



รายงานโครงการวิจัย

วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์
ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร

Research and Development on Analytical System of
Agricultural Hazardous Substance Products

หัวหน้าโครงการวิจัย

พินิตนันต์ สรวายเอี่ยม

Pinitnun Sruay-iam

ปี พ.ศ. 2561



รายงานโครงการวิจัย

วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์
ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร

Research and Development on Analytical System of
Agricultural Hazardous Substance Products

หัวหน้าโครงการวิจัย

นิตนันต์ สรวายเอี่ยม
Pinitnun Sruay-iam

ปี พ.ศ. 2561

สารบัญ	หน้า
ผู้วิจัย	1
บทนำ.....	4
บทคัดย่อ.....	11
ระเบียบวิธีวิจัย	
กิจกรรมงานวิจัย 1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร	12
กิจกรรมงานวิจัย 2 การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์วัตถุอันตราย ทางการเกษตร	16
ผลการวิจัย และอภิปรายผล	18
บทสรุปและข้อเสนอแนะ.....	77
บรรณานุกรม.....	78
ภาคผนวก	80

ชื่อผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการวิจัย

พินิตนันต์ สรวายเอี่ยม

หัวหน้าการทดลองและคณะ

พนิดา มงคลวุฒิกุล

ดวงรัตน์ วิลาสินี

ทัศนีย์ อัฐพรพงษ์

พิเชษฐ ทองละเอียด

สุกัญญา คำคง

อนุชา ผลไสว

ฉลอรรัตน์ หมั่นขวา

อิสริยะ สืบพันธุ์ดี

พินิตนันต์ สรวายเอี่ยม

จิราพรรณ ทองหยอด

สุพิศศา ทองเขียว

นงพงา โอลแสน

สุธินี สาสีลัง

ปริยานุช สายสุพรรณ

สุภาพร บังพรม

นาตยา จันทร์ส่อง

อิทธิพล บังพรม

มณฑาทิพย์ อรุณวารกรณ์

ประไพ หงษา

นิกร โคตรสมบัติ

สาวิตรี เขมวงศ์

ภัทรฤทัย คมนันธุ์

พรศิริ สายะพันธ์

เบญจมาศ ใจแก้ว

วิษณุ แจ้งใบ

บังอร แสนคาน

วัชรพร ศรีสว่างวงศ์

จารุพงศ์ ประสพสุข

กัญญารัตน์ เต็มปิยะพล

จิราภา เมืองคล้าย

เกษศิริ ฉันทพิริยะพูน

ดาวนภา ช่องวารินทร์

อรพิน หนูทอง

สรัญญา ช่วงพิมพ์

เพชรรัตน์ ศิริวิ

นันทกานต์ ขุนโหร

สาธิตา โปธิน้อย

มนต์ชัย อินทร์ทำอัฐ

เนาวรัตน์ ตั้งมันคงวรกุล

Name

Project Leader Pinitnun Sruay-iam

Experimental Chief and Team

Panida Mongkhonwuttikun	Duangrat Wilasinee	Tassanee Atthapornpong
Pichet Tongla-eard	Sukanya Khomkong	Anucha Phonswai
Chalongrat Muenkhwa	Issariya Sueppandee	Pinitnun Sruay-iam
Jirapan Thongyord	Supissa Thongkeaw	Nongpanga Olsen
Sutinee Saseelung	Pariyanuch Saisuphan	Supapron Bongprom
Nattaya Jansong	Ittipon Bongprom	Montatip Arunwarakorn
Prapai Hongsa	Nikorn Kotsombate	Sawitri Khemvong
Phatruethai Kumnat	Phonsiri Sayaphan	Benjamard Jaikaew
Witsanu Jangbai	Bang-on Saenkahn	Watcharapom Srisawangwong
Jarupong Prasopsuk	Kanyarat Tempiyapon	Chirapha Muangkhai
Kedsiri Chantapiriyapoon	Daonapha Chongwarin	Orapin Nuthong
Saranya Choungpim	Phetcharat Siriwi	Nanthakan Khunhon
Sathida Phonoy	Monchai Intha-it	Naowarat Tangmunkongvorakul

คำสำคัญ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์, ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช, ผลิตภัณฑ์สารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช, การเสื่อมสภาพ, สารกำจัดแมลง, สารกำจัดวัชพืช, สารป้องกันกำจัดโรคพืช, บูโพรเฟซิน, ไพริดาเบน, อิมิดาโคลพริด, อะซิทามิพริด, ฟีนอบูคาร์บ, เฟนิโตรไทออน, ไดยูรอน, ไซฮาโลฟอป-บิวทิล, ออกซาไดอะซอน, เมทริบูซิน, บิสไพริแบก-โซเดียม, พาราควอตไดคลอไรด์, คาร์เบนดาซิม, โทลโคลฟอส-เมทิล, อะซอกซีสโตรบิน, เบนอิมิล, เทบูโคนาโซล, ไทโอฟาเนต-เมทิล, คาร์บาริล, คาร์โบซัลแฟน, ไซฮาโลทริน, คลอโรทาลอนิล, คลอร์ไพริฟอส, ไซเพอร์เมทริน, อะซิโทคลอร์, อะมีทริน, ไตรอะโซฟอส, ไดเมโทเอต โพรพีนอซ, ไกลโฟเซต, อีไทออน, ไตรอะโซฟอส, โอเมโทเอต, มาลาไทออน, เมพิควอตคลอไรด์, 6-เบนซิลอะมิโนพิวรีน, บูทราลิน, ไตรเนกซาแพกเอทิล, ไดอะซินอน, อินดอกซาคาร์บ, เบตา-ไซฟลูทริน, แลมบ์ดา-ไซฮาโลทริน, อีทิโพรล

Keywords

Method Validation, Pesticide Formulation Products, Plant Growth Regulator Products, Degradation, Insecticide, Herbicide, Fungicide, buprofezin, pyridaben, imidacloprid, acetamiprid, fenobucarb, fenitrothion, diuron, cyhalofop-butyl, oxadiazon, metribuzin, bispyribac-sodium, paraquat dichloride, carbendazim, tolclofos-methyl, azoxystrobin, benomyl, tebuconazole, thiophanate-methyl, carbaryl, carbosulfan, lambda-cyhalothrin, chlorothalonil, chlorpyrifos, cypermethrin, acetochlor, ametryn, triazophos, dimethoate, profenofos, glyphosate, ethion, triazophos, omethoate, malathion mepiquat chloride, 6-benzylaminopurine, butralin, trinexapac-ethyl, diazinon, indoxacarb, beta-cyfluthrin, lambda-cyhalothrin, ethiprole

บทนำ (Introduction)

1. ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

กรมวิชาการเกษตรเป็นหน่วยงานหลักในด้านการกำกับดูแลการนำเข้าวัตถุดิบทางการเกษตร ทั้งผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช และสารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช ตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 ที่ต้องมีการควบคุมทั้งการผลิต นำเข้า ส่งออกหรือมีไว้ในครอบครองเพื่อการจำหน่าย โดยกองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร ทำหน้าที่ประเมินเอกสารด้านพิษวิทยาประกอบการรับขึ้นทะเบียนและตรวจสอบและควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรหลังการขึ้นทะเบียนตามกฎหมาย ให้มีคุณภาพตรงตามที่กำหนดไว้บนฉลาก รวมทั้งต้องศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์ เพื่อเป็นข้อมูลในการแนะนำให้เกษตรกรสามารถนำไปใช้ได้อย่างมีประสิทธิภาพ และปลอดภัย

สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ได้แก่ สารกำจัดวัชพืช สารกำจัดแมลง สารป้องกันกำจัดโรคพืช เป็นต้น รวมถึงสารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช เป็นวัตถุดิบทางการเกษตรที่ต้องควบคุมตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 พบว่าสถิติปริมาณการนำเข้าวัตถุดิบทางการเกษตร มีปริมาณการนำเข้าเพิ่มขึ้นทุกปี เพื่อให้เพียงพอกับความต้องการใช้สารของเกษตรกร เพื่อให้การบังคับใช้กฎหมายเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพและให้การใช้วัตถุอันตรายของเกษตรกรเป็นไปอย่างถูกต้อง ปลอดภัยต่อตัวเกษตรกรผู้ใช้และผู้บริโภค การวิจัยเพื่อตรวจวิเคราะห์วัตถุอันตรายทางการเกษตรจึงเป็นสิ่งสำคัญและจำเป็นที่ต้องดำเนินการเพื่อเป็นข้อมูลสนับสนุนการขึ้นทะเบียนวัตถุอันตรายและการติดตามการใช้วัตถุอันตรายตามที่กฎหมายกำหนด ทั้งนี้ เทคนิคการวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการไม่อาจจะเป็นวิธีการหรือเครื่องมือในห้องปฏิบัติการต้องได้รับการยอมรับในระดับสากล ถึงแม้ว่ากรมวิชาการเกษตรจะใช้วิธีวิเคราะห์ตามมาตรฐานเกณฑ์กำหนดคุณลักษณะขององค์การอาหารและการเกษตรแห่งสหประชาชาติ (Food and Agriculture Organization of the United Nations: FAO) ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร อย่างไรก็ตามก็ต้องดำเนินการปรับปรุงเทคนิคการวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการ ปรับปรุงวิธีการที่เหมาะสมกับเครื่องมือในห้องปฏิบัติการ ให้ได้รับการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC17025: 2005 ซึ่งงานวิจัยการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method Validation) หรือทวนสอบวิธี (Verified of Method) เป็นข้อกำหนดหนึ่งของการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ วิธีการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี สามารถทำให้ผลการตรวจวิเคราะห์มีความถูกต้อง น่าเชื่อถือได้ และเพื่อสนับสนุนการขอการรับรองห้องปฏิบัติการ รวมทั้งการขยายขอบข่ายวิธีทดสอบให้กับห้องปฏิบัติการให้มีศักยภาพเท่าเทียมในระดับนานาชาติ โดยเป็นภารกิจหลักของสำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตรที่เป็นหน่วยงานในส่วนกลาง และสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1-8 (สวพ.1-8) ที่เป็นหน่วยงานส่วนภูมิภาค ในการตรวจวิเคราะห์คุณภาพผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรก่อนการการขึ้นทะเบียน และภายหลังการขึ้นทะเบียน

ให้มีประสิทธิภาพสูงสุด เกษตรกรจะได้ใช้วัตถุอันตรายที่ถูกต้องเป็นไปตามที่ได้ขึ้นทะเบียนไว้ นำไปสู่ความปลอดภัยด้านอาหารเป็นการคุ้มครองผู้บริโภคต่อไป

2. การทบทวนวรรณกรรม

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method Validation) เป็นกระบวนการศึกษาเพื่อยืนยันคุณลักษณะของวิธีวิเคราะห์ (Method Performance Characteristics) ดำเนินการประเมินด้วยวิธีทางสถิติที่เหมาะสมตามวัตถุประสงค์การใช้งาน คุณลักษณะเฉพาะเหล่านี้ ได้แก่ ความจำเพาะเจาะจง (Specification/Selectivity) ความแม่นยำ (Accuracy) ความเที่ยง (Precision) พิสัย หรือช่วงของการวัด (Working range) ความเป็นเส้นตรง (Linearity) ขีดจำกัดของวิธีวิเคราะห์ในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ (Limit of detection และ Limit of quantitation) และความคงทนของวิธี (Ruggedness/Robustness) รวมทั้งความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty) การศึกษาคุณลักษณะเหล่านี้อาจไม่จำเป็นต้องทำทั้งหมด ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับวิธีวิเคราะห์และวัตถุประสงค์ของการใช้งาน (ทิพวรรณ, 2549)

ตามคอแลบบอเรทีฟ อินเตอร์เนชันแนล เพสตีไซด์ แอนาไลติคอลล เคานซิล ลิมิเต็ด (Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited : CIPAC 3807) ได้กล่าวว่าการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีในส่วนของสูตรผสมวัตถุอันตรายทางการเกษตร ให้ตรวจสอบคุณลักษณะความจำเพาะเจาะจง (Specification/Selectivity) พิสัย หรือช่วงของการวัด (Working range) ความเป็นเส้นตรง (Linearity) ความแม่นยำ (Accuracy) ความเที่ยง (Precision) และความคงทนของวิธี (Ruggedness /Robustness)

Huber (2007) ได้กล่าวว่า คุณลักษณะของพารามิเตอร์ที่ใช้ในการตรวจสอบความใช้ได้ขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ของการใช้งาน จึงไม่จำเป็นต้องตรวจสอบทุกพารามิเตอร์ของกระบวนการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ อาทิเช่น สารประกอบหลักที่มีปริมาณมาก (Major compound quantitative) ตรวจสอบคุณลักษณะ ความจำเพาะเจาะจง (Specification/Selectivity) พิสัย หรือช่วงการใช้งาน (working range) ความเป็นเส้นตรง (Linearity) ความแม่นยำ (Accuracy) ความเที่ยง (Precision) และความคงทนของวิธี (Ruggedness/Robustness) ซึ่งสอดคล้องกับ Eurachem (1998) กล่าวถึง สารที่มีปริมาณน้อย จำเป็นต้องทำการตรวจสอบคุณลักษณะ ขีดจำกัดของวิธีวิเคราะห์ในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ (Limit of detection และ Limit of quantitation) จิตตานันท์ และสุกัญญา (2557) รายงาน การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ chlorpyrifos+cypermethrin 50%+5% w/v EC ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography :GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID)

