้วิธี QuEChERS method ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรมิเตอร์

หาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์แกโนฟอสฟอรัส ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรเมตรี ตั้ง electron impact ionization (EI) ที่ 70 eV และตรวจวัดในรูปแบบ SIM ทำการหา SIM Ion และสภาวะของเครื่องอื่นๆที่เหมาะสม กับการทดสอบ

การปรับวิธีวิเคราะห์

1) เลือกชนิดของตัวทำละลายในการสกัดสารพิษตกค้าง (extraction solvent) ได้แก่ acetone+dichloromethane(1:1) (pH 5-6), acetonitrile (pH 5-6) และ 1% acetic acid in acetonitrile (pH 4) ทำการทดสอบตัวอย่างหอมแดง ที่ความเข้มข้น 0.1 mg/kg พบว่าตัวทำละลายทั้ง 3 วิธี ให้ผลการวิเคราะห์ ในช่วง 50-120 และไม่แตกต่างกัน

2) ปรับปริมาณ PSA ในการ clean- up ตัวอย่าง 5 ml เป็น 25, 50,100, 150 และ 200 mg ทดสอบที่เข้มข้น 0.1 mg/kg พบว่าปริมาณ PSA ที่ให้ค่า % recoveries อยู่ในเกณฑ์ 60-120% คือ 100, 150, และ 200 mg PSA แสดงว่าปริมาณที่เหมาะสมสำหรับการ clean- up ตัวอย่างโดยใช้ PSA 150 mg

3) ปรับปริมาณ NaCl ในการ สกัดเป็น 0, 4, 8, 10 และ 20 % (W/V) พบว่าทดสอบที่เข้มข้น 0.1 mg/kg ทดสอบที่เข้มข้น 0.1 mg/kg พบว่า การเติมเกลือโซเดียมคลอไรด์ที่ 10% และ 20% ให้ % recoveries ดีที่สุดคือช่วง 67-113% และ 68-119% ตามลำดับ

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

วิธีการตรวจวิเคราะห์ QuEChERS (EN 15662 method) ที่มีการปรับ โดยสกัดตัวอย่างหอมแดง 10 g ด้วย 10 ml acetone+dichloromethane (1:1) มีการเติม 10% NaCl+4.0g MgSO₄ และ clean up ตัวอย่าง 5 ml ด้วย 150 mg PSA+ 300 mg MgSO₄ ผลการทดสอบพบว่า range / linearity อยู่ในช่วง 0.02 – 2.0 mg/kg ยกเว้น methamidophos, dichlorvos, omethoate, monocrotophos และ azinphos มีช่วงความเข้มข้น 0.05-2.0 mg/kg ค่า LOD เท่ากับ 0.006 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.02 mg/kg ยกเว้น methamidophos, dichlorvos ,omethoate, azinphos และ monocrotophos ค่า LOD เท่ากับ 0.02 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.05 mg/kg ค่า accuracy ที่ความเข้มข้น 0.02, 0.10, และ 2.00 mg/kg พบว่า % recovery ในช่วง 60-120 precision มี ค่า HORRAT ในช่วง 0.1-1.8

1.2.36 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus และ pyrethroid ในพืชผักและผลไม้โดยวิธี QuEchERS

ดำเนินการในปี 2558

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus และ pyrethroid ในแตงโม โดยวิธี QuEchERS

1) Organophosphorus

ศึกษาสาร 10 ชนิด ได้แก่ dichlorvos, diazinon, pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, malathion, fenitrothion, profenofos, ethion, triazophos และ EPN พบว่า working range/ Linearity ในช่วง 0.01 – 4.00 mg/kg Specificity/Selectivity สาร) ทุกชนิดที่ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี มีความเฉพาะเจาะจงไม่พบ Matrix effect

LOD พบว่าสาร 6 ชนิด ได้แก่ dichlorvos, diazinon, pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, fenitrothion และ ethion มีค่า LOD เท่ากับ 0.01 mg/kg สาร 3 ชนิด ได้แก่ malathion, triazophos และ EPN มีค่า LOD เท่ากับ 0.02 mg/kg และ profenofos มีค่า LOD เท่ากับ 0.05 mg/kg

LOQ พบว่าสาร 5 ชนิด ได้แก่ dichlorvos, diazinon, pirimiphos-methyl, fenitrothion และ ethion มีค่า LOQ เท่ากับ 0.02 mg/kg สาร 2 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos และ EPN มีค่า LOQ เท่ากับ 0.05 mg/kg สาร 3 ชนิด ได้แก่ malathion, triazophos และ profenofos มีค่า LOQ เท่ากับ 0.10 mg/kg

accuracy มี % recovery ในช่วง 76.01-110.70 และ precision มี % RSD ในช่วง 1.027 - 6.464 และค่า HORRAT <2

2) Pyrethroid

ศึกษาสารกลุ่มไพรีทรอยด์ จำนวน 6 ชนิด ได้แก่ lamdacyhalothrin, permethrin, cyfluthrin, cypermethrin, fenvalerate และ deltamethrin พบว่า working range/ Linearity ในช่วง 0.001 – 2.00 mg/kg ทดสอบ specificity/selectivity สารทุกชนิดที่ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี มีความเฉพาะเจาะจงไม่พบ matrix effect

LOD เท่ากับ 0.005 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.01 mg/kg accuracy มี % recovery ในช่วง 73.45-108.50 และ precision มี % RSD ในช่วง 0.990- 8.907 และค่า HORRAT <2

กิจกรรมที่ 2 : การพัฒนาสมรรถนะการให้บริการของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ประกอบด้วย 3 การทดลอง ดังนี้

2.1 การทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการในการวิเคราะห์สารพิษกลุ่มไพรีทรอยด์ในน้ำโดยใช้ Gas Chromatograph