ด้วยคอลัมน์แคปิลารีชนิด HP-5 (30 m × 0.25 mm (id.) 0.25 µm film thickness) ใช้ฮีเลียม เป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 mL/min อุณหภูมิคอลัมน์เริ่มต้นที่ 190 °C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 °C/min จนถึง 220 °C นาน 2 นาที อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 °C/min จนถึง 260 °C นาน 8 นาที อุณหภูมิการฉีด 250 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 270 °C โหมดการฉีด Split ratio 25 : 1 ปริมาณการฉีด 1 µL วิธีทดสอบนี้ ให้ผลการทดสอบปริมาณสารคลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) ที่มีช่วงการวัด (Range) ในช่วงความเข้มข้น 0.418 - 5.235 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.418 - 3.141 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99996 ปริมาณสารไซเพอร์เมทริน (cypermethrin) มีช่วงการวัด (Range) ในช่วงความเข้มข้น 0.054 - 2.170 mg/ml ให้ค่าช่วงที่เป็นเส้นตรง (Linearity) ที่ครอบคลุมการใช้งาน 0.054 - 0.542 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99998 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า $r \geq 0.995$ การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ของปริมาณสารคลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) เมื่อพิจารณาจาก % recovery เท่ากับ 98.8 99.8 และ 101.9 ตามลำดับ ปริมาณสารไซเพอร์เมทริน (cypermethrin) ได้ % recovery เท่ากับ 99.0 99.4 และ 101.4 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ AOAC % recovery เท่ากับ 98 - 102 การตรวจสอบความเที่ยง (precision) ประเมิน Repeatability และ Intra-laboratory reproducibility ของสารคลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.697 0.560 0.628 และ 0.594 0.526 0.581 ตามลำดับ สำหรับไซเพอร์เมทริน (cypermethrin) ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.347 0.449 0.207 และ 0.613 0.656 0.565 ตามลำดับ สำหรับค่าความแข็งแกร่ง (Robustness/Ruggedness) ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารคลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.744 0.396 และ 0.505 และ ไซเพอร์เมทริน (cypermethrin) ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.386 0.188 และ 0.261 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT ≤ 2 จากการประเมินผลการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ สามารถนำวิธีนี้ไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานในการตรวจวิเคราะห์ได้ที่ให้ผลวิเคราะห์ถูกต้อง และแม่นยำ ยอมรับได้ในระดับสากล

Lantos and Virtics (2009) รายงานการวิเคราะห์สูตรผสมสารกำจัดศัตรูพืชจำนวน 31 ชนิด แบบ multi-pesticides โดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ด้วยคอลัมน์แคปิลารี BPX-5 (25 m × 0.53 mm (id.) 1.0 µm film thickness) ใช้ He เป็นแก๊สตัวพา อัตราการไหล 2 mL/min อุณหภูมิคอลัมน์เริ่มต้นที่ 80 °C นาน 1 นาที อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 39.9 °C/min จนถึง 140 °C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 15 °C/min จนถึง 290 °C นาน 5 นาที อุณหภูมิการฉีด 220 °C อุณหภูมิตัวตรวจจับ 270 °C โหมดการฉีด Split ratio 3 : 1 ปริมาณการฉีด 2 µL ใช้เวลาประมาณ 31 นาที ให้ค่า CV น้อยกว่าเทคนิค HPLC ซึ่งเป็นวิธีอ้างอิงเดิม

กฤษณา และคณะ (2539) รายงานว่า การเสื่อมสภาพของสารในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ศึกษาตัวอย่างจากการขึ้นทะเบียน จำนวน 11 ชนิด ได้แก่ alachlor 48 %W/V EC, butachlor 5%GR, butachlor 60 %W/V EC, carbaryl 85% WP, captan 50% WP,

carbendazim 50% WP, carbendazim 50% W/V F chlorpyrifos 40 %W/V EC, chlorpyrifos 20 %W/V EC, chlorpyrifos 25% WP, chlorpyrifos 5% GR, cypermethrin 35 %W/V EC, cypermethrin 25 % W/V EC, cypermethrin 10 %W/V EC, dimethoate 40% W/V EC , malathion 83% W/V EC, malathion 57% W/V EC, metalaxyl 25% WP และ monocrotophos 69% W/V SL Tech. รวมทั้งสิ้น จำนวน 184 ตัวอย่าง โดยดำเนินการวิเคราะห์ ปริมาณสารออกฤทธิ์ และทดสอบทางกายภาพ ได้แก่ ปริมาณน้ำ ค่าพีเอช (pH) การทดสอบสภาพ การเกิดอิมัลชัน การกระจายตะกอนแขวนลอย การเปียกน้ำ ขนาดอนุภาค วิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ด้วยเทคนิค GC-FID ได้แก่ อะลาคลอร์ (alachlor), บิวทาคลอร์ (butachlor), แคปแทน (captan), ไดมโทเอต (dimethoate), เมทาแลกซิล (metalaxyl), มาลาไทออน (malathion) วิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ด้วยเทคนิค HPLC-UV ได้แก่ คาร์บาซิล (carbaryl), คาร์เบนดาซิม (carbendazim), คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos), ไซเพอร์เมทริน (cypermethrin), โมโนโครโทฟอส (monocrotophos) ผลการวิเคราะห์ พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการทดสอบการคงสภาพ ที่ $54^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 14 วัน ตามมาตรฐาน FAO กำหนดเก็บตัวอย่างในสภาพจริงได้นานกว่า 2 ปี ได้แก่ อะลาคลอร์ (alachlor), บิวทาคลอร์ (butachlor), แคปแทน (captan), คาร์บาซิล (carbaryl), คาร์เบนดาซิม (carbendazim), คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos), ไซเพอร์เมทริน (cypermethrin) และ เมทาแลกซิล (metalaxyl) ผลิตภัณฑ์ที่สภาพจริงเก็บได้ไม่ถึง 2 ปี ได้แก่ ไดมโทเอต (dimethoate) (16 ตัวอย่าง) โมโนโครโทฟอส (monocrotophos) (30 ตัวอย่าง) สำหรับ มาลาไทออน (malathion) ไม่เกิน 3 เดือน (11 ตัวอย่าง) การเสื่อมสภาพมี 2 ลักษณะ คือปริมาณสารออกฤทธิ์ต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐาน และไม่ผ่านการทดสอบทางกายภาพ ได้แก่ การคงสภาพอิมัลชัน และการกระจายตะกอนแขวนลอย จากการทดลองสรุปได้ว่า การเสื่อมสภาพของสารในผลิตภัณฑ์ทั้งทางเคมี และทางกายภาพ มีแนวโน้มสอดคล้องต่อกัน งานวิจัยนี้สามารถใช้เป็นข้อมูลเบื้องต้นในการเลือกซื้อผลิตภัณฑ์จากคุณลักษณะภายนอก ถ้าผลิตภัณฑ์มีการแยกชั้น หรือจับตัวเป็นก้อน นั้นหมายความว่า ปริมาณสารออกฤทธิ์ลดลง ไม่ควรซื้อใช้ แต่อย่างไรก็ตาม ข้อมูลทางวิชาการที่มีความน่าเชื่อถือ ต้องมีจำนวนตัวอย่างที่เพียงพอต่อการประเมินผลการวิเคราะห์ข้อมูลสถิติปริมาณการนำเข้าวัตถุดิบอันตรายทางการเกษตรปี พ.ศ. 2555 ทั้งสารกำจัดแมลง สารกำจัดวัชพืช และสารป้องกันกำจัดโรคพืช จำนวนทั้งสิ้น 221 ชนิด มีปริมาณสารทั้งหมด 134,480.27 ตัน ปริมาณสารสำคัญ 70,155.63 ตัน มูลค่า 19,378,508.86 บาท สำหรับปี พ.ศ. 2556 (ข้อมูลเดือนมกราคม-มิถุนายน) จำนวนทั้งสิ้น 210 ชนิด มีปริมาณสารทั้งหมด 96,853.07 ตัน ปริมาณสารสำคัญ 49,138.8ตัน มูลค่า 13,251,570.90 บาท (สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร, 2557) วัตถุดิบอันตรายทางการเกษตรนำเข้าสูงสุด 10 อันดับในปี พ.ศ. 2555 เรียงลำดับดังนี้ ไกลโฟเซต-ไอโซโพรพิลแอมโมเนียม (glyphosate isopropylammonium), พาราควอตไดคลอไรด์ (paraquat dichloride), อะเมทริน (ametryn), 2,4-D dimethyl ammonium, อะทราซีน (atrazine), 2,4-ดี- โซเดียม ซอลต์ (2,4-D sodium salt), ไดยูรอน (diuron), บิวทาคลอร์ (butachlor), อะซีโทคลอร์ (acetochlor), แมนโคเซบ

(mancozeb) วัตถุอันตรายทางการเกษตรนำเข้าสูงสุด 10 อันดับในปี พ.ศ. 2556 เรียงลำดับดังนี้ ไกลโฟเซต-ไอโซโพรพิลแอมโมเนียม (glyphosate isopropylammonium), พาราควอตไดคลอไรด์ (paraquat dichloride), อะเมทรีน (ametryn), 2,4-ดี-ไดเมทิลแอมโมเนียม (2,4-D dimethyl ammonium), อะทราซีน (atrazine), 2,4-D sodium salt, คาร์โบซัลแฟน (carbosulfan), ฟิโพรนิล (fipronil), ไดยูรอน (diuron), บิวทาคลอร์ (butachlor) จากข้อมูลทางสถิติดังกล่าว มีการนำเข้าสารปริมาณเพิ่มขึ้นทุกปี และมีชนิดสารที่นำเข้าสูงสุด 10 อันดับ ด้วยเหตุนี้จึงควรได้รับการพิจารณาในการศึกษาวิจัยวิธีวิเคราะห์ให้มีความถูกต้อง เหมาะสม น่าเชื่อถือ แต่อย่างไรก็ตามสารชนิดอื่น ๆ ที่มีการใช้ทางการเกษตรก็ควรได้รับการศึกษาวิจัยวิธีวิเคราะห์ให้ได้มาตรฐานเช่นกัน เพื่อให้เกษตรกรได้ใช้วัตถุอันตรายทางการเกษตรที่ได้คุณภาพ

3. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

3.1 เพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช และผลิตภัณฑ์สารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช ให้เหมาะสมกับเครื่องมือในห้องปฏิบัติการ

3.2 เพื่อศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชในกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตที่มีแนวโน้มสลายตัวเร็ว ได้แก่ ไดเมโทเอต (dimethoate), โอเมโทเอต (omethoate) และ มาลาไทออน (malathion)

4. ขอบเขตของโครงการวิจัย

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation) ให้มีความถูกต้องในการวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร จำนวน 72 ผลิตภัณฑ์ 40 ชนิดสารที่จัดอยู่ในกลุ่มสารกำจัดแมลง สารกำจัดวัชพืช สารป้องกันกำจัดโรคพืช และสารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช การตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดแฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) และเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatography : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิดไดโอดอาร์เรย์ (Diode array) หรือยูวี-วาริเอเบิล ดีเทคเตอร์ (UV-Variable Detector) พารามิเตอร์ที่ใช้ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรอ้างอิงตามเอกสาร คอแลบบอเรนทีพ อินเตอร์เนชันแนล เพสตีไซด์ แอนาไลติคอลล คอเนชันล ลิมิเต็ด (Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited : CIPAC 3807) โดยตรวจสอบพารามิเตอร์ความจำเพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity), ช่วงของการวัด (Working range), ความเป็นเส้นตรง (Linearity), ความแม่นยำ (Accuracy), ความเที่ยง (Precision), ความคงทนของวิธี (Ruggedness/Robustness) รวมทั้งคำนวณค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty) เพื่อการสอบกลับได้ของผลการวิเคราะห์ และเมื่อได้ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง และแม่นยำ สามารถนำวิธีดังกล่าวใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารในกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ได้แก่ ไดเมโทเอต (dimethoate), โอเมโทเอต (omethoate) และ มาลาไท

ออน (malathion) ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) ซึ่งสารทั้ง 3 ชนิด มีแนวโน้มสลายตัวเร็วในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช

5. สมมุติฐาน

การรายงานผลการตรวจวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการจะให้ผลถูกต้องและมีความน่าเชื่อถือนั้น ต้องมีองค์ประกอบที่สำคัญคือ เทคนิค และวิธีการในการวิเคราะห์สารนั้นๆ ดังนั้นเมื่อจะเลือกวิธีการใด ไม่ว่าจะเป็นวิธีมาตรฐาน วิธีที่ดัดแปลงจากวิธีมาตรฐาน วิธีที่ผู้อื่นพัฒนาขึ้นเอง หรือวิธีที่พัฒนาขึ้นเองในห้องปฏิบัติการ ล้วนแล้วแต่ต้องทดสอบก่อนว่าวิธีนั้นสามารถใช้ได้อย่างถูกต้องตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้หรือไม่