ดำเนินการในปี 2554

เปรียบเทียบผลการทดสอบสารพิษตกค้าง กลุ่มไพรีทรอยด์ 7 ชนิด ได้แก่ bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda cyhalothrin และ permethrin มีความเข้มข้นในตัวอย่าง 0.30-5.0 $\mu\text{g/L}$ ในตัวอย่างน้ำ ห้องปฏิบัติการที่เข้าทดสอบได้แก่ ห้องปฏิบัติการในส่วนภูมิภาคของกรมวิชาการเกษตร ได้แก่ สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1-8 (สวพ. 1-8) และห้องปฏิบัติการของภาคเอกชนได้แก่ บริษัท ห้องปฏิบัติการกลาง (ประเทศไทย) จำกัด สาขาต่าง ๆ ซึ่งได้รับการตอบรับการเข้าร่วมโปรแกรมการทดสอบ 15 ห้องปฏิบัติการ รวมทั้งให้เจ้าหน้าที่ของห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตรที่ปฏิบัติงานทดสอบเข้าร่วมการทดสอบด้วย 5 ท่าน นับรวมเป็นห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมการทดสอบในครั้งนี้ 20 ห้องปฏิบัติการ รายการทดสอบสารพิษกลุ่มไพรีทรอยด์น้ำ ซึ่งก่อนทำการเตรียมและจัดส่งตัวอย่างให้กับห้องปฏิบัติการต่าง ๆ ได้ทดลองเตรียมและทดสอบ รวมทั้งวิเคราะห์ตัวอย่างตามวิธีมาตรฐาน ISO Guide 35 ได้แก่ ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneity) และความคงทน (stability) ของตัวอย่าง สารพิษที่ทำการทดสอบเป็น ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยใช้ ANOVA แบบ single factor ค่า $C_{critical}$ ของการทดสอบเท่ากับ 3.02 ค่า C_{value} มีค่าระหว่าง 0.23 – 1.02 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด $C_{value} < C_{critical}$ นั่นคือตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ส่วนการทดสอบความคงทนของตัวอย่างสามารถใส่ในขวดพลาสติกที่อุณหภูมิห้อง 25 ± 5 องศาเซลเซียส ได้นานไม่เกิน 3 วัน ยกเว้น bifenthrin ที่สามารถเก็บได้นานถึง 21 วัน การทดสอบที่ตู้เย็นอุณหภูมิ 5 ± 3 องศาเซลเซียส สามารถเก็บได้นานระหว่าง 3- 10 วัน ยกเว้น bifenthrin ที่สามารถเก็บได้นาน 45 วัน ส่วนการเก็บรักษาตัวอย่างใน Freezer อุณหภูมิ -20 ± 5 องศาเซลเซียส สามารถเก็บได้นาน 3 เดือน ยกเว้นสารพิษชนิด lambda cyhalothrin และ cyflurhtin ที่เก็บได้นานเพียง 14 วัน สำหรับการทดลองเตรียมและจัดส่งตัวอย่างให้กับห้องปฏิบัติการในส่วนภูมิภาคของกรมวิชาการเกษตร ได้แก่ ส.วพ. 1 - 8 และห้องปฏิบัติการภาคเอกชนที่มีมาตรฐานด้านการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างร่วมกับเจ้าหน้าที่ของห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตรรวมทั้งหมด 20 ห้องปฏิบัติการ ได้รับผลการทดสอบรวมทั้งหมด 20 ข้อมูล ผลการทดสอบส่วนใหญ่มีค่าที่แตกต่างกันเป็นอย่างมาก เมื่อเทียบกับอ้างอิงแล้ว มีเพียง 1 ห้องปฏิบัติการที่รายงานผลการทดสอบครบและให้ผลเป็นที่น่าพอใจ Z-score ระหว่าง 0.2 - 1.9 มี 4 ห้องปฏิบัติการที่ให้ผลเป็นที่น่าสงสัย Z-score ระหว่าง 2.2 - 2.9 และ มี 8 ห้องปฏิบัติการให้ผลการทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ Z-score อยู่ระหว่าง 3.3 - 6.2 ยกเว้นผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุพิษการเกษตรที่

ไม่ได้ทำการส่งตัวอย่างออกภายนอกห้องปฏิบัติการจะได้ผลการทดสอบที่ใกล้เคียงกับค่าอ้างอิง แสดงว่าห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตรสามารถเป็นหน่วยงานในการจัดเตรียมตัวอย่างน้ำสำหรับใช้ทดสอบสารพิษกลุ่มไพริทรอยด์ได้ แต่ทั้งนี้จะต้องทำการศึกษาเพิ่มเติมในเรื่องภาชนะที่ใช้บรรจุและสภาพแวดล้อมที่มีผลกับสารพิษในระหว่างการจัดส่งตัวอย่างถึงห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมการทดสอบต่อไป

2.2 การจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายในสำหรับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus ,pyrethroid และ carbamate ในผัก และการทดสอบความสามารถระหว่าง ห้องปฏิบัติการ

ดำเนินการในปี 2555-2558

2.2.1 ทดสอบวิธีการ QuEChERS 2007 ในการสกัดตัวอย่าง ค่ะน้ำ เพื่อหา accuracy และ precision ของการวิเคราะห์ โดยทำการทดลอง 3 ความเข้มข้น ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ โดยสารกลุ่ม organophosphorus ทดสอบสาร 12 ชนิด ได้แก่ dimethoate, diazinon, parathion-methyl, pirimiphos-methyl , chlorpyrifos, pirimiphos-ethyl ,methidation , profenofos , Ethion, triazophos, EPN และ fenitrothion พบว่า % recovery อยู่ในช่วง 94-117 มี %RSD อยู่ในช่วง 3.8-8.9 สารกลุ่ม carbamate ทดสอบสาร 7 ชนิด ได้แก่ carbofuran ,carbaryl,3-hydroxy carbofuran, isoprocarb ,methiocarb, methomyl และ promecarb พบว่า % recovery อยู่ในช่วง 92-106 มี %RSD อยู่ในช่วง 3.1-5.6 สารกลุ่ม endosulfan และ pyrethroid ทดสอบสาร 10 ชนิด ได้แก่ α -endosulfan, β -endosulfan ,endosulfan sulfate , bifenthrin, L-cyhalothrin, permethrin . cyfluthrin ,cypermethrin, fenvalerate และ deltamethrin พบว่า มี % recovery 84.8-102.6 และมี % RSD 12.4-20.1 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ

2.2.2 ทดสอบการเตรียมตัวอย่างคะน้ำ โดยการปั่นตัวอย่างกับน้ำแข็งแห้ง เติมหาสารมาตรฐานให้มีความเข้มข้นในตัวอย่าง ดังนี้ สารกลุ่ม organophosphorus 0.1-0.3 mg/kg สารกลุ่ม carbamate 0.1-0.25 mg/kg สารกลุ่ม endosulfan และ pyrethroid 0.02-0.3 mg/kg ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้วิธีการ QuEChERS 2007 พบว่า ตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน นำตัวอย่างไปเก็บไว้ที่ อุณหภูมิห้อง ตู้เย็น ตู้แช่ -20°C เพื่อทดสอบหาความคงทน (stability) ของสารในตัวอย่าง ที่ระยะเวลาต่าง ๆ

1) organophosphorus ที่อุณหภูมิห้อง สารมีความคงทนจนถึง 5 วันยกเว้น chlorpyrifos และ diazinon มีความคงทนจนถึง 1 วัน pirimiphos-methyl มีความคงทนจนถึง 2 วัน อุณหภูมิตู้เย็น dimethoate,parathion-methyl, fenitrothion, Profenofos, methidathion, triazophos และ EPN มีความคงทนจนถึง 45 วัน diazinon, pirimiphos-methyl, chlorpyrifos, pirimiphos-ethyl และ ethion มีความคงทนจนถึง 20 วัน ส่วนการเก็บในตู้แช่ -20°C ทุกสารมีความคงทน จนถึง 5 เดือน

2) carbamate ที่อุณหภูมิห้อง สารมีความคงทนจนถึง 5 วัน ยกเว้น methomyl มีความคงทนจนถึง 1 วัน อุณหภูมิตู้เย็น สารมีความคงทนจนถึง 45 วัน ยกเว้น methiocarb มีความคงทนจนถึง 10 วัน และ methomyl มีความคงทนจนถึง 30 วัน ส่วนการเก็บในตู้แช่ - 20 °C ทุกสารมีความคงทน จนถึง 6 เดือน

3) endosulfan และ pyrethoid ที่ อุณหภูมิห้อง สารมีความคงทนจนถึง 5 วัน อุณหภูมิตู้เย็น สารมีความคงทนจนถึง 20 วัน ส่วนการเก็บในตู้แช่ - 20 °C ทุกสารมีความคงทน จนถึง 2 เดือน

2.2.3 ทดสอบการบรรจุตัวอย่างแบบต่างๆ โดยวัดอุณหภูมิของตัวอย่างต้องไม่เกิน 10 °C ในระหว่างการส่ง พบว่า การบรรจุตัวอย่างใส่ขวดที่มีฝาปิดสนิท และนำไปแช่แข็ง ประมาณมากกว่า 12 ชั่วโมง แล้วนำไปบรรจุ ลงในกล่อง โฟม ที่มีเจลที่แช่แข็ง สามารถมีความเย็นที่อุณหภูมิไม่เกิน 10 °C ประมาณ 12 ชั่วโมง

2.2.4 จัดโปรแกรมการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ รวม 3 โปรแกรมดังนี้

1) การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในตัวอย่าง ค่ะน้ำ

ดำเนินการ กรกฎาคม- กันยายน 2556 มีห้องปฏิบัติการเข้าร่วมการทดสอบ จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ เตรียม ตัวอย่างคะน้ำ เตรียมตัวอย่าง fortified sample 2 ตัวอย่าง คือ S1 เดิมสารมาตรฐาน ได้แก่ methyl parathion, cypermethrin และ ตัวอย่าง S2 เดิมสารมาตรฐาน ได้แก่ triazophos และ carbaryl ความเข้มข้นในช่วง 0.1-0.3 mg/kg ทำการทดสอบ homogeneity test พบว่าตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน และ stability test พบว่าที่อุณหภูมิห้อง สารที่เติมในตัวอย่าง มีความคงทนที่ 0-7 วัน ยกเว้น Parathion-methyl และ Endosulfan-sulfate มีความคงทนที่ 0-5 วัน อย่างไรก็ตามการส่ง ตัวอย่าง ห้องปฏิบัติการจะได้รับตัวอย่างภายใน 3 วันจึงไม่มีผลต่อการทดสอบ จัดส่งตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมการทดสอบ ทางไปรษณีย์ ประเมินผลการทดสอบ พบว่า ผลทดสอบเป็นที่น่าพอใจ (Satisfactory) ($|z| \leq 2$) 81% ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย (Questionable) ($2 < |z| < 3$) 11% ผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ (Unsatisfactory) ($|z| \geq 3$) 6% เครื่องมือที่ใช้ตรวจวิเคราะห์และวิธีวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบใช้ เป็นวิธีที่เป็นมาตรฐานสากลและยอมรับได้

2) การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในตัวอย่าง ถั่วฝักยาว

ดำเนินการในช่วง กรกฎาคม - กันยายน 2557 มีห้องปฏิบัติการตอบรับเข้าร่วมการทดสอบ จำนวน 20 ห้องปฏิบัติการ การเตรียม fortified sample ตัวอย่างถั่วฝักยาว โดยเติม lamda-cyhalothrin, ethion, methidathion และ isoprocarb ความเข้มข้นในตัวอย่าง ในช่วง 0.1-0.2 mg/kg ทำการทดสอบ homogeneity test พบว่าผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ยอมรับ และ ทดสอบ stability test พบว่า ที่อุณหภูมิห้อง สารที่เติมใน ตัวอย่างมีความคงทนที่ 0-7 วัน ส่วนที่อุณหภูมิ freezer มีความคงทนที่ระยะเวลา 30 วัน จัดส่งตัวอย่างให้ ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมการทดสอบทางไปรษณีย์ ประเมินผลการทดสอบ พบว่า z-Scores ของผลทดสอบเป็นที่น่าพอใจ 83 % ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย 5 % ผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ 12 % พบว่าห้องปฏิบัติการใช้วิธี

ทดสอบ Steinwandter (1985) QuEChERS และเครื่องมือตรวจวิเคราะห์ GC-MSD, GC-FPD, GC-MS/MS, LC-MS LC-MS/MS, LC-MS (TOF), HPLC/FLD, GC/NPD ซึ่งใช้วิธี และเครื่องมือตรวจวิเคราะห์ที่ยอมรับได้

3) การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในตัวอย่างพริก

ดำเนินการในช่วง สิงหาคม - กันยายน 2558 ตัวอย่างทดสอบประกอบด้วย sample blank และ fortified sample เตรียมตัวอย่าง fortified sample โดยการเติมสาร β -endosulfan, cyfluthrin, dimethoate, pirimiphos-ethyl และ promecarb ที่ความเข้มข้น 0.10- 0.3 mg/kg มีห้องปฏิบัติการเข้าร่วมการทดสอบ จำนวน 22 ห้องปฏิบัติการ ทำการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน ของตัวอย่าง โดยใช้สถิติ โดยใช้สถิติ ISO 13528 (2005) และ IUPAC (2006) ผลการประเมินพบว่าตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน การทดสอบความคงทนของสารตกค้างในตัวอย่าง พบว่า สารที่เติมในตัวอย่างทุกสาร มีความคงทน ที่ 0-7 วัน เมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้อง และตู้เย็น และมีความคงทนที่ 30 วันเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิ freezer ประเมินผลการทดสอบ พบว่า z-Scores ของผลทดสอบเป็นที่น่าพอใจ 72% ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย 7% ผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ 21% ซึ่งห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบใช้วิธีวิเคราะห์ที่ยอมรับได้ คือวิธี Steinwandter H. (1985) และ วิธี QuEChERS ส่วนเครื่องมือที่ใช้ตรวจวิเคราะห์เป็นเครื่องมือที่มีความถูกต้อง แม่นยำและยอมรับได้

2.2.3 การจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายในสำหรับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus และ carbamate ในผลไม้ และการทดสอบความสามารถระหว่าง ห้องปฏิบัติการ

ดำเนินการในปี 2556-2558

โดยจัดโปรแกรมการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ รวม 3 โปรแกรมดังนี้

1) การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในตัวอย่าง มะม่วง

ดำเนินการ กรกฎาคม- กันยายน 2556 มีห้องปฏิบัติการเข้าร่วมการทดสอบ จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ เตรียมตัวอย่าง fortified sample โดยเติมสารมาตรฐาน methiocarb, ethion และ chlorpyrifos ความเข้มข้นในตัวอย่าง ในช่วง 0.1 mg/kg ทำการทดสอบ homogeneity test พบว่าตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน และทดสอบ stability test พบว่าที่อุณหภูมิห้อง สารที่เติมในตัวอย่างมีความคงทนที่ 0-7 วัน ยกเว้น methiocarb มีความคงทนที่ 0-5 วัน ส่วนที่อุณหภูมิ freezer สารที่เติมในตัวอย่างยังคงมีความคงทนที่ระยะเวลา 30 วัน จัดส่งตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมการทดสอบ ทางไปรษณีย์ ประเมินผลการทดสอบ พบว่า z-Scores ของ ผลทดสอบเป็นที่น่าพอใจ 89% ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย 3% ผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ 8%

2) การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในตัวอย่าง ฝรั่ง

ดำเนินการในช่วง กรกฎาคม - กันยายน 2557 มีห้องปฏิบัติการตอบรับเข้าร่วมการทดสอบ จำนวน 19 ห้องปฏิบัติการ การเตรียม fortified sample โดย เติมสาร chlorpyrifos และ cypermethrin ที่ความเข้มข้น 0.10 และ 0.20 mg/kg และ เติมสาร promecarb ที่ความเข้มข้น 0.10 mg/kg ซึ่งไม่อยู่ใน target pesticide list เติมเพื่อประเมิน homogeneity ของตัวอย่าง และ ไม่ใช้ในการประเมินผล ส่วนตัวอย่างฝรั่ง BL-G พบว่ามี สารพิษตกค้าง prothiofos ในตัวอย่าง ปริมาณ 0.056 mg/kg

ทำการทดสอบ homogeneity test พบว่าผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ยอมรับ และ stability test ที่ อุณหภูมิห้อง พบว่า ที่อุณหภูมิห้อง พบว่า สารที่เติมในตัวอย่างมีความคงทนที่ 0-7 วัน ยกเว้น chlorpyrifos มีความคงทนที่อุณหภูมิห้องที่ 0-5 วัน ที่อุณหภูมิ freezer สารในตัวอย่างยังคงมีความคงทนที่ระยะเวลา 30 วัน prothiofos ที่มีอยู่ในตัวอย่างมีความคงทน ที่ 0- 7 วัน ที่อุณหภูมิห้อง และ 30 วัน ที่อุณหภูมิ freezer จัดส่ง ตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมการทดสอบทางไปรษณีย์ ประเมินผลการทดสอบ ตัวอย่างฝรั่งมีห้องปฏิบัติการ ตอบรับเข้าร่วมการทดสอบ จำนวน 19 ห้องปฏิบัติการ พบว่า z-Scores ของผลทดสอบเป็นที่น่าพอใจ 69 % ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย 7 % ผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ 24 %

3) การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในตัวอย่างมะละกอ

ดำเนินการในช่วง สิงหาคม - กันยายน 2558 เตรียมตัวอย่าง fortified sample โดยการเติมเติมสาร carbaryl , deltamethrin และ profonofos ที่ความเข้มข้น 0.10- 0.30 mg/kg และ เติมสาร methomyl ที่ความเข้มข้น 0.10 mg/kg เพื่อประเมินความคงทน (stability) ของตัวอย่าง และ ไม่ใช้ในการประเมินผล มีห้องปฏิบัติการ ตอบรับเข้าร่วมการทดสอบ จำนวน 21 ห้องปฏิบัติการ ทำการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่าง พบว่ามีความเป็นเนื้อเดียวกัน ส่วนการประเมินความคงทนของสารที่เติมในตัวอย่าง พบว่าสารที่เติมในตัวอย่างทุกสารยกเว้น methomyl มีความคงทน ที่ 0 7-วัน เมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องและตู้เย็น และมีความคงทนที่ 30 วันเมื่อเก็บรักษาที่ อุณหภูมิ freezer ส่วน methomyl ไม่มีมีความคงทน ที่ 0 7-วัน เมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องและตู้เย็น และมีแนวโน้ม ไม่มีมีความคงทนที่ 30 วันเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิ freezer ประเมินผลการทดสอบ พบว่า z-Scores ของผลทดสอบ เป็นที่น่าพอใจ 69% ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย 17 % ผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ 14%

บทสรุปและข้อเสนอแนะ

การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารตกค้างในดินและน้ำ มีดังนี้ วิธีตรวจวิเคราะห์ใน ตัวอย่างน้ำ มีดังนี้ สารกำจัดแมลงกลุ่ม organophosphorus, organochlorine carbamate และ pyrethroid สารกำจัดโรคพืช กลุ่ม benzimidazole และสารกำจัดวัชพืช 2,4-D ส่วนวิธีการตรวจวิเคราะห์ในตัวอย่างดิน มีดังนี้

สารกำจัดแมลงกลุ่ม organophosphorus, organochlorine และ pyrethroid สารกำจัดวัชพืช glyphosate, 2,4-D และสารกลุ่ม phenylurea โดยใช้เทคนิค GC HPLC GC/MS ขึ้นกับชนิดของสารและความพร้อมของห้องปฏิบัติการ นำวิธีการไปใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารตกค้างในสิ่งแวดล้อม และใช้ขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ เช่นสารกลุ่ม organochlorine, carbamate และ pyrethroid ในน้ำ

การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผักผลไม้ ได้แบ่งการตรวจวิเคราะห์ตามวัตถุประสงค์ในการศึกษาได้แก่ การตรวจวิเคราะห์พืชที่มีปัญหาและมีสิ่งปนเปื้อนสูง การตรวจวิเคราะห์สารที่มีความยุ่งยาก เพื่อขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ และเพื่อใช้เป็นข้อมูลในห้องปฏิบัติการ ซึ่งสรุปได้ดังนี้

1. การตรวจวิเคราะห์พืชที่มีปัญหาและมีสิ่งปนเปื้อนสูง ทำให้ต้องหาวิธีจัดสิ่งปนเปื้อนออกจากตัวอย่างให้มากที่สุดซึ่งได้ดำเนินการ ศึกษาสารกลุ่ม organophosphorus, pyrethroid และ endosulfan ในมังคุด พืชสมุนไพร (โหระพาและสะระแหน่) พืชตระกูลส้ม (citrus fruits) และ ในพืชน้ำมัน(ถั่วเหลือง) สารกลุ่ม organophosphorus ในชะอม ทุเรียน และ หอมแดง emamectin benzoate ในมะพร้าว prochloraz ในพริก