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method Validation) เป็นกระบวนการที่ตรวจพิสูจน์ทราบที่เกิดขึ้นภายหลังการพัฒนาวิธีวิเคราะห์ ปรับปรุง หรือดัดแปลงให้เหมาะสม นอกจากนี้ในการที่นำวิธีมาตรฐานมาใช้ ซึ่งไม่มีการเปลี่ยนแปลง ก็ต้องมีการทวนสอบวิธี (Verified of Method) เพื่อยืนยันสมรรถนะของห้องปฏิบัติการว่าสามารถดำเนินการถูกต้อง และแม่นยำตามวิธีมาตรฐานระบุ นอกจากนี้การรายงานผลการทดสอบที่ถูกต้อง น่าเชื่อถือ ต้องระบุค่าความไม่แน่นอน เพราะค่าความไม่แน่นอนบ่งบอกถึงคุณสมบัติการสอบกลับได้ของผลการวิเคราะห์นั้นๆ ดังนั้นการทดสอบวิธีวิเคราะห์จึงต้องมีการประเมินค่าความไม่แน่นอนเพื่อใช้ในการพิจารณาความเหมาะสมของวิธี

สำหรับห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร และห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1-8 ในส่วนของการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช มีวิธีการวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐานระดับนานาชาติ ได้แก่ คอแลบบอเรทิฟ อินเตอร์เนชันแนล เพสตีไซด์ แอนาไลติคอล เคานซิล ลิมิเตด (Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited : CIPAC) หรือ CIPAC Handbook แต่เนื่องจากวิธีมาตรฐานบางวิธียังคงใช้เทคนิคการวิเคราะห์ที่ใช้ภาวะเครื่องไม่ทันสมัย อาทิเช่น เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography: GC) ยังคงใช้คอลัมน์แก้ว (Packed Column) ซึ่งปัจจุบันเทคนิคที่ทันสมัยได้เปลี่ยนเป็นคอลัมน์แคปิลารี ที่ให้ประสิทธิภาพการแยกสารได้ดีขึ้น หรือ วิธีมาตรฐานใช้สารมาตรฐานภายใน (Internal standard) ในขั้นตอนการเตรียมสารละลาย ซึ่งสารบางชนิดมีความเป็นพิษสูง ทำให้เกิดอันตรายต่อผู้วิเคราะห์ และสิ้นเปลืองงบประมาณในการทำลายสารของเสียอันตราย ซึ่งเครื่องมือสมัยใหม่ที่เป็นแบบอัตโนมัติ ให้ความแม่นยำของการฉีดสาร เครื่องมือที่ใช้สำหรับการตรวจสอบความใช้ได้ ต้องผ่านการสอบเทียบเครื่องมือที่มีความน่าเชื่อถือได้ นอกจากนี้ ผลิตภัณฑ์บางชนิด อาทิเช่น สารออกฤทธิ์ไดยูรอน (diuron) เป็นต้น ยังไม่มีวิธีการวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐาน แต่เป็นวิธีที่บริษัทเอกชนพัฒนาขึ้นเอง ห้องปฏิบัติการจึงทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีนั้นอีกครั้ง เพื่อให้เหมาะสมกับเทคนิคและเครื่องมือที่มีอยู่ และสามารถใช่วิธีที่ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีเรียบร้อยแล้ว เป็นวิธีมาตรฐานในห้องปฏิบัติการได้

ในส่วนผลิตภัณฑ์สารควบคุมการเจริญเติบโตของพืชบางชนิด ยังไม่มีวิธีมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ เช่นกัน อาทิเช่น 6-เบนซิลอะมิโนพิวรีน (6-benzylaminopurine), บูทราลิน (butralin), ไตรเนกซาแพก-เอทิล (trinexapac-ethyl) สำหรับ เมพิควอตคลอไรด์ (mepiquat chloride) วิธีวิเคราะห์แบบเดิมจะใช้วิธีการตกตะกอนด้วย sodium tetraphenylboron จากนั้น กรองด้วยแร่ใยหิน (asbestos) ซึ่งแร่ใยหิน เป็นสารที่กรมโรงงานอุตสาหกรรมห้ามนำเข้า เนื่องจากเป็นสารก่อมะเร็ง จึงต้องมีการปรับปรุงวิธีวิเคราะห์ใหม่ให้มีความถูกต้อง เหมาะสม และมีความปลอดภัยยิ่งขึ้น

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยวิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร มุ่งเน้นการพัฒนาวิธีทดสอบให้เหมาะสมกับเครื่องมือที่ทันสมัย มีสมรรถนะการวิเคราะห์สูง อีกทั้งสร้างศักยภาพให้ห้องปฏิบัติการทั้งส่วนกลาง และส่วนภูมิภาค กรมวิชาการเกษตร ได้รับการรับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2017 เป็นที่ยอมรับในระดับสากล โดยพัฒนาวิธีทดสอบสารออกฤทธิ์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร 74 วิธี ทั้ง 74 วิธีได้ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ (Method Validation) ตามข้อเกณฑ์กำหนดของ AOAC อีกทั้งวิธีมาตรฐานสามารถนำไปตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ที่วางจำหน่ายตามท้องตลาด เพื่อเป็นการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์ งานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาการเสื่อมสภาพของสารออกฤทธิ์ dimethoate omethoate และ malathion ในระยะเวลา 2 ปี โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิตู้เย็น 5 °C พบว่า สารออกฤทธิ์ทั้ง 3 ชนิด ในส่วนที่เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องมีแนวโน้มลดลงอย่างมีนัยสำคัญ แต่สำหรับที่เก็บไว้ที่อุณหภูมิตู้เย็น 5 °C มีการเปลี่ยนแปลงไม่ต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐาน FAO-Specification สำหรับปริมาณน้ำที่อุณหภูมิห้องมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น แต่ค่า pH และการเกิดอิมัลชันไม่ค่อยเปลี่ยนแปลงทั้งที่เก็บที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิตู้เย็น 5 °C

Abstracts

Research and Development on Analytical System of Agricultural Hazardous Substance Products focus on developing test methods suitable for modern tools with high analytical performance as well as creating potential for the entire central laboratory and the region of the Department of Agriculture which has been certified with ISO / IEC 17025: 2017 which is internationally recognized. By developing an active test method In 74 hazardous agricultural products, 74 methods have been validated (Method Validation) according to AOAC criteria and standard methods can be used to check the quality of products sold in the market In order to control the quality of the product. This research investigated the deterioration of the active ingredient dimethoate omethoate and malathion for 2 years by collecting samples at room temperature and the refrigerator temperature at 5 ° c showed that all 3 active ingredients in the storage at room temperature were significantly reduced. But for stored at 5 ° c refrigerator temperature, there is change, not lower than the standard criteria FAO-Specification. For the amount of water at room temperature, there is a tendency to increase, but the pH and emulsion formation rarely change, both at room temperature and refrigerator temperature 5 ° c

ระเบียบวิธีการวิจัย (Research Methodology)

กิจกรรมที่ 1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร (Method Validation on Analytical of Agricultural Hazardous Substance Products)

ประกอบด้วย 12 การทดลอง

การทดลองที่ 1.1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2559-2561)

ปี 2559 : บุปโรเฟซิน (buprofezin), ไพริดาเบน (pyridaben), เบตา-ไซฟลูทริน (beta-cyfluthrin) และอีทีโพรล (ethiprole)

ปี 2560 : อิมิดาโคลพริด (imidacloprid), อะซิทามิพริด (acetamiprid) และไซเพอร์เมทริน+โพรฟีโนฟอส (cypermethrin+profenofos)

ปี 2561 : ฟีนอบูคาร์บ (fenobucarb), เฟนิโตรไทออน (fenitrothion) และลูเฟนนูรอน+โพรฟีโนฟอส (lufenuron+profenofos)

การทดลองที่ 1.2 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดวัชพืช ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2559-2561)

ปี 2559 : ไดยูรอน (diuron) และไซฮาโลฟอป-บิวทิล (cyhalofop-butyl)

ปี 2560 : ออกซาไดอะซอน (oxadiazon) และเมทริบูซิน (metribuzin)

ปี 2561 : บิสไพริแบค-โซเดียม (bispiribac-sodium) และพาราควอตไดคลอไรด์ (paraquat dichloride)

การทดลองที่ 1.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2559-2561)

ปี 2559 : คาร์เบนดาซิม (carbendazim) และโทลโคลฟอส-เมทิล (tolclofos-methyl)

ปี 2560 : อะซอกซิสโตรบิน (azoxystrobin) และเบนโนมิล (benomyl)

ปี 2561 : ทีบูโคนาโซล (tebuconazole) และไทโอฟานาต-เมทิล (thiophanate-methyl)

การทดลองที่ 1.4 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนบน (2559-2561)

ปี 2559 กลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช : คลอโรทาลอนิล (chlorothalonil) และคาร์เบนดาซิม (carbendazim)

ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดแมลง : คาร์บาริล (carbaryl) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

ปี 2561 กลุ่มสารกำจัดแมลง : แลมบ์ดา-ไซฮาโลทริน (lambda-cyhalothrin) และกลุ่มสารกำจัดวัชพืช : พาราควอตไดคลอไรด์ (paraquat dichloride)

การทดลองที่ 1.5 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนล่าง (2559-2560)

ปี 2559 กลุ่มสารกำจัดแมลง : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)

ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดวัชพืช : อะซิโทคลอร์ (acetochlor) และอะเมทรีน (ametryn)

การทดลองที่ 1.6 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนบน (2559-2561)

ปี 2559 กลุ่มสารกำจัดวัชพืช : ไกลโฟเซต (glyphosate) และกลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช :

คาร์เบนดาซิม (carbendazim)

ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดแมลง : ไตรอะโซฟอส (triazophos) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

ปี 2561 กลุ่มสารกำจัดแมลง : ไดเมโทเอต (dimethoate) และโพรฟีโนฟอส (profenofos)

การทดลองที่ 1.7 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนล่าง (2559-2561)

ปี 2559 กลุ่มสารกำจัดแมลง : แลมบ์ดา-ไซฮาโลทริน (lambda-cyhalothrin), เดลตามาเมทริน

(deltamethrin), คาร์บาริล (carbaryl) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดแมลง : ไตรอะโซฟอส (triazophos), ไดเมโทเอต (dimethoate),

ไดอะซินอน (diazinon) และกลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช : เบนอมิล (benomyl)

ปี 2561 กลุ่มสารกำจัดแมลง : พิริมิฟอส-เมทิล (pirimiphos-methyl), อีไทออน (ethion) กลุ่มสารป้องกัน

กำจัดโรคพืช : คาร์เบนดาซิม (carbendazim) และกลุ่มสารกำจัดวัชพืช : ไกลโฟเซต (glyphosate)

การทดลองที่ 1.8 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคกลาง (2559-2560)

ปี 2559 : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)

ปี 2560 : คาร์บาริล (carbaryl) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

การทดลองที่ 1.9 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออก (2559-2560)

ปี 2559 : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)

ปี 2560 : คาร์บาริล (carbaryl) และเดลตามาเมทริน (deltamethrin)

การทดลองที่ 1.10 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนบน (2559-2561)

ปี 2559 : อีไทออน (ethion) และโพรฟีโนฟอส (profenofos)

ปี 2560 : ไตรอะโซฟอส (triazophos) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

ปี 2561 : เดลตามาเมทริน (deltamethrin) และคาร์บาริล (carbaryl)

การทดลองที่ 1.11 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนล่าง (2559-2560)

ปี 2559 : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)

ปี 2560 : คาร์โบซัลแฟน (carbosulfan) และคาร์บาริล (carbaryl)

การทดลองที่ 1.12 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช (2559-2560)

ปี 2559 : เมพิควอตคลอไรด์ (mepiquat chloride) และ 6-เบนซิลอะมิโนพิวรีน (6-benzylaminopurine)

ปี 2560 : บูทรอลิน (butralin) และ ไตรเนกซาแพก-เอทิล (trinexapac-ethyl)

มีวิธีดำเนินการ ดังนี้

1. ทำการสอบเทียบ เครื่องมือไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatograph : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิด ไดโอดอาร์เรย์ (Diode array) หรือยูวี-วาริเอเบิล ดีเทคเตอร์ (UV-Variable Detector) และเครื่องมือแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatograph: GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออไนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) และวัสดุอุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้ทดสอบการวิเคราะห์

2. ปรับตั้งภาวะเครื่องมือที่ต้องการใช้ทดสอบ ตามวิธีทดสอบที่ต้องการตรวจพิสูจน์ทราบ โดยฉีดสารละลายมาตรฐานเข้าเครื่องหลายๆ ซ้ำ ให้ได้ค่า %RSD แตกต่างไม่เกิน 1%

3. ทดสอบความจำเพาะเจาะจง (Specification/Selectivity) โดยการทดสอบการรบกวนของตัวทำละลายด้วยการฉีดตัวทำละลายในภาวะที่ใช้ทดสอบ

4. ทดสอบความเป็นเส้นตรง (Linearity) โดยเตรียมสารละลายมาตรฐาน 6 ความเข้มข้นๆ ละ อย่างน้อย 2-3 ซ้ำ นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง นำข้อมูลสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นกับค่า response หรือพื้นที่ใต้พีค (area) คำนวณค่า Correlation coefficient ($r \geq 0.995$)

5. ทดสอบช่วงของการวัด (Working range) จากช่วงความเป็นเส้นตรง โดยเตรียมสารละลายมาตรฐาน 6 ความเข้มข้นๆ ละ อย่างน้อย 2-3 ซ้ำ นำสารละลายฉีดเข้าเครื่อง นำข้อมูลสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นกับค่า response หรือพื้นที่ใต้พีค (area) คำนวณค่า Correlation coefficient ($r \geq 0.995$)

6. ทดสอบความแม่นยำ (Accuracy)