2. การตรวจวิเคราะห์สารที่มีความยุ่งยาก เช่น สารละลายตัวง่าย สารละลายน้ำได้ดีทำให้สกัดยาก สารที่มีอนุพันธ์หรือสารที่ต้องมีวิธีการเฉพาะ ได้ดำเนินการศึกษา spinetoram และ สารอนุพันธ์ สารกลุ่ม neonicotinoid, สาร chlormequat และ mepiquat ในมะม่วง สาร captan และ folpet ใน องุ่น สาร chlorothalonil ในคะน้า และมะม่วง สารกลุ่ม dithiocarbamate ในกระเจี๊ยบเขียวและมะม่วง สารกลุ่ม pyrazole ผักกาดหอม คะน้า และ พริก สารกลุ่ม phenylurea ในสับปะรด lkipronil และ สารอนุพันธ์ใน องุ่น และสารกลุ่ม pymetrozine ในผัก

3. การตรวจวิเคราะห์เพื่อขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ มีการศึกษาวิธีการตรวจวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphorus , organochlorines, pyrethroids และ carbamate ในมะม่วง พริก ลำไย และ แตงโม และ การขยายขอบข่ายวิธีวิเคราะห์ QuEChERS เพื่อใช้เป็น screening method ในมะม่วง โดยตรวจสารพิษตกค้าง 99 ชนิด

4. การตรวจวิเคราะห์เพื่อใช้เป็นข้อมูลในห้องปฏิบัติการ ได้แก่ การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐานกลุ่ม organophosphorus กลุ่ม pyrethroid, carbamate, abamectin และสารกลุ่ม fungicide เพื่อใช้ในการจัดการสารมาตรฐานและกำหนดอายุใช้งาน การพัฒนาเทคนิคการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผัก โดยใช้ GC/MS โดยใช้ Database ในการ screening ในตัวอย่างคะน้า มะเขือเทศ และใบแมงลัก และการศึกษาประสิทธิภาพของการสกัดสารพิษตกค้างกลุ่ม Pyrethroid และ Organophosphorus ในผักผลไม้ด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆเพื่อศึกษาผลของ matrix

วิธีวิเคราะห์และเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษา ในตัวอย่างผักผลไม้ ได้แก่ วิธี Steinwandter H. (1985) วิธี SweEt Method วิธี QuEChERS วิธี CRL for DTC version 2 (2009) และ วิธี Netherlands method ส่วนเครื่องมือที่ใช้ตรวจวิเคราะห์ GC, GC-MS/MS , GC-MS, LC-MS/MS และ HPLC

การพัฒนาสมรรถนะการให้บริการของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง เพื่อเป็นผู้จัดโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ ระหว่างห้องปฏิบัติการ ทำให้ต้องศึกษาข้อกำหนดที่เกี่ยวข้อง และศึกษาวิธีการเตรียมตัวอย่าง ในมีความเป็นเนื้อเดียวกัน และจัดส่งให้ห้องปฏิบัติการที่ร่วมทดสอบอย่างรวดเร็วและรักษาความเย็นของตัวอย่าง ผัก และผลไม้ เพื่อให้สารตกค้างไม่สลายตัว ก่อนทำการเติมสารมาตรฐานในตัวอย่างต้องทำการศึกษา ความคงทนของสารใน

ตัวอย่างซึ่งขึ้นตอนต่างๆ จะนำไปจัดทำเป็นคู่มือ การเตรียมตัวอย่าง ซึ่งจะใช้ในการขอการรับรอง เพื่อเป็นผู้จัดโปรแกรม การทดสอบความชำนาญ ระหว่างห้องปฏิบัติการ ด้านสารพิษตกค้าง เพื่อลดค่าใช้จ่ายในการซื้อตัวอย่าง proficiency test จากต่างประเทศ ซึ่งเป็นข้อกำหนดที่ห้องปฏิบัติการที่ได้รับการรับรอง ตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ต้องมีการ ทดสอบความชำนาญ ระหว่างห้องปฏิบัติการ ในขอบข่ายของการรับรอง ซึ่งจากการดำเนินการศึกษาทำให้มีการผู้จัด โปรแกรมการทดสอบความชำนาญ ของตัวอย่างน้ำ 1 การทดลอง ตัวอย่างผัก 3 การทดลอง และผลไม้ 3 การทดลอง พบว่าการจัดส่งทางไปรษณีย์ อาจมีการตกค้าง ของตัวอย่าง ทำให้ ห้องปฏิบัติการไม่ได้รับตัวอย่าง ภายใน 2 วัน จึงต้อง ทำการจัดส่งใหม่โดยเฉพาะตัวอย่าง ผัก และผลไม้ซึ่งมีการเน่าเสียได้ ในการทดลองครั้งแรกต้องจัดส่งใหม่ มากกว่า 50 % เนื่องจากห้องปฏิบัติการไม่ได้รับตัวอย่าง ภายใน 2 วัน และบางตัวอย่างแตกเสียหาย แต่ได้มีการปรับปรุง ภาชนะบรรจุ และการป้องกันความเสียหาย ทำให้การส่งตัวอย่างช้าลดลง เหลือประมาณ 20 %

ข้อเสนอแนะของโครงการ

1. ควรมีการนำผลการศึกษาไปจัดพิมพ์ในรูปแบบ เพื่อเผยแพร่ให้กับห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์ได้นำ ไป ใช้และใช้เป็นแนวทางในการตรวจวิเคราะห์
2. ควรมีการเพิ่ม ชนิดของสารกลุ่มสารกำจัดวัชพืชในการตรวจวิเคราะห์ ในตัวอย่างดิน เนื่องจากมีความ จำเป็นต้องใช้ในการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างดิน ในโครงการการปลูกพืชระบบ GAP เนื่องจากสารกลุ่มนี้มีใช้กันอย่าง แพร่หลาย และมักมีปัญหาการปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมรวมทั้งมีปัญหาปนเปื้อนระหว่างแปลงปลูกจึงมีตัวอย่างที่เป็น งานบริการที่ต้องตรวจวิเคราะห์อยู่เสมอ
3. ควรมีการจัดกลุ่มพืชและสารที่มีคุณสมบัติ เดียวกัน และ ทำการศึกษาให้ครบถ้วนในกลุ่มพืชหรือสาร ทำให้ได้ประโยชน์ในการใช้วิธีการตรวจวิเคราะห์ หรือขอการรับรองมาตรฐาน