6.1 สร้างกราฟสารละลายมาตรฐานที่อย่างน้อย 3 ระดับความเข้มข้น จาก stock ของสารละลายมาตรฐาน

6.2 เตรียมสารละลาย original sample ของผลิตภัณฑ์ อย่างน้อย 10 ซ้ำ

6.3 เตรียม fortified sample ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง ความเข้มข้นๆ ละ อย่างน้อย 10 ซ้ำ

6.4 ประเมินค่า accuracy จาก % recovery เกณฑ์ยอมรับตาม AOAC

7. ทดสอบความเที่ยง (Precision)

7.1 สร้างกราฟสารละลายมาตรฐานที่อย่างน้อย 3 ระดับความเข้มข้น จาก stock ของสารละลายมาตรฐาน

7.2 เตรียมสารละลายตัวอย่างผลิตภัณฑ์ ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง ความเข้มข้นๆ ละ อย่างน้อย 10 ซ้ำ

7.3 ประเมินค่า precision โดยใช้ค่า HORRAT เกณฑ์ยอมรับ AOAC; $\text{HORRAT} \leq 2$

8. ทดสอบความคงทนของวิธี (Robustness/Ruggedness) โดยดำเนินการทดลองเช่นเดียวกับ precision แต่เปลี่ยนภาวะในการทดสอบบางประการ ประเมินผลโดยใช้ค่า HORRAT เกณฑ์ยอมรับ AOAC; HORRAT ≤ 2

9. การหาค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

9.1 เขียนขั้นตอนการวิเคราะห์ และสูตรที่ใช้การคำนวณปริมาณสารออกฤทธิ์ ในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ วัตถุอันตรายทางการเกษตร เพื่อพิจารณาแหล่งที่มาของความไม่แน่นอน

9.2 กำหนดแหล่งและองค์ประกอบต่างๆของความไม่แน่นอน แสดงในรูปแบบ fish bone diagram หรือ cause effect diagram

9.3 หาค่าความไม่แน่นอนขององค์ประกอบต่างๆ ดังนี้

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

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

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

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

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

9.6 รายงานค่าความไม่แน่นอน (Reporting uncertainty) โดยรายงานความไม่แน่นอนในรูปแบบของความไม่แน่นอนขยาย ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

การบันทึกข้อมูล

1. ปริมาณสารออกฤทธิ์ buprofezin, pyridaben, beta-cyfluthrin, ethiprole, imidacloprid, acetamiprid, cypermethrin+profenofos, fenobucarb, fenitrothion, lufenuron+profenofos, diuron, cyhalofop-butyl, oxadiazon, metribuzin, bispyribac-sodium, paraquat dichloride, carbendazim, tolclofos-methyl, azoxystrobin, benomyl, tebuconazole, thiophanate-methyl, chlorothalonil, carbaryl, carbosulfan, lambda-cyhalothrin, chlorpyrifos, cypermethrin, acetochlor, ametryn, glyphosate, triazophos, dimethoate, profenofos, ethion, dicofol, deltamethrin, acetochlor, amethrin, diazinon, mepiquat chloride, 6-benzylaminopurine, butralin, trinexapac-ethyl, pirimiphos-methyl

2. Linearity ของสารละลายมาตรฐาน 6 ความเข้มข้นๆ ละ 2-3 ซ้ำ, Working range ของสารละลายมาตรฐาน 6 ความเข้มข้นๆ ละ 2-3 ซ้ำ

3. Accuracy ที่วิเคราะห์ได้จาก % recovery และ Precision, Robustness/Ruggedness ที่ได้จากการนำ %RSD ไปประเมินด้วยค่า HORRAT

สถานที่ดำเนินการ

1. ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ
2. ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ
3. ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 1-8 (สวพ.1-8) กรมวิชาการเกษตร

กิจกรรมที่ 2 การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร

(Research Quality of Agricultural Hazardous Substance Products)

การทดลองที่ 2.1 การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ไดเมโทเอต (dimethoate), โอเมโทเอต (omethoate) และมาลาไทออน (malathion) (2559-2561) มีวิธีการดำเนินงาน ดังนี้

1. สอบเทียบเครื่องมือ Gas chromatography ที่มีตัวตรวจจับชนิด Flame ionization detector (FID) และจัดเตรียมสารเคมี วัสดุ อุปกรณ์ต่างๆ ให้พร้อมใช้งาน
2. รวบรวมตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ที่ส่งตัวอย่างวิเคราะห์เพื่อการขึ้นทะเบียน ได้แก่ dimethoate 40%W/V EC, omethoate 50% W/V EC/SL และ malathion 83% W/V EC

3. บันทึกข้อมูลพื้นฐานของตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ได้แก่ แหล่งผลิต บริษัทนำเข้าบริษัทจำหน่าย ชื่อสามัญ ชื่อการค้า วันผลิต และสูตรความเข้มข้น เป็นต้น

4. ดำเนินการตรวจวิเคราะห์ทางเคมี และกายภาพ ดังนี้

4.1 ตรวจวิเคราะห์ทางเคมี โดยวิเคราะห์ปริมาณสารออกฤทธิ์ dimethoate 40%W/V EC จำนวนอย่างน้อย 50 ตัวอย่าง omethoate 50 %W/V EC/SL จำนวนอย่างน้อย 50 ตัวอย่าง และ malathion 83%W/V EC จำนวนอย่างน้อย 50 ตัวอย่าง ด้วยเทคนิค Gas chromatography โดยทำการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างต่อเนื่องทุก ๆ 3 เดือน เป็นเวลา 2 ปี โดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง ตู้อุ่น บันทึกผลการวิเคราะห์

4.2 ตรวจวิเคราะห์ทางกายภาพจากตัวอย่างข้อ 4.1 โดยวิเคราะห์ค่าพีเอช (pH) ด้วยเครื่องมือ Auto Titration และปริมาณน้ำ ด้วยเครื่องมือ Karl Fischer Titrator ทำการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างต่อเนื่องทุก ๆ 3 เดือน เป็นเวลา 2 ปี บันทึกผลการวิเคราะห์

4.3 บันทึกอุณหภูมิห้องเก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรที่ใช้วิเคราะห์ คุณภาพทางเคมีและกายภาพ

4.4 รวบรวมข้อมูลผลการวิเคราะห์ และจัดทำแผนภูมิควบคุม (Control chart) อ้างอิงตามเกณฑ์ค่าความคลาดเคลื่อนของเอฟ เอ โอ (FAO-Specification) ค.ศ.2010 และสรุปผลการทดลอง **การบันทึกข้อมูล**

1. น้ำหนักสารมาตรฐานและน้ำหนักตัวอย่างของ dimethoate, omethoate และ malathion
2. ค่าพีเอช (pH) ปริมาณน้ำ และปริมาณน้ำมัน/ครีม
3. อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิตู้เย็น

สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุพิษทางการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ

ผลการวิจัย และอภิปรายผล
(Results and Discussion)

กิจกรรมที่ 1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร
(ปีเริ่มต้น 2559- สิ้นสุด 2561)

ประกอบด้วย 12 การทดลอง

การทดลองที่ 1.1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2559-2561)

ปี 2559 : บuprofezin (buprofezin), pyridaben (pyridaben), beta-cyfluthrin (beta-cyfluthrin) และ ethiprole (ethiprole)

ปี 2560 : imidacloprid (imidacloprid), acetamiprid (acetamiprid) และ cypermethrin+profenofos (cypermethrin+profenofos)

ปี 2561 : fenobucarb (fenobucarb), fenitrothion (fenitrothion) และ lufenuron+profenofos (lufenuron+profenofos)

วิธีทดสอบและการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง มีรายละเอียด ดังนี้

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ

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

สำหรับสารออกฤทธิ์ buprofezin, pyridaben และ beta-cyfluthrin ดังนี้

คอลัมน์ชนิด : Capillary คอลัมน์ภายในบรรจุด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane

(HP-5) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร ความยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม 0.25 ไมโครเมตร

อุณหภูมิ injector : 260°C (buprofezin), 270°C (pyridaben), 280°C (beta-cyfluthrin)

อุณหภูมิ oven : 240°C (buprofezin), 260°C (pyridaben), 280°C (beta-cyfluthrin)

อุณหภูมิ detector : 260°C (buprofezin), 270°C (pyridaben), 280°C (beta-cyfluthrin)

Split ratio : 50 : 1

ปริมาตรการฉีด : 1.0 ไมโครลิตร

ก๊าซตัวพา : He อัตราการไหล 2 มิลลิลิตรต่อนาที (buprofezin, pyridaben,

: He อัตราการไหล 2.5 มิลลิลิตรต่อนาที (beta-cyfluthrin)

ก๊าซจุดเปลวไฟ : H₂ อัตราการไหล 45 มิลลิลิตรต่อนาที (buprofezin, pyridaben beta-cyfluthrin)

: Air อัตราการไหล 450 มิลลิลิตรต่อนาที

- Make up gas : N₂ อัตราการไหล 45 มิลลิลิตรต่อนาที
- 1.2 เครื่อง High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับ ethiprole
- คอลัมน์ชนิด : ZORBAX SB-Phenyl ขนาดอนุภาค 3.5 μ m ความยาว 150 มิลลิเมตร
เส้นผ่าศูนย์กลาง 4.6 มิลลิเมตร
- อัตราการไหล : 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที
- เฟสเคลื่อนที่ : acetonitrile – 0.5% acetic acid (55+45 v/v) (ethiprole)
- อุณหภูมิคอลัมน์ : 40°C
- ความยาวคลื่น : 280 นาโนเมตร
- ปริมาตรการฉีด : 10 ไมโครลิตร

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ buprofezin, pyridaben, beta-cyfluthrin, cypermethrin+profenofos และ fenitrothion ดังนี้

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range) ผลการศึกษาพบว่า ช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.2–1.8 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตรสำหรับ buprofezin, pyridaben, beta-cyfluthrin และช่วงความเข้มข้น 0.02–0.18 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตรสำหรับ ethiprole ได้ค่า correlation coefficient (r) \geq 0.995 อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ $r \geq$ 0.995

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ imidacloprid, acetamiprid และ cypermethrin + profenofos

2.3 ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy)

ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy) โดยหาค่า %recovery ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน ที่เติมลงในสารละลายตัวอย่างมี 3 ระดับความเข้มข้นๆละ 10 ซ้ำ %recovery ของ buprofezin และ pyridaben ช่วงเกณฑ์การยอมรับที่ 98-102 % และ %recovery ของ beta-cyfluthrin และ ethiprole ช่วงเกณฑ์การยอมรับที่ 97-103% แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 การตรวจสอบ Accuracy ของ buprofezin, pyridaben, beta-cyfluthrin และ ethiprole

Pesticide	AI content (mg/25 ml)	%Recovery
buprofezin	10.0	99.5
	15.0	100.9
	20.0	100.8
pyridaben	10.0	100.5
	15.0	99.9
	20.0	100.7
beta- cyfluthrin	10.0	102.4
	15.0	102.2
	20.0	102.4
ethiprole	1.00	100.5
	1.50	100.0
	2.00	100.5

2.4 ตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

แบบ Repeatability และ within laboratory reproducibility ความเข้มข้นที่ระดับ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (สำหรับ buprofezin, pyridaben และ beta-cyfluthrin) และความเข้มข้นที่ระดับ 0.05, 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (สำหรับ ethiprole) แสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 การตรวจสอบ Precision ของ buprofezin, pyridaben, beta-cyfluthrin และ ethiprole

สารป้องกัน กำจัดศัตรูพืช	ความ เข้มข้น (mg/ml)	repeatability				within laboratory reproducibility			
		mean	%RSD _{exp}	%RSD _{Horwitz}	HORRAT	mean	%RSD _{exp}	%RSD _{Horwitz}	HORRAT
buprofezin	0.5	25.38	1.02	1.63	0.62	25.60	0.66	2.46	0.27
	1.0	25.30	0.84	1.63	0.52	25.37	0.72	2.46	0.29
	1.5	25.34	0.79	1.63	0.49	25.52	0.93	2.46	0.38
pyridaben	0.5	20.12	0.23	1.68	0.14	20.18	0.89	2.55	0.35
	1.0	19.97	0.61	1.68	0.36	20.01	1.92	2.55	0.75
	1.5	19.98	0.90	1.68	0.54	20.29	1.00	2.55	0.39
beta- cyfluthrin	0.5	2.50	0.68	2.30	0.30	2.47	0.56	3.48	0.16
	1.0	2.50	1.80	2.30	0.78	2.51	1.30	3.48	0.37
	1.5	2.55	1.44	2.30	0.63	2.49	0.88	3.48	0.25
ethiprole	0.05	9.97	1.64	1.87	0.88	9.96	0.98	2.83	0.35
	0.10	9.89	0.82	1.87	0.44	9.84	0.46	2.83	0.16
	0.15	9.85	0.65	1.87	0.35	9.82	0.68	2.83	0.24

2.5 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness

การตรวจสอบ Robustness (เปลี่ยนอุณหภูมิ/อัตราการไหล) และตรวจสอบ Ruggedness (เปลี่ยนเครื่อง/คอลัมน์) ความเข้มข้นที่ระดับ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (สำหรับ buprofezin, pyridaben และ beta-cyfluthrin) และความเข้มข้นที่ระดับ 0.05, 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (สำหรับ ethiprole) แสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 การตรวจสอบ Robustness/Ruggedness ของ buprofezin, pyridaben, beta-cyfluthrin และ ethiprole