บรรณานุกรม

- กระทรวงอุตสาหกรรม. 2539. ข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการสอบเทียบและห้องปฏิบัติการทดสอบ. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม.
- กองวัตถุมีพิษการเกษตร. 2546. เอกสารการประชุมวิชาการ กองวัตถุมีพิษการเกษตร ประจำปี 2546.
- ISO/IEC 17025. 1999. ข้อกำหนดระบบคุณภาพห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ปี 1999.
- พงศ์ศรี ไบอดุลย์ ปรีชา ฉัตรสันติประภา และพูลสุข หฤทัยธนาสันต์. 2543. การพัฒนาวิธีตรวจวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มไตรอาซีนในดิน : อะทราซีน และอะมีพริน. การประชุมวิชาการประจำปี 2543 กรมวิชาการเกษตร.
- พงศ์ศรี ไบอดุลย์ ปรีชา ฉัตรสันติประภา และพูลสุข หฤทัยธนาสันต์. 2544. การพัฒนาวิธีตรวจวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มไตรอาซีนในดิน : เม็ทไทรบูนิน. การประชุมวิชาการประจำปี 2544 กรมวิชาการเกษตร.
- พงศ์ศรี ไบอดุลย์ มลิสสา คนรู้ และพูลสุข หฤทัยธนาสันต์. 2545. การพัฒนาวิธีตรวจวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มไตรอาซีนในน้ำ. การประชุมวิชาการประจำปี 2545 กรมวิชาการเกษตร.
- พงศ์ศรี ไบอดุลย์ มลิสสา คนรู้ และพูลสุข หฤทัยธนาสันต์. 2546. การพัฒนาวิธีตรวจวิเคราะห์รวมสารกำจัดวัชพืชกลุ่มไตรอาซีนในน้ำ โดยวิธี High pressure liquid chromatography. การประชุมวิชาการประจำปี 2546 กรมวิชาการเกษตร.
- พงศ์ศรี ไบอดุลย์ มลิสสา เวชยานนท์ บังอร ธารพล และ ธวัชชัย หงษ์ตระกูล. 2547. การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืช butachlor, oxadiazon, propanil, thiobencarb และ trifluralin ในดินและน้ำ โดยวิธี Gas chromatography
- สถาบันอาหาร. 2547. การตรวจพิสูจน์ความถูกต้องของวิธีทดสอบทางเคมี. เอกสารประกอบการอบรม – สัมมนา ด้านอุตสาหกรรมอาหาร.
- สำนักควบคุมพืชและวัสดุทางการเกษตร. 2551. รายงานสรุปการนำเข้าวัตถุอันตรายทางการเกษตรปี พ.ศ. 2551. กรมวิชาการเกษตร.

- Amadeo R. Fernandez-alba. 2005. Chromatographic-Mass spectrometric Food Analysis for Trace Determination of Pesticide Residues volume XLIII. 487 pp.
- 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
- Anastassiades, M., K. Mastovska, S. J. Lehotay. 2003. Evaluation of Analyte Protectants to Improve Gas Chromatographic Analysis of Pesticides. *J. Chromatogr. A*, 1015(1-2): 163
- AOAC. 1993. Peer – Verified Method. Nov, 1993.
- Australian Chemical Standards Laboratory. 1998. Analytical Quality Assurance Study. Organochlorines & Organophosphorus Pesticides in Soil. No. 98-04.
- EURACHEM, 1988 The fitness for purpose of analytical method; A laboratory guide to method validation and related topics, EURACHEM Guide, December
- EURACHEM, 2000. Quantifying uncertainty in analytical measurement EURACHEM/CITAC 2nd Ed.
- Fajgelj, A. and A. Ambrus. 2000. Principles and practices of method validation, International Atomic Energy Agency, Agency's Laboratories, Seibersdorf, Austria, 305 pp.
- Garfield, F.M. 1991. Quality assurance principles for analytical laboratories. AOAC International.
- Greve, P.A. 1983. Good laboratory practice in pesticide residue analysis. In *Pesticide Residue Analysis ; Proceedings of a Joint FAO/WHO Course*, Eger, Hungary.
- Hoover S., Zeise L. and Krowech G. 1991. “ Exposure to environmental contaminants through breast milk. In The analysis, communication and perception of risk” in *Advances in Risk Analysis*. New York, Plenum Publishing.
- ISO/IEC 17025. 1999. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
- 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

- Lehotay, S. J., K. Mastovska, and A. R. Lightfield. 2005. Use of Buffering and Other Means to Improve Results of Problematic Pesticides in a Fast and Easy Method for Residue Analysis of Fruits and Vegetables. *J. AOAC Int.*, 88(2): 615
- Lehotay, S..J., A. de Kok, M. Hiemstra and P. van Bodegraven. 2005. Validation of a Fast and Easy Method for the Determination of 229 Pesticide Residues in Fruits and Vegetables Using Gas and Liquid Chromatography and Mass Spectrometric Detection. *J. AOAC Int.*, 88(2): 595
- Miller, J.C. and J.N. Miller. 1998. *Statistics for Analytical Chemistry*. John Wiley & Sons.
- Ministry of Public Health, Welfare and Sport. 1996. *Analytical methods for pesticide residues in foodstuffs*. Sixth Edition, The Netherlands.
- NATA. 1998. Requirements for the format and content of test methods and procedures for validation and verification of chemical test method, NATA Technical Note No. 17, December Australia.
- TNO. 1993. *Standard Operation Procedure*. Zeist. The Netherlands.
- Tuinstra, L.G.M.Th. 1995. *Quality assurance in pesticide residue analyses with emphasis on Codex guidelines*. State Institution for Quality Control of Agricultural Products (RIKILT-DLO) Wageningen, The Netherlands.
- UKAS. 2000. *Validation of method: Workshop for chemical laboratories*, UKAS, June
- Vryzas Zisis and Euphemia Papadopoulou-Mourkidou. 2002. Determination of triazine and chloroacetanilide herbicides in soils by Microwave-Assisted Extraction (MAE) coupled to gas chromatographic analysis with either GC-NPD or GC-MS. *J. Agric. Food Chem.* 50 , 5026-5033
- Wiele, P. Van, F. Van Hoof, A. Bruchet, I. Schmitz, J.L. Guinamant, F. Acobas, F. Ventura, F. Sacher, I. Bobeldijk and M.H. Marecos do Monle. 2000. Optimization and evaluation of multi-residue methods for priority pesticides in drinking and related waters. In *Principles and Practices of Method Validation*. Edited by A. Fajgelj and A. Ambrus. 305 pp.