Pesticides	Conc. (mg/ml)	robustness				ruggedness			
		mean	%RSD _{exp}	%RSD _{Horwitz}	HORRAT	mean	%RSD _{exp}	%RSD _{Horwitz}	HORRAT
buprofezin	0.5	24.83	1.20	2.46	0.49	25.31	1.35	2.46	0.55
	1.0	24.79	0.63	2.46	0.26	25.61	0.65	2.46	0.26
	1.5	25.01	0.63	2.46	0.26	25.42	1.03	2.46	0.42
pyridaben	0.5	20.13	0.81	2.55	0.32	20.24	0.42	2.55	0.16
	1.0	19.98	0.67	2.55	0.26	20.00	0.49	2.55	0.19
	1.5	19.84	0.75	2.55	0.29	20.20	0.59	2.55	0.23
beta-cyfluthrin	0.5	2.54	0.82	3.48	0.24	2.50	0.88	3.48	0.25
	1.0	2.49	0.96	3.48	0.27	2.51	1.20	3.48	0.35
	1.5	2.50	1.53	3.48	0.44	2.50	0.99	3.48	0.28
ethiprole	0.05	9.98	1.69	2.83	0.60	10.05	1.68	2.83	0.59
	0.10	9.90	0.90	2.83	0.32	9.98	0.81	2.83	0.29
	0.15	9.88	0.65	2.83	0.23	9.96	0.58	2.83	0.20

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

buprofezin เท่ากับ ± 0.2 , pyridaben เท่ากับ ± 1.2 , beta-cyfluthrin เท่ากับ ± 0.04 และ ethiprole เท่ากับ ± 0.13

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับสารออกฤทธิ์ imidacloprid, acetamiprid ดังนี้

คอลัมน์ชนิด	: 250 x 4.0 มิลลิเมตร id packed with 5 ไมโครเมตร octydecylsilane-bonded silica gel (imidacloprid, acetamiprid)
อัตราการไหล	: 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที
เฟสเคลื่อนที่	: acetonitrile – water (60+40 v/v) (imidacloprid) : acetonitrile – water (25+75 v/v) (acetamiprid)
อุณหภูมิคอลัมน์	: 40°C
ความยาวคลื่น	: 252 นาโนเมตร (imidacloprid)

ตารางที่ 4 การตรวจสอบ Accuracy ของ imidacloprid, acetamiprid และ cypermethrin+profenofos

Pesticides	AI content (mg/50 ml)	%Recovery
imidacloprid	0.08 mg/mL	101.1
	0.10 mg/mL	100.2
	0.12 mg/mL	100.3
acetamiprid	0.08 mg/mL	98.1
	0.10 mg/mL	100.6
	0.12 mg/mL	100.7
cypermethrin	0.08 mg/mL	100.5
	0.10 mg/mL	100.7
	0.12 mg/mL	98.5
profenofos	0.8 mg/mL	99.1
	1.0 mg/mL	100.7
	1.2 mg/mL	98.3

2.5 ตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

ผลการตรวจสอบ precision เกณฑ์ยอมรับค่า HORRAT มีรายละเอียดดังนี้ AOAC, EU และ Codex ยอมรับค่า HORRAT ต้องไม่เกิน 2 ดังนั้นวิธีวิเคราะห์ imidacloprid, acetamiprid และ cypermethrin +profenofos ให้ผลการทดสอบของค่า HORRAT อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ แสดงดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 การตรวจสอบ Precision ของ imidacloprid, acetamiprid และ cypermethrin+profenofos

Pesticides	repeatability			within laboratory reproducibility		
	SD	%RSD	HORRAT	SD	%RSD	HORRAT
imidacloprid (0.06, 0.10, 0.14 mg/mL)	1.0000	2.9853	1.9230	0.9579	2.8558	1.2190
acetamiprid (0.06, 0.10, 0.14 mg/mL)	0.1725	0.8600	0.5137	0.1675	0.8377	0.3288
cypermethrin (0.06, 0.10, 0.14 mg/mL)	0.0565	1.5460	0.7215	0.0773	2.1080	0.6493
profenofos (0.6, 1.0, 1.4 mg/mL)	0.9579	0.8683	0.5730	1.0140	2.5960	1.1308

2.6 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness

โดยทำการตรวจสอบ Robustness (เปลี่ยนอัตราการไหล/อุณหภูมิ) และตรวจสอบ Ruggedness (เปลี่ยนคอลัมน์/อุณหภูมิ) ประเมินด้วย HORRAT โดย HORRAT ต้องมีค่าไม่เกิน 2 ตามเกณฑ์พิจารณาของ AOAC, EU และ Codex แสดงดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 การตรวจสอบ Robustness/Ruggedness ของ imidacloprid, acetamiprid และ cypermethrin+profenofos

สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช	robustness			ruggedness		
	SD	%RSD	HORRAT	SD	%RSD	HORRAT
imidacloprid (0.06, 0.10, 0.14 mg/mL)	0.8235	0.2436	1.5866	0.8081	2.4311	1.5657
acetamiprid (0.06, 0.10, 0.14 mg/mL)	0.1320	0.6621	0.3937	0.1466	0.7369	0.4382
cypermethrin (0.06, 0.10, 0.14 mg/mL)	0.0954	2.5919	1.2096	0.0814	2.1141	0.9866
profenofos (0.6, 1.0, 1.4 mg/mL)	1.0934	2.7807	1.8352	0.5303	1.3097	0.8644

2.7 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

Imidacloprid เท่ากับ 0.34, acetamiprid เท่ากับ 0.21 cypermethrin เท่ากับ 0.04 และ profenofos เท่ากับ 0.40

ปี 2561

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับสารออกฤทธิ์ fenobucarb, lufenuron+profenofos ดังนี้

- คอลัมน์ชนิด : octydecylsilane-bonded silica gel 250 x 4.0 มิลลิเมตร id packed with 5 ไมโครเมตร (fenobucarb,lufenuron+profenofos)
- อัตราการไหล : 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที
- เฟสเคลื่อนที่ : acetonitrile – water (70+30 v/v) (fenobucarb)
: acetonitrile – water (80+20 v/v) (lufenuron+profenofos)
- อุณหภูมิคอลัมน์ : 40°C
- ความยาวคลื่น : 245 นาโนเมตร (fenobucarb)
: 254 นาโนเมตร (lufenuron+profenofos)
- ปริมาตรการฉีด : 5 ไมโครลิตร (fenobucarb และ lufenuron+profenofos)

1.2 สภาวะที่เหมาะสมของเครื่อง GC-FID สำหรับสารออกฤทธิ์ fenitrothion

- Capillary column : Capillary คอลัมน์ภายในบรรจุด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane (HP-5) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร ความยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม 0.25 ไมโครเมตร

Column oven	: 210 °c
Injection port	: 195 °c
Detector	: 250 °c
Split ratio	: 50 : 1
ปริมาตรการฉีด	: 1.0 ไมโครลิตร
ก๊าซตัวพา	: He อัตราการไหล 2 มิลลิลิตรต่อ
	: H ₂ อัตราการไหล 45 มิลลิลิตรต่อนาที
	: Air อัตราการไหล 450 มิลลิลิตรต่อนาที
Make up gas	: N ₂ อัตราการไหล 45 มิลลิลิตรต่อนาที

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ fenobucarb, fenitrothion lufenuron+profenofos

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range) ผลการศึกษาพบว่า ช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.06-0.16 mg/ml มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (fenobucarb) ความเข้มข้น 0.60-1.60 mg/ml (fenitrothion) ความเข้มข้น 0.06-0.16 mg/ml (lufenuron) ความเข้มข้น 0.06-0.16 mg/ml (profenofos) ได้ค่า correlation coefficient (r) = 0.99932, 0.99993, 0.99944 และ 0.99992 ตามลำดับ ได้ค่า correlation coefficient (r) \geq 0.995 อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ $r \geq 0.995$

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ fenobucarb, fenitrothion lufenuron+profenofos

2.3 ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy)

ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy) โดยหาค่า %recovery พบว่า %recovery ของ fenobucarb, fenitrothion และ profenofos อยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับที่ 98-102 % ตามเกณฑ์พิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10% ของ AOAC และ %recovery ของ lufenuron อยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับที่ 97-103% ตามเกณฑ์พิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 1% ของ AOAC แสดงดังตารางที่ 7

ตารางที่ 7 การตรวจสอบ Accuracy ของ fenobucarb, fenitrothion และ lufenuron+profenofos

Pesticides	AI content (mg/50 ml)	%Recovery
fenobucarb	0.08 mg/mL	98.2
	0.10 mg/mL	100.0
	0.12 mg/mL	98.8
fenitrothion	0.8 mg/mL	101.2
	1.0 mg/mL	99.8
	1.2 mg/mL	99.2
lufenuron	0.008 mg/mL	100.0
	0.010 mg/mL	100.0
	0.012 mg/mL	102.4
profenofos	0.08 mg/mL	101.7
	0.10 mg/mL	101.7
	0.12 mg/mL	102.0

2.4 ตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

ตรวจสอบความเที่ยง (Precision) สำหรับ Repeatability ความเข้มข้นที่ระดับ 0.125, 0.250 และ 0.375 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (สำหรับ fenobucarb, lufenuron และ profenofos) และความเข้มข้นที่ระดับ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (สำหรับ fenitrothion) ผลการทดสอบพบว่า มีค่า HORRAT ≤ 2 อยู่ในเกณฑ์การยอมรับตามเกณฑ์พิจารณาของ AOAC ดังนั้นวิธีวิเคราะห์ fenobucarb, fenitrothion และ lufenuron+profenofos ให้ผลการทดสอบ Precision อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ สำหรับ Within laboratory reproducibility ได้ผลการทดสอบเช่นเดียวกับ Repeatability แสดงดังตารางที่ 8

ตารางที่ 8 การตรวจสอบ Precision ของ fenobucarb, fenitrothion และ lufenuron+profenofos

Pesticides	Conc. (mg/ml)	Precision	
		Repeatability (HORRAT)	Within laboratory reproducibility (HORRAT)
fenobucarb	0.125	0.77	0.53
	0.250	1.11	0.38
	0.375	0.63	0.45
fenitrothion	0.5	1.84	1.69
	1.0	0.61	0.61
	1.5	0.63	0.66
lufenuron	0.125	0.05	0.73
	0.250	0.70	0.34
	0.375	0.35	0.34
profenofos	0.125	0.75	0.54
	0.250	1.13	0.39
	0.375	0.65	0.47

2.5 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness

ตรวจสอบความเที่ยง Robustness/Ruggedness ความเข้มข้นที่ระดับ 0.125, 0.250 และ 0.375 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (สำหรับ fenobucarb, lufenuron และ profenofos) และความเข้มข้นที่ระดับ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (สำหรับ fenitrothion) ผลการทดสอบพบว่า มีค่า HORRAT ≤ 2 อยู่ในเกณฑ์การยอมรับตามเกณฑ์พิจารณาของ AOAC ดังนั้นวิธีวิเคราะห์ fenobucarb, fenitrothion และ lufenuron+profenofos ให้ผลการทดสอบ Precision อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ แสดงดังตารางที่ 9

ตารางที่ 9 การตรวจสอบ Robustness/Ruggedness ของ fenobucarb, fenitrothion และ lufenuron+profenofos

Pesticides	Conc. (mg/ml)	Robustness/Ruggedness			
		HORRAT (1)	HORRAT (2)	HORRAT (3)	HORRAT (4)
fenobucarb	0.125	0.81	1.64	1.91	1.02
	0.250	0.71	1.44	1.43	1.63
	0.375	0.36	1.93	0.85	1.40
fenitrothion	0.5	0.75	1.01	1.40	1.92
	1.0	0.50	0.99	1.85	0.57
	1.5	0.72	1.47	1.48	0.63
lufenuron	0.125	0.75	1.01	1.40	1.15
	0.250	0.50	0.99	1.85	0.98
	0.375	0.89	0.79	1.10	1.32
profenofos	0.125	0.81	1.65	1.90	1.06
	0.250	0.72	1.47	1.48	1.65
	0.375	1.34	1.94	0.86	1.41

2.6 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

fenobucarb เท่ากับ 0.94, fenitrothion เท่ากับ 1.18 และ lufenuron เท่ากับ 0.09 profenofos เท่ากับ 1.17

การทดลองที่ 1.2 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดวัชพืช ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2559-2561)

ปี 2559 : ไดยูรอน (diuron) และไซฮาโลฟอป-บิวทิล (cyhalofop-butyl)

ปี 2560 : ออกซาไดอะซอน (oxadiazon) และเมทริบูซิน (metribuzin)

ปี 2561 : บิสไพริแบค-โซเดียม (bispiribac-sodium) และพาราควอตไดคลอไรด์ (paraquat dichloride)

วิธีทดสอบและการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดวัชพืช มีรายละเอียด ดังนี้

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับ diuron

Column : LiChrospher 100 (RP-18) ขนาด 5 μ m ยาว 250 X 4.6 mm (id)

Mobile phase : Water : Methanol (65:35)

Flow rate : 1.2 ml/min
 Column temperature : 40 °C
 Injection volume : 10 µl
 Detector : 254 nm

1.2 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ cyhalofop-butyl

Column: DB-5 (30 m × 0.32 mm (id), 0.25 µm)

Oven temperature : 270 °C

Injector temperature : 280 °C

Detector temperature : 280 °C

Split ratio : 50:1

Injection volume : 1.0 µl

Carrier gas : Helium 2.0 ml/min

Run time : 4.0 min

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ diuron และ cyhalofop-butyl

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range) พบว่าช่วงของการวัดและช่วงความเป็นเส้นตรง ของ diuron อยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.03 – 0.15 mg/l และ cyhalofop-butyl อยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 1.0 ml/l ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99999 และ 0.99951 ตามลำดับ เกณฑ์ยอมรับ $r \geq 0.995$

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ diuron และ cyhalofop-butyl

2.3 ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy)

ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy) โดยหาค่า %recovery พบว่า %recovery ของ diuron และ cyhalofop-butyl อยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับที่ 98 - 102 % ตามเกณฑ์พิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10% ของ AOAC แสดงดังตารางที่ 1-2

ตารางที่ 1 การตรวจสอบ Accuracy ของปริมาณสารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์ diuron 80% WP

No.	Active ingredient content (mg/100 ml)								
	Conc ⁿ (0.05 mg/ml)			Conc ⁿ (0.10 mg/ml)			Conc ⁿ (0.15 mg/ml)		
	add	Origin	Spike	add	Origin	Spike	add	Origin	Spike
1	5.00	10.02	15.04	10.01	10.02	19.97	15.02	10.02	24.89
2	5.00	10.01	15.00	10.01	10.01	20.05	15.02	10.01	24.92
3	5.00	9.92	14.99	10.01	9.92	20.07	15.02	9.92	25.08
4	5.00	10.00	15.08	10.01	10.00	20.06	15.02	10.00	25.03
5	5.00	9.93	15.07	10.01	9.93	19.99	15.02	9.93	25.03
6	5.00	9.96	15.07	10.01	9.96	20.05	15.02	9.96	25.04
7	5.00	10.04	15.12	10.01	10.04	20.02	15.02	10.04	25.01
8	5.00	10.00	14.97	10.01	10.00	20.04	15.02	10.00	25.12
9	5.00	10.02	15.11	10.01	10.02	20.03	15.02	10.02	25.04
10	5.00	9.98	15.04	10.01	9.98	19.97	15.02	9.98	24.93
Mean	5.00	9.99	15.05	10.01	9.99	20.02	15.02	9.99	25.01
%Recovery	101.05			100.19			99.98		

ตารางที่ 2 การตรวจสอบ Accuracy ของปริมาณสารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์ cyhalofop-butyl 10% W/EC

No.	Active ingredient content (mg/100 ml)								
	Conc ⁿ (0.20 mg/ml)			Conc ⁿ (0.50 mg/ml)			Conc ⁿ (0.80 mg/ml)		
	add	Origin	Spike	add	Origin	Spike	add	Origin	Spike
1	2.07	4.67	6.76	5.06	4.67	9.72	8.10	4.67	12.93
2	2.07	4.66	6.68	5.06	4.66	9.74	8.10	4.66	12.70
3	2.07	4.67	6.68	5.06	4.67	9.71	8.10	4.67	12.70
4	2.07	4.72	6.73	5.06	4.72	9.70	8.10	4.72	12.81
5	2.07	4.73	6.71	5.06	4.73	9.76	8.10	4.73	12.87
6	2.07	4.71	6.67	5.06	4.71	9.69	8.10	4.71	12.81
7	2.07	4.73	6.72	5.06	4.73	9.77	8.10	4.73	12.76
8	2.07	4.72	6.66	5.06	4.72	9.75	8.10	4.72	12.87
9	2.07	4.77	6.68	5.06	4.77	9.79	8.10	4.77	12.84
10	2.07	4.72	6.70	5.06	4.72	9.82	8.10	4.72	12.80
Mean	2.07	4.71	6.70	5.06	4.71	9.75	8.10	4.72	12.81
%Recovery	98.18			99.36			99.88		

2.4 ตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ diuron ที่ระดับความเข้มข้น 0.05, 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ประเมินแบบ Repeatability พบว่า ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.452, 1.578 และ 0.651 ตามลำดับ ประเมินแบบ Within laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.487, 1.530 และ 1.006 ตามลำดับ สำหรับสารออกฤทธิ์ cyhalofop-butyl ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.30, 0.50 และ 0.90 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร จำนวนอย่างละ 10 ซ้ำ พบว่า ประเมินแบบ Repeatability ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.353, 0.250 และ 0.210 ตามลำดับ ประเมินแบบ Within laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.419, 0.353 และ 0.261 ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับตามมาตรฐาน AOAC ต้องมีค่า HORRAT ≤ 2

2.5 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness

การตรวจสอบความคงทนของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ diuron 80% WP โดยทำการเปลี่ยนเครื่อง HPLC (ตรวจสอบ Robustness) และเปลี่ยนอัตราการไหล (Flow rate) ในการทดสอบ (ตรวจสอบ Ruggedness) สำหรับ cyhalofop-butyl 10% W/V EC โดยทำการเปลี่ยนเครื่อง GC (ตรวจสอบ Robustness) และเปลี่ยนอัตราการไหล (Flow rate) ในการทดสอบ (ตรวจสอบ Ruggedness) ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร จำนวนอย่างละ 10 ซ้ำ พบว่า ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.344, 1.367 และ 1.588 ตามลำดับ สำหรับสารออกฤทธิ์ cyhalofop-butyl 10% W/V EC ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 0.30, 0.50 และ 0.90 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร จำนวนอย่างละ 10 ซ้ำ พบว่า ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.708, 0.585 และ 0.391 ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับตามมาตรฐาน AOAC ต้องมีค่า HORRAT ≤ 2

2.6 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

diuron เท่ากับ ± 0.806 และ cyhalofop-butyl เท่ากับ ± 0.961

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ oxadiazon และ metribuzin

คอลัมน์ชนิด	:	Capillary คอลัมน์ภายในบรรจุด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane (HP-5) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร ความยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม 0.25 ไมโครเมตร
อุณหภูมิ injector	:	260 องศาเซลเซียส (oxadiazon) 250 องศาเซลเซียส (metribuzin)
อุณหภูมิ oven	:	230 องศาเซลเซียส (oxadiazon, metribuzin)
อุณหภูมิ detector	:	260 องศาเซลเซียส (oxadiazon)

	250	องศาเซลเซียส (metribuzin)		
Split ratio	:	50 : 1		
Injection volume	:	1.0 ไมโครลิตร		
ก๊าซตัวพา	:	He อัตราการไหล 2	มิลลิลิตรต่อนาที	
ก๊าซจุดเปลวไฟ	:	H ₂ อัตราการไหล 40	มิลลิลิตรต่อนาที	
	:	Air อัตราการไหล 450	มิลลิลิตรต่อนาที	
Make up gas	:	N ₂ อัตราการไหล 40	มิลลิลิตรต่อนาที	

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ oxadiazon และ metribuzin

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range) โดยตรวจสอบช่วงของการวัด (Working range) และ ช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) พบว่าช่วงของการวัด และช่วงความเป็นเส้นตรง oxadiazon และ metribuzin อยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.2 – 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า correlation coefficient (r) = 0.9998 และ 0.9999 ตามลำดับ ผ่านเกณฑ์ยอมรับตามมาตรฐาน AOAC ต้องมีค่า $r \geq 0.995$

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ oxadiazon และ metribuzin

2.3 ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy)

ค่าความถูกต้อง (Accuracy) ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ค่า %Recovery ของ oxadiazon เท่ากับ 99.778, 99.058 และ 99.534 ตามลำดับ และ % Recovery ของ metribuzin เท่ากับ 99.829, 101.260 และ 98.528 ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับที่ 98 - 102 % ตามเกณฑ์พิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10% ตาม AOAC

2.4 ตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ประเมินแบบ Repeatability และ Within laboratory reproducibility ความเข้มข้นที่ระดับ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร แสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ตรวจสอบ Precision ที่ 3 ระดับความเข้มข้น

Repeatability	oxadiazon			metribuzin		
	0.5 mg/ml	1.0 mg/ml	1.5 mg/ml	0.5 mg/ml	1.0 mg/ml	1.5 mg/ml
mean (%W/W)	24.54	24.51	24.57	69.90	70.23	69.61
SD	0.15	0.10	0.09	0.53	0.57	0.52
%RSD	0.59	0.41	0.36	0.76	0.81	0.75
HORRAT	0.36	0.25	0.22	0.55	0.58	0.54
within laboratory reproducibility						
mean (%W/W)	24.04	24.28	24.72	69.32	68.84	68.28
SD	0.06	0.09	0.16	0.64	0.42	1.02
%RSD	0.27	0.39	0.65	0.92	0.61	1.50
HORRAT	0.11	0.16	0.27	0.44	0.29	0.71

2.5 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness

การตรวจสอบ Robustness มีการเปลี่ยนแปลงตัวแปรบางอย่างในวิธีวิเคราะห์โดยการเปลี่ยนอุณหภูมิ oven ในการทดสอบ พบว่า oxadiazon ความเข้มข้นที่ระดับ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ประเมินด้วย HORRAT ได้ค่าเป็น 0.24, 0.15, 0.07 ตามลำดับ และ metribuzin ประเมินด้วย HORRAT ได้ค่าเป็น 0.29, 0.37 และ 0.38 ตามลำดับ

การตรวจ Ruggedness มีการเปลี่ยนแปลงตัวแปรบางอย่างในวิธีวิเคราะห์โดยการเปลี่ยนเครื่อง GC-FID ความเข้มข้นที่ระดับ 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร พบว่า oxadiazon ได้ประเมินด้วย HORRAT ได้ค่าเป็น 0.24, 0.16 และ 0.11 ตามลำดับ และ metribuzin ประเมินด้วย HORRAT ได้ค่าเป็น 0.28, 0.30 และ 0.34 ตามลำดับ โดย HORRAT \leq 2 ตามเกณฑ์พิจารณาของ AOAC

2.6 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

oxadiazon เท่ากับ ± 0.54 และ metribuzin เท่ากับ ± 0.70

ปี 2561

1. ภาวะเครื่องมือ High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับ bispyribac-sodium และ paraquat dichloride

Column : LiChrospher 100 (RP-18) ขนาด 5 μ m ยาว 150 X 4.6 mm (id)

Mobile phase: กรดฟอสฟอริก 0.1% ผสม Acetonitrile (50:50) (bispyribac-sodium)

: 1-Octane sulfonic acid sodium salt 0.01 M เติม Triethylamine

0.035 M แล้วปรับ pH 3 ผสม acetonitrile (70:30) (paraquat dichloride)

Flow rate : 1.0 ml/min (bispyribac-sodium)

Column temperature : 40 °C (bispyribac-sodium, paraquat dichloride)

Injection volume : 5 µl (bispyribac-sodium), 2 µl (paraquat dichloride)

Detector : 246 nm (bispyribac-sodium)
260 nm (paraquat dichloride)

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ bispyribac-sodium และ paraquat dichloride

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range)

ความเป็นเส้นตรงของ bispyribac-sodium ทำการศึกษาในช่วง 0.010 – 1.000 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99982 การตรวจสอบความเป็นเส้นตรงของ paraquat dichloride ทำทดสอบในช่วง 0.010 – 0.500 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และมีค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99997 รวมถึงการตรวจสอบหาช่วงของการวัด bispyribac-sodium ทำทดสอบในช่วง 0.025 – 0.750 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99983 และ paraquat dichloride ทำทดสอบในช่วง 0.025 – 0.500 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99996 ซึ่งจากผลการทดสอบดังกล่าว ผ่านเกณฑ์ยอมรับตามมาตรฐาน AOAC ต้องมีค่า $r \geq 0.995$

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ bispyribac-sodium และ paraquat dichloride

2.3 ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy)

สำหรับการตรวจสอบ % Recovery ของการวิเคราะห์ bispyribac-sodium ความเข้มข้นที่ใช้ในการทดสอบและครอบคลุมช่วงใช้งานในคือ 0.125 0.250 และ 0.375 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร อยู่ในช่วง 100.3-101.4% ซึ่ง % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 % ตามเกณฑ์พิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10% ตาม AOAC และ % Recovery ของการวิเคราะห์ paraquat dichloride ความเข้มข้นที่ใช้ในการวิเคราะห์และครอบคลุมช่วงใช้งานในคือ 0.125, 0.250 และ 0.375 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร มีค่าเท่ากับ 101.7 100.5 และ 100.3 ตามลำดับ % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 % ตามเกณฑ์พิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10% ของ AOAC

2.3 ตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

การตรวจสอบความเที่ยงแบบ repeatability ของวิธีวิเคราะห์ bispyribac-sodium ที่ความเข้มข้น 0.125, 0.250 และ 0.375 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร พบว่า ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.321, 0.334 และ 0.236 ตามลำดับ สำหรับการทดสอบความเที่ยงแบบ Within laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.654, 0.333 และ 0.259 สำหรับ paraquat dichloride

ที่ความเข้มข้น 0.125, 0.250 และ 0.375 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร พบว่า ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.659, 0.520 และ 0.237 ตามลำดับ สำหรับการทดสอบความเที่ยงแบบ Within laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.796, 0.469 และ 0.293 เกณฑ์ยอมรับ HORRAT \leq 2 ของ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness

สำหรับการตรวจสอบความคงทนของวิธีแบบ Robustness ในการวิเคราะห์ bispyribac-sodium ตามวิธีวิเคราะห์โดยเปลี่ยนปัจจัยในการวิเคราะห์ 3 ปัจจัยคือ เปลี่ยนความเข้มข้นของเฟสเคลื่อนที่เป็นกรดฟอสฟอริก 0.2% ผสม acetonitrile ในอัตราส่วน 50 : 50 เปลี่ยนรุ่นของคอลัมน์เป็น C8 ขนาด 30 x 4.6 มิลลิเมตร ขนาดอนุภาค 2.7 ไมโครเมตร และเปลี่ยนอุณหภูมิของคอลัมน์เป็น 35 องศาเซลเซียส ผลการทดสอบได้ค่า HORRAT อยู่ในช่วง 0.179-0.364 ซึ่งผลการทดสอบผ่านเกณฑ์การยอมรับตามเกณฑ์ AOAC ที่น้อยกว่า 2 และการทดสอบ Robustness ตามวิธีการวิเคราะห์ paraquat dichloride โดยเปลี่ยนเฟสเคลื่อนที่เป็น สารละลายผสมของ 1-heptane sulfonic acid sodium salt 0.01 M เติม Triethylamine 0.035 M ปรับ pH ด้วยกรดฟอสฟอริกเท่ากับ 3.5 ผสมกับ Acetonitrile ในอัตราส่วน 70 : 30 และเปลี่ยนอุณหภูมิของคอลัมน์เป็น 35 องศาเซลเซียส ผลการทดสอบได้ค่า HORRAT อยู่ในระหว่าง 0.318-0.932 ซึ่งผลการทดสอบผ่านเกณฑ์การยอมรับตามเกณฑ์ AOAC ที่น้อยกว่า 2 ผลการทดสอบความทนของวิธีแบบ Ruggedness ตามวิธีวิเคราะห์ bispyribac-sodium ทำการทดสอบโดยเปลี่ยนเครื่อง/รุ่นของ HPLC จากเดิม Agilent 1290 เป็น Agilent 1100 และเปลี่ยนผู้ทำการทดสอบ ได้ผลการทดสอบ ค่า HORRAT อยู่ในช่วง 0.596-0.819 การทดสอบ Ruggedness ของการวิเคราะห์ paraquat dichloride โดยตรวจสอบตามวิธีวิเคราะห์ paraquat dichloride ทำการทดสอบโดยเปลี่ยนเครื่อง/รุ่นของ HPLC จากเดิม Agilent 1290 เป็น Agilent 1100 และเปลี่ยนผู้ทำการทดสอบ ได้ผลการทดสอบค่า ค่า HORRAT อยู่ระหว่าง 0.874-0.969 ซึ่งผลการทดสอบผ่านเกณฑ์การยอมรับค่า HORRAT ตามเกณฑ์ AOAC \leq 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

bispyribac-sodium เท่ากับ ± 0.14 และ paraquat dichloride เท่ากับ ± 0.78

การทดลองที่ 1.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2559-2561)

ปี 2559 : คาร์เบนดาซิม (carbendazim) และโทลโคลฟอส-เมทิล (tolclofos-methyl)

ปี 2560 : อะซอกซิสโตรบิน (azoxystrobin) และเบนโนมิล (benomyl)

ปี 2561 : ทีบูโคนาโซล (tebuconazole) และไทโอฟานาต-เมทิล (thiophanate-methyl)

วิธีทดสอบและการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช มีรายละเอียด ดังนี้

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับ carbendazim และ tolclofos-methyl

Pesticides	Mobile phase	column	Mobile phase (ratio)	Temperature (°C)	Wave length	Flow rate (ml/min)	Stop time (min)
carbendazim	H ₂ O:MeOH	C-18	40:60	45	280	1.0	4

1.2 เครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ azoxystrobin

Pesticides	column	Oven (°C)	Injector (°C)	Detector (°C)	Split ratio	Flow rate (ml/min)	Run time (min)
tolclofos-methyl	HP-5	220	250	250	50:1	2.0	4

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ carbendazim และ tolclofos-methyl

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range)

การทดสอบ carbendazim อยู่ในช่วง 0.001 - 0.200 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99996 และ tolclofos-methyl อยู่ในช่วง 0.010 - 2.500 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99991 สำหรับ Working Range ของ carbendazim อยู่ในช่วง 0.050 - 0.150 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99998 และ tolclofos-methyl อยู่ในช่วง 0.50 - 1.50 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99994 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ $r \geq 0.995$

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ carbendazim และ tolclofos-methyl

2.3 ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy)

ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy) โดยหาค่า %recovery พบว่า %recovery ของ carbendazim และ tolclofos-methyl อยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับที่ 98 - 102 % ตามเกณฑ์ของ AOAC แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 การตรวจสอบ Accuracy ที่ 3 ระดับความเข้มข้น

Pesticides	AI content (mg/ml)	%Recovery
carbendazim	0.02	101.5
	0.10	99.5
	0.14	99.5
tolclofos-methyl	0.20	99.9
	1.20	99.4
	1.40	100.0

2.4 ตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

ทำ Repeatability ของ carbendazim ที่ความเข้มข้น 0.05 0.10 0.15 mg/ml และ tolclofos-methyl 0.50 1.00 1.40 mg/ml เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT ≤ 2 แสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 การตรวจสอบ Precision ของ carbendazim และ tolclofos-methyl

Pesticides	ความเข้มข้น (mg/ml)	Repeatability		Within laboratory reproducibility	
		mean	HORRAT	mean	HORRAT
carbendazim	0.05	43.87	0.87	43.21	1.03
	0.10	44.40	1.06	43.51	0.77
	0.15	44.17	1.03	43.88	0.98
tolclofos-methyl	0.5	47.44	0.50	46.57	1.06
	1.0	47.16	0.32	46.95	0.66
	1.5	47.60	0.50	46.25	1.11

2.5 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness

สำหรับ carbendazim เป็นอัตราการไหลจาก 1.0 ml/min เป็น 0.8 ml/min ในส่วน tolclofos-methyl เปลี่ยนอุณหภูมิ จาก 220 เป็น 230 องศาเซลเซียส carbendazim ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.66, 1.09 และ 1.10 สำหรับ tolclofos-methyl ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.35, 0.30 และ 0.41 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT ≤ 2

2.6 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

carbendazim เท่ากับ ± 0.54 และ tolclofos-methyl เท่ากับ ± 0.30

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับ benomyl

Pesticides	Mobile phase	column	Mobile phase (ratio)	Temperature (°C)	Wave length	Flow rate (mL/min)	Stop time (min)
benomyl	H ₂ O:ACN	C-18	30:70	40	290	1.0	4

1.2 เครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ azoxystrobin

Pesticides	column	Oven (°C)	Injector (°C)	Detector (°C)	Split ratio	Flow rate (mL/min)	Run time (min)
azoxystrobin	HP-5	240-280 (30°C/min)	275	290	50:1	2.0	8

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ azoxystrobin และ benomyl

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

การทดสอบ azoxystrobin อยู่ในช่วง 0.10 – 2.5 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99985 และ benomyl อยู่ในช่วง 0.01 – 0.25 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99955 สำหรับ Working Range ของ azoxystrobin อยู่ในช่วง 0.25 – 1.5 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99949 และ benomyl อยู่ในช่วง 0.02 – 0.20 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99835 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ r ≥ 0.995

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ azoxystrobin และ benomyl

2.3 ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy)

ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy) โดยหาค่า %recovery พบว่า %recovery ของ azoxystrobin และ benomyl อยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับที่ 98 - 102 % ตามเกณฑ์ของ AOAC แสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 การตรวจสอบ Accuracy ที่ 3 ระดับความเข้มข้น

Pesticides	AI content (mg/ml)	%Recovery
azoxystrobin	0.50	98.4
	1.00	98.7
	1.25	98.0
benomyl	0.05	99.1
	0.10	100.3
	0.15	100.8

2.3 ตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

ทำ Repeatability ของ azoxystrobin ที่ความเข้มข้น 0.50 1.00 1.50 mg/ml และ benomyl ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.10 และ 0.15 mg/ml เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT น้อยกว่า 2 แสดงดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 การตรวจสอบ Precision ของ azoxystrobin และ benomyl

Pesticides	ความเข้มข้น (mg/ml)	Repeatability		Within laboratory reproducibility	
		mean	HORRAT	mean	HORRAT
azoxystrobin	0.5	25.28	0.39	24.57	0.36
	1.0	25.30	0.26	24.64	0.34
	1.5	24.96	0.32	24.96	0.59
benomyl	0.05	49.50	1.80	48.89	0.86
	0.10	50.59	1.29	50.92	1.26
	0.15	51.90	0.42	51.90	0.42

2.4 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness

Robustness ของ azoxystrobin ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.56, 0.30 และ 0.40 และ benomyl ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.51, 0.89 และ 0.42 Ruggedness ของ azoxystrobin ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.56, 0.30 และ 1.51 และ benomyl ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.51, 0.89 และ 0.42 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT \leq 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

azoxystrobin เท่ากับ ± 0.27 และ benomyl เท่ากับ ± 1.47

ปี 2561

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับ thiophanate-methyl

Pesticides	Mobile phase	column	Mobile phase (ratio)	Temperature (°C)	Wave length	Flow rate (ml/min)	Stop time (min)
thiophanate-methyl	H ₂ O:ACN	C-18	50:50	40	269	1.0	4

1.2 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ tebuconazole

Pesticides	column	Oven (°C)	Injector (°C)	Detector (°C)	Split ratio	Flow rate (ml/min)	Run time (min)
tebuconazole	HP-5	230	270	270	50:1	2.0	6

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ tebuconazole และ thiophanate-methyl

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

การทดสอบ tebuconazole อยู่ในช่วง 0.4 – 1.4 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99985 และ thiophanate-methyl อยู่ในช่วง 0.12 – 0.28 mg/ml ได้ค่า correlation coefficient (r) อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ $r \geq 0.995$

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ tebuconazole และ thiophanate-methyl

2.3 ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy)

ตรวจสอบความถูกต้อง (Accuracy) โดยหาค่า %recovery พบว่า %recovery ของ tebuconazole และ thiophanate-methyl อยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับที่ 98 - 102 % ตามเกณฑ์ของ AOAC แสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 การตรวจสอบ Accuracy ที่ 3 ระดับความเข้มข้น

Pesticides	AI content (mg/ml)	%Recovery
tebuconazole	0.80	98.83
	1.00	99.18
	1.20	99.07
thiophanate-methyl	0.16	99.90
	0.20	99.66
	0.24	99.11

2.4 ตรวจสอบความเที่ยง (Precision)

ทำ Repeatability ของ tebuconazole ที่ความเข้มข้น 0.50 1.00 1.50 mg/ml และ thiophanate-methyl ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.10 และ 0.15 mg/ml เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT น้อยกว่า 2 แสดงดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 การตรวจสอบ Precision ของ tebuconazole และ thiophanate-methyl

Pesticides	ความเข้มข้น (mg/ml)	Repeatability		Within laboratory reproducibility	
		mean	HORRAT	mean	HORRAT
tebuconazole	0.8	43.67	0.26	43.87	0.60
	1.0	43.53	0.79	44.10	0.16
	1.2	43.47	0.30	43.92	0.28
thiophanate-methyl	0.16	69.34	0.33	0.16	0.22
	0.20	69.23	0.28	0.20	0.28
	0.24	69.32	0.36	0.24	0.41

2.5 ตรวจสอบ Robustness/Ruggedness

Robustness ของ tebuconazole ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.52, 0.34 และ 0.39 และ thiophanate-methyl ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.32, 0.36 และ 0.32 Ruggedness ของ tebuconazole ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.56, 0.35 และ 0.51 และ thiophanate-methyl ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.23, 0.24 และ 0.40 เกณฑ์ยอมรับ AOAC ค่า HORRAT ≤ 2

2.6 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

azoxystrobin เท่ากับ ± 0.52 และ benomyl เท่ากับ ± 1.01

การทดลองที่ 1.4 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนบน (2559-2561)

ปี 2559 กลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช : คลอโรทาลอนิล (chlorothalonil) และคาร์เบนดาซิม (carbendazim)

ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดแมลง : คาร์บาริล (carbaryl) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

ปี 2561 กลุ่มสารกำจัดแมลง : แลมบ์ดา-ไซฮาโลทริน (lambda-cyhalothrin) และกลุ่มสารกำจัดวัชพืช : พาราควอตไดคลอไรด์ (paraquat dichloride)

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับ carbendazim

คอลัมน์ชนิด : Hypersil BDS C18 (150×4.6 mm, 5 μ m)
เฟสเคลื่อนที่ : acetonitrile : water (90:10)
อัตราการไหล : 1 มิลลิลิตรต่อนาที

1.2 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ chlorothalonil

คอลัมน์ชนิด : HP-Ultra 1; 25 m × 320 μ m × 0.17 μ m
อุณหภูมิ oven : 180°C , 20 °C/min-250 °C นาน 3 นาที, 10 °C/min-280 °C นาน 3 นาที
อุณหภูมิ injector : 260°C
อุณหภูมิ detector : 260°C
Split ratio : 50 : 1
ปริมาตรการฉีด : 1.0 ไมโครลิตร
ก๊าซตัวพา : He อัตราการไหล 2 มิลลิลิตรต่อนาที
ก๊าซจุดเปลวไฟ : H₂ อัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที
: Air อัตราการไหล 400 มิลลิลิตรต่อนาที
Make up gas : N₂ อัตราการไหล 40 มิลลิลิตรต่อนาที

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ chlorothalonil และ carbendazim

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.3 – 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99998 (chlorothalonil) และ ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.3 – 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99998 (carbendazim)