ภาคผนวก

โครงการวิจัย: การพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตรให้ถูกต้อง แม่นยำตามมาตรฐานสากล มี 2 กิจกรรม ซึ่งผู้วิจัยประกอบด้วย หัวหน้าการทดลองและผู้ร่วมงาน และหน่วยงานที่ดำเนินการ มีรายละเอียด ดังนี้

กิจกรรมที่ : 1. การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง

ประกอบด้วย 2 กิจกรรมย่อย ดังนี้

กิจกรรมย่อยที่ 1.1 พัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในดิน และน้ำ ประกอบด้วย 4 การทดลอง

การทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
การทดลองที่ 1.1.1 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดแมลงสารกำจัดวัชพืช และ สารกำจัดโรคพืช ในดินและในน้ำ	นางผกาสินี คล้ายมาลา	น.ส.สิริพร เหลืองสุขนกุล นายประกิจ จันทร์ดีบ นางสาวปภัตรา คุณเลิศ	กปผ.	2554- 2558
การทดลองที่ 1.1.2 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดแมลงและสารกำจัดวัชพืชในดินและน้ำ โดยใช้ Gas Chromatograph/Mass Spectrometry	นางมลิสา เวชยานนท์	น.ส.สิริพร เหลืองสุขนกุล นายประกิจ จันทร์ดีบ นายนพดล มะโนเย็น นางสาวจันทิมา ผลทอง	กปผ.	2554- 2558
การทดลองที่ 1.1.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่มออร์แกนโนคลอรีนและไพรีทรอยด์ในน้ำ เพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.5	นางมณฑาทิพย์ อรุณวารากรณ์	นางกัญญารัตน์ เต็มปิยพล นางสาวจิราภา เมืองคล้าย	สวพ. 5	2557
การทดลองที่ 1.1.4 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มคาร์บาเมท ในน้ำเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.5	นางมณฑาทิพย์ อรุณวารากรณ์	นางกัญญารัตน์ เต็มปิยพล นางสาวจิราภา เมืองคล้าย	สวพ. 4	2558

กิจกรรมย่อยที่ 1.2 การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผัก ผลไม้ และผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร ประกอบด้วย 36

การทดลอง

การทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
การทดลองที่ 1.2.1 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม organophosphorus pyrethroid และendosulfanใน มังคุด	นางสาววิสุทธิ เขวงศรี	นายปิยะศักดิ์ อรรถบุตร นางสาวชนิตา ทองแซม	กปผ.	2554- 2555
การทดลองที่ 1.2.2 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้วิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในเซอม โดยใช้เทคนิค chromatography : พัฒนาริธีวิเคราะห์สารกลุ่ม organophosphorus	นางสาวจินตนา ภู่มงกุชัย	นายบุญทวีศักดิ์ บุญทวีศักดิ์ นางสาวสุพัทธ์ หนูสังข์	กปผ.	2554
การทดลองที่ 1.2.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง prochloraz ในพริก	นางประภัสสร่า พิมพ์พันธุ์	นายยงยุทธ ไม้แก้ว นางสาวะนิตา สุขประเสริฐ	กปผ.	2554
การทดลองที่ 1.2.4 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus, pyrethroid และ endosulfan ในมะม่วง โดยวิธี QuEChERS ด้วยเทคนิค Mass Chromatography	นางสาวลักษมี เตชานุรักษ์นุกูล	นางสาวศศิมา มั่งนิมิต นายวิทยา บัวศรี	กปผ.	2554
การทดลองที่ 1.2.5 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม dithiocarbamate ในกระเจี๊ยบเขียว ด้วยเทคนิค headspace	นางสาวจินตนา แสนทวีสุข		กปผ.	2554
การทดลองที่ 1.2.6 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus, organochlorine pyrethroid และ carbamate ในมะม่วงเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.3	นางวัชรพร ศรีสว่างวงศ์	นางสาวปริยานุช สายสุพรรณ นายจรรพงค์ ประสพสุข	สวพ.3	2554- 2556

กิจกรรมย่อยที่ 1.2 (ต่อ)

การทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
การทดลองที่ 1.2.7 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus และ pyrethroid ในพริกและมะม่วงเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.4	นางนัตยา จันทร์ส่อง	นายอิทธิพล บังพรม	สวพ.4	2554-2557
การทดลองที่ 1.2.8 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม organophosphorus, organochlorine, pyrethroid และ carbamate ในลำไย เพื่อขอการรับรอง ห้องปฏิบัติการของ สวพ.6	นางเกษสิริ ฉันทพิริยะพูน	นางสาวประไพ หงษา นางสาวดวนภา ช่องวารินทร์ นางสาวชนิษฐา วงษ์นิกร นายสมชาย ฉันทพิริยะพูน	สวพ.6	2554-2558
การทดลองที่ 1.2.9 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการ QuEChERS เพื่อใช้เป็น screening method ในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผักและผลไม้ โดยใช้ Gas Chromatograph/Mass Spectrometry และ Liquid Chromatograph/Mass Spectrometry	นายประชาติปต์ย์ พงษ์ภิญโญ	นายวิษณุ แจ้งใบ นางสาวปฎิมาภรณ์ สังข์น้อย	กปผ.	2554-2558
การทดลองที่ 1.2.10 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างในทุเรียน ด้วยวิธี QuEChERS เทคนิค	นางสาวลักขมี เดชาบุรุษย์กุล	นางสาวศศิมา มั่งนิมิต นายวิทยา บัวศรี	กปผ.	2555
การทดลองที่ 1.2.11 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม pyrazole ในผัก	นายยงยุทธ ไร่แก้ว	นางสาวะนิดา สุขประเสริฐ	กปผ.	2555-2556
การทดลองที่ 1.2.12 การพัฒนาเทคนิคการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในผัก โดยใช้ Gas Chromatograph/Mass Spectrometry	นางสาวจินตนา ภู่มงกุชชัย	นายบุญทวีศักดิ์ บุญทวีศักดิ์ นางสาวสุพัตรี หนูสังข์	กปผ.	2555

กิจกรรมย่อยที่ 1.2 (ต่อ)

การทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
การทดลองที่ 1.2.13 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม pyrethroid ในมะม่วงเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.2	นางสาวสุธินี สาลีนั่ง	นางสาวเบญจมาศ ใจแก้ว นางพรศิริ สายะพันธ์	สวพ. 2	2555
การทดลองที่ 1.2.14 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม organochlorine , pyrethroid และ carbamate ในมะม่วงเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.5	นางมณฑาทิพย์ อรุณวารากรณ์	นางกัญญารัตน์ เต็มปิยพล	สวพ. 5	2555- 2556
การทดลองที่ 1.2.15 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง spinetoram ในมะม่วง	นายปิยะศักดิ์ อรรคบุตร	นางสาวชนิตา ทองแซม	กปผ.	2555
การทดลองที่ 1.2.16 การพัฒนาเทคนิคการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง chlormequat และ mepiquat ในผลไม้ โดยใช้ Liquid Chromatograph/Mass Spectrometry	นายวิษณุ แจ้งใบ	นางสาวปฐิมาภรณ์ สังข์น้อย นายประชาติปต์ย์ พงษ์ภิญโญ	กปผ.	2555- 2556
การทดลองที่ 1.2.17 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่ม phenylurea ในผลไม้	นายวิทยา บัวศรี	นางสาวศศิมา มั่งนิมิต นางสาวลักขมี เดชานุรักษ์นุกูล	กปผ.	2555
การทดลองที่ 1.2.18 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง captan และ folpet ในผลไม้	นางสาวปฐิมาภรณ์ สังข์น้อย	นายประชาติปต์ย์ พงษ์ภิญโญ นายวิษณุ แจ้งใบ	กปผ.	2555
การทดลองที่ 1.2.19 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง emamectin benzoate ในมะพร้าว	นางสาวชนิตา ทองแซม	นายปิยะศักดิ์ อรรคบุตร	กปผ.	2556