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ chlorothalonil และ carbendazim

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ chlorothalonil และ carbendazim เท่ากับ 99.90 %, และ 99.97% ตามลำดับ ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ chlorothalonil ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ carbendazim ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT \leq 2 แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ค่า HORRAT ของ Precision Robustness/Ruggedness

Pesticides	ความเข้มข้น (mg/mL)	repeatability	within laboratory reproducibility	Robustness
chlorothalonil	0.5	0.1340	0.2267	-
	1.0	0.1652	0.1801	0.1441
	1.5	0.1247	0.1403	-
carbendazim	0.5	0.1506	0.0838	-
	1.0	0.1931	0.0230	0.2206
	1.5	0.1235	0.0168	-

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

chlorothalonil เท่ากับ ± 0.80 และ carbendazim เท่ากับ ± 0.50

ปี 2560

สาร carbaryl และ carbosulfan ด้วยเทคนิค HPLC ใช้คอลัมน์ชนิด ODS การตรวจสอบความใช้ได้ค่าดังนี้

1.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ในช่วงความเข้มข้น 0.05 – 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.3 - 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99998 (carbaryl) และ ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.05 – 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วง

ความเข้มข้น 0.3 – 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.997 (carbosulfan)

1.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ carbaryl และ carbosulfan

1.3 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ carbaryl ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ carbosulfan ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ซึ่ง Robustness เปลี่ยนคอลัมน์จาก Hypersil ODS C18 เป็น Hypersil BDS C18 ค่า Ruggedness โดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์จากผู้วิเคราะห์ 2 ราย ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT \leq 2 แสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ค่า HORRAT ของ Precision Robustness/Ruggedness

Pesticides	ความเข้มข้น (mg/mL)	repeatability	within laboratory reproducibility	Robustness/ Ruggedness
carbaryl	0.5	0.0294	0.1039	0.0357/ 0.0373
	1.0	0.2021	0.1026	
	1.5	0.0927	0.1055	
carbosulfan	0.5	0.0739	0.1445	0.0389/ 0.0330
	1.0	0.0770	0.1165	
	1.5	0.0734	0.0967	

1.4 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ carbaryl และ carbosulfan เท่ากับ 100.03 %, และ 100.03 % ตามลำดับ ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

1.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

carbaryl เท่ากับ ± 0.52 และ carbosulfan เท่ากับ ± 0.12

ปี 2561

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด UV Detector สำหรับ paraquat dichloride

Column : 30 × 4.6 mm ,1.8 μ Hypersil BDS C18

Mobile phase : Acetonitrile : Water 90 : 10 v/v

Flow rate : 0.40 ml/min

UV-Detector : 254 nm

1.2 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ lambda-cyhalothrin

คอลัมน์ชนิด : Capillary column HP-Ultra 1, 25 m × 320 μ m × 0.17 μ m

อุณหภูมิ oven : Initial Temp 180 °C hold 0 min

20 °C/min 250 °C hold 3 min

10 °C/min 280 °C hold 3 min

อุณหภูมิ injector : 260°C

อุณหภูมิ detector : 260°C

Split ratio : 50 : 1

ปริมาตรการฉีด : 1.0 ไมโครลิตร

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ lambda-cyhalothrin และ paraquat dichloride

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

2.1.1 ค่า Linearity ของ lambda-cyhalothrin ตามสภาวะการวิเคราะห์พบเป็นเส้นตรง ในช่วง 0.05 - 2.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Correlation correlation (r) เท่ากับ 0.99990 และ Working range ได้ช่วงของการใช้งานอยู่ในช่วง 0.3 - 1.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Correlation correlation (r) เท่ากับ 0.99994

2.1.2 ค่า Linearity ของ paraquat dichloride ตามสภาวะการวิเคราะห์พบเป็นเส้นตรง ในช่วง 0.05 - 2.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Correlation correlation (r) เท่ากับ 0.99981 และ Working range ได้ช่วงของการใช้งานอยู่ในช่วง 0.3 - 1.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Correlation correlation (r) เท่ากับ 0.99995

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ lambda-cyhalothrin และ paraquat dichloride

2.3 ผลการทดสอบความแม่นยำ (Accuracy) ของสาร lambda-cyhalothrin และ paraquat dichloride แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ค่า Accuracy ของการวิเคราะห์ lambda-cyhalothrin และ paraquat

ชนิดสาร	ความเข้มข้น (mg/ml)	%Recovery
lambda-cyhalothrin	0.5, 1.0, 1.5	98.6, 100.6, 99.9
paraquat dichloride	0.5, 1.0, 1.5	99.9, 99.9, 100.0

2.4 ตรวจสอบค่า Precision และ Robustness/Ruggedness

2.4.1 ค่า Precision และ Robustness/Ruggedness ของ lambda-cyhalothrin

1) การทดสอบ Precision ของการวิเคราะห์ lambda-cyhalothrin โดยตรวจสอบจากค่า repeatability ที่ 3 ระดับความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.7745 0.9780 และ 1.0218 และ Intermediate Precision ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5

mg/ml เท่ากับ 1.1736, 1.1233 และ 0.9755 ตามลำดับ ผ่านเกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT ≤ 2

2) การทดสอบ Robustness/Ruggedness ของการวิเคราะห์ lambda-cyhalothrin โดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์โดยมีการเปลี่ยนคอลัมน์ในการวิเคราะห์ ได้ค่า HORRAT ของ Column Ultra-1 เท่ากับ 0.6706 HORRAT ของ Column HP-5 เท่ากับ 0.5687 และ Ruggedness โดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์จากผู้วิเคราะห์ 2 คน ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.5986 และ 0.6336 ผ่านเกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT ≤ 2

2.4.2 ค่า Precision และ Robustness/Ruggedness ของ paraquat dichloride

1) การทดสอบ Precision ของการวิเคราะห์ paraquat dichloride โดยตรวจสอบจากค่า repeatability ที่ 3 ระดับความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 mg/ml ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.4685, 0.4777 และ 0.4482 ผ่านเกณฑ์การยอมรับ Codex,EU: HORRAT ≤ 2

2) การทดสอบ Robustness/Ruggedness ของการวิเคราะห์ paraquat dichloride โดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์โดยมีการเปลี่ยนคอลัมน์ในการวิเคราะห์ ได้ค่า HORRAT ของ Column Hypersil ODS C18 เท่ากับ 0.1361 เท่ากับ 0.6706 HORRAT ของ Column Hypersil BDS C18 เท่ากับ 0.1125 และ Ruggedness โดยการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์จากผู้วิเคราะห์ 2 คน ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.0920 และ 0.1430

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

lambda-cyhalothrin เท่ากับ ± 0.20 และ paraquat dichloride เท่ากับ ± 0.21

การทดลองที่ 1.5 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนล่าง (2559-2560)

ปี 2559 กลุ่มสารกำจัดแมลง : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)

ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดวัชพืช : อะซิโทคลอร์ (acetochlor) และอะมีทริน (ametryn)

ปี 2559

1. ภาชนะเครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ chlorpyrifos และ cypermethrin

คอลัมน์ชนิด	: Capillary คอลัมน์ภายในบรรจุด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane (HP-5) (30 m × 0.32 mm (id), 0.25 μ m)
อุณหภูมิ oven	: 230°C (chlorpyrifos) 230°C นาน 3 นาที, 20 °C/min-240 °C นาน 16 นาที (cypermethrin)
อุณหภูมิ injector	: 250°C (chlorpyrifos, cypermethrin)
อุณหภูมิ detector	: 250°C (chlorpyrifos, cypermethrin)
Split ratio	: 25 : 1 (chlorpyrifos, cypermethrin)

ปริมาตรการฉีด	: 1.0 ไมโครลิตร
ก๊าซตัวพา	: He อัตราการไหล 1.7635 มิลลิลิตรต่อนาที
ก๊าซจุดเปลวไฟ	: H ₂ อัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที
	: Air อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที
Make up gas	: N ₂ อัตราการไหล 25 มิลลิลิตรต่อนาที

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ chlorpyrifos และ cypermethrin

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.15 – 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 1.00000 (chlorpyrifos) และ ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.15 – 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.15 – 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 1.00000 (cypermethrin)

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ chlorpyrifos และ cypermethrin

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ chlorpyrifos และ cypermethrin เท่ากับ 100.0 %, และ 100.0 % ตามลำดับ ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ chlorpyrifos ที่ความเข้มข้น 0.2, 0.6, 1.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ cypermethrin ที่ความเข้มข้น 0.2, 0.6, 1.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT \leq 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

chlorpyrifos และ cypermethrin เท่ากับ ± 1.24 และ ± 1.13 ตามลำดับ

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ acetochlor และ ametryn

คอลัมน์ชนิด	: Capillary คอลัมน์ภายในบรรจุด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane (HP-5) (30 m \times 0.32 mm (id), 0.25 μ m)
อุณหภูมิ oven	: 230 ^o c for 4 min (acetochlor, ametryn)
อุณหภูมิ injector	: 250 ^o C (acetochlor, ametryn)
อุณหภูมิ detector	: 250 ^o C (acetochlor, ametryn)
Split ratio	: 25 : 1 (chlorpyrifos, cypermethrin)
ปริมาตรการฉีด	: 1.0 ไมโครลิตร
ก๊าซตัวพา	: He อัตราการไหล 1.7635 มิลลิลิตรต่อนาที

ก๊าซจุดเปลวไฟ : H₂ อัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที
 : Air อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที
 Make up gas : N₂ อัตราการไหล 25 มิลลิลิตรต่อนาที

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ acetochlor และ ametryn

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.15 – 1.25 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 1.00000 (acetochlor) และ ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.15 – 1.25 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 1.00000 (ametryn)

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ acetochlor และ ametryn

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ acetochlor และ ametryn เท่ากับ 100.0 %, และ 100.0 % ตามลำดับ ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ acetochlor ที่ความเข้มข้น 0.2, 0.6, 1.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ ametryn ที่ความเข้มข้น 0.2, 0.6, 1.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT \leq 2

2.5 ความไม่แน่นอนของ acetochlor และ ametryn เท่ากับ ± 0.33 และ ± 0.76 ตามลำดับ

การทดลองที่ 1.6 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนบน (2559-2561)

ปี 2559 กลุ่มสารกำจัดวัชพืช : ไกลโฟเซต (glyphosate) และกลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช :

คาร์เบนดาซิม (carbendazim)

ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดแมลง : ไตรอะโซฟอส (triazophos) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

ปี 2561 กลุ่มสารกำจัดแมลง : ไดเมโทเอต (dimethoate) และโพรฟีโนฟอส (profenofos)

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ glyphosate

Column : Waters Column WATWAT02770 IC-Pak Anion HC Column

ความยาว 150 มิลลิเมตร, ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.6 มิลลิเมตร

Mobile phase : Potassium dihydrogen phosphate (KH₂PO₄) 100 %

Flow rate	:	1.00 มิลลิลิตร/นาที
Column Temperature	:	40 องศาเซลเซียส (°C)
Injection Volume	:	5 ไมโครลิตร
Wavelength	:	195 นาโนเมตร

1.2 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbendazim

Column : Agilent Column ZORBAX Eclipse XDB-C18 Analytical ความยาว 250 มิลลิเมตร, ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.6 มิลลิเมตร

Mobile phase	:	Methanol 55% : water 45%
Flow rate	:	1.0 มิลลิลิตร/นาที
Column Temperature	:	40 องศาเซลเซียส (°C)
Injection Volume	:	1 ไมโครลิตร
ความยาวคลื่น (Wavelength)	:	254 นาโนเมตร

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ glyphosate และ carbendazim

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range)

สำหรับ glyphosate ช่วงการใช้งาน (Working range) มีช่วงความเป็นเส้นตรงครอบคลุมค่าความเข้มข้น 0.75–4.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ความเป็นเส้นตรง (Linearity) ให้ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.75–2.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า Correlation of determination (R^2) เท่ากับ 0.99936

สำหรับ carbendazim ช่วงการใช้งาน (Working range) มีช่วงความเป็นเส้นตรงครอบคลุมค่าความเข้มข้น 0.025–0.250 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ความเป็นเส้นตรง (Linearity) ให้ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.05–2.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า Correlation of determination (R^2) เท่ากับ 0.99963

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ glyphosate และ carbendazim

2.3 การทดสอบหาค่า accuracy ของ glyphosate พิจารณา % Recovery ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เท่ากับ 99.77, 98.93 และ 101.45 สำหรับ carbendazim ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เท่ากับ 100.86, 98.67 และ 98.94 โดยค่าที่ได้อยู่ในช่วง 98-102 % ตามเกณฑ์การพิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10 % ของ AOAC

2.4 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณ glyphosate มีค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.41 และมีค่า HORRAT ในรูปของ Reproducibility เท่ากับ 0.57 ตามลำดับ สำหรับ carbendazim มีค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.58 และมีค่า HORRAT ในรูปของ Reproducibility ได้ค่า เท่า 0.15 (เกณฑ์การยอมรับค่า HORRAT ของ AOAC ≤ 2)

2.5 การตรวจสอบความทนของวิธี (Robustness/Ruggedness)

ผลการตรวจสอบค่า Robustness ของ glyphosate โดยการปรับภาวะของเครื่องมือด้วยการเปลี่ยนความยาวคลื่นจาก 195 นาโนเมตร เป็น 198 นาโนเมตร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.50 ค่า Ruggedness ทดสอบโดยการเปลี่ยน Column จาก Column