กิจกรรมย่อยที่ 1.2 (ต่อ)

การทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
การทดลองที่ 1.2.20 การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐานกลุ่ม organophosphorus ที่อุณหภูมิต่าง ๆ	นายปิยะศักดิ์ อรรคบุตร	นางสาวชนิตา ทองแถม	กปผ.	2556
การทดลองที่ 1.2.21 การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐานกลุ่ม carbamate ที่อุณหภูมิต่าง ๆ	นางสาววณิดา สุขประเสริฐ	นายยงยุทธ ไร่แก้ว นายวีระสิงห์ แสงวรรณ	กปผ.	2556
การทดลองที่ 1.2.22 การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐาน abamectin ที่อุณหภูมิต่าง ๆ	นายวิษณุ แจ่มใบ	นายประชาติปัทม์ พงษ์ ภิญโญ	กปผ.	2556
การทดลองที่ 1.2.23 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ในพืชที่มีความเป็นกรดสูง	นางสาวศศิมา มั่งนิมิตร	นางสาวลักขมี เดชานุรักษ์ นุกุลนายวิทยา บัวศรี	กปผ.	2556
การทดลองที่ 1.2.24 การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม neonicotinoid ในผลไม้	นายวิทยา บัวศรี	นางสาวศศิมา มั่งนิมิตร นางสาวลักขมี เดชานุรักษ์ นุกุล	กปผ.	2556
การทดลองที่ 1.2.25 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม carbamate ในพริกเพื่อขอการรับรองห้องปฏิบัติการของ สวพ.2	นางพรศิริ สายะพันธุ์	นางสาวเบญจมาศ ใจแก้ว นางสาวสุธินี สาลีลัง	สวพ. 2	2556
การทดลองที่ 1.2.26 การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐานกลุ่ม pyrethroid ที่อุณหภูมิต่าง ๆ	นางสาววณิดา สุขประเสริฐ	นายยงยุทธ ไร่แก้ว นายวีระสิงห์ แสงวรรณ	กปผ.	2557
การทดลองที่ 1.2.27 การศึกษาประสิทธิภาพของการสกัดสารพิษตกค้างกลุ่ม pyrethroid และ organophorus ในผักผลไม้ด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ	นายวีระสิงห์ แสงวรรณ	นายยงยุทธ ไร่แก้ว นางสาววณิดา สุข ประเสริฐ	กปผ.	2557

กิจกรรมย่อยที่ 1.2 (ต่อ)

การทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
การทดลองที่ 1.2.28 การพัฒนาและตรวจสอบ ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus, pyrethroid และ endosulfan ในพืชน้ำมัน	นายปิยะศักดิ์ อรรถบุตร	นางสาวชนิตา ทองแถม	กปผ.	2557- 2558
การทดลองที่ 1.2.29 การพัฒนาและตรวจสอบ ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม dithiocarbamate ในผักและผลไม้ โดยใช้ เทคนิค Gas Chromatograph/Mass Spectrometry	นางสาวชนิตา ทองแถม	นายปิยะศักดิ์ อรรถบุตร	กปผ.	2557- 2558
การทดลองที่ 1.2.30 การพัฒนาและตรวจสอบ ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง chlorothalonil ในผักและผลไม้	นางสาวจินตนา ภู่มงกุฏชัย	นายบุญทวีศักดิ์ บุญทวี นางสาวสุพัทธ์ หนูสังข์	กปผ.	2557
การทดลองที่ 1.2.31 การพัฒนาและตรวจสอบ ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง fipronil และ สาร อนุพันธ์ ในผลไม้	นายวิษณุ แจ่มใบ	นายประชาติปัทม์ พงษ์ภิญโญ	กปผ.	2557
การทดลองที่ 1.2.32 การศึกษาความคงตัว (Stability) ในการเก็บรักษา สารมาตรฐาน กลุ่ม fungicide ที่อุณหภูมิต่าง ๆ	นางสาวพนิดา ไชยยันต์บุรณ์	นายบุญทวีศักดิ์ บุญทวี	กปผ.	2557- 2558
การทดลองที่ 1.2.33 การพัฒนาและตรวจสอบ ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ใน พืชสมุนไพร โดยใช้ Gas Chromatograph และ Gas Chromatograph/Mass Spectrometry	นางสาวศศิมา มั่งนิมิตร	นางสาวลักขมี เดชานุรักษ์นุกูล นายวิทยา บัวศรี	กปผ.	2557- 2558
การทดลองที่ 1.2.34 การพัฒนาและตรวจสอบ ความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง pymetrozine ใน ผัก	นายวิทยา บัวศรี	นางสาวศศิมา มั่งนิมิตร นางสาวลักขมี เดชานุรักษ์นุกูล	กปผ.	2557- 2558

กิจกรรมย่อยที่ 1.2 (ต่อ)

การทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
การทดลองที่ 1.2.35 การพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม organophosphorus ในหอมแดง	นางพรศิริ สายะพันธุ์	นางสาวเบญจมาศ ใจแก้ว นางสาวสุธินี สาลีลัง	สวพ. 2	2557
การทดลองที่ 1.2.36 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้าง กลุ่ม organophosphorus และ pyrethroid ในพืชผักและผลไม้โดยวิธี QuEChERS	นางนาคยา จันทร์ส่อง	นายอิทธิพล บังพรม	สวพ.4	2558

กิจกรรมที่ 2. การพัฒนาสมรรถนะการให้บริการของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง

ประกอบด้วย 3 การทดลอง

การทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
การทดลองที่ 2.1 การทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการในการวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม pyrethroid ในน้ำ โดยใช้ Gas Chromatograph	นางมลิสรา เวชยานนท์	นางศกาสินี กล้ายมาลา นายประกิจ จันทร์ดี	กปผ.	2554
การทดลองที่ 2.2 การจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายในสำหรับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus ,pyrethroid และ carbamate ในผัก และการทดสอบความสามารถระหว่าง ห้องปฏิบัติการ	นางสาวพนิดา ไชยยันต์บุรณ์	นายบุญทวีศักดิ์ บุญทวี	กปผ.	2555- 2558
การทดลองที่ 2.3 การจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายในสำหรับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม organophosphorus และ carbamate ในผลไม้ และการทดสอบความสามารถระหว่าง ห้องปฏิบัติการ	นายบุญทวีศักดิ์ บุญทวี	นางสาวพนิดา ไชยยันต์บุรณ์	กปผ.	2556- 2558

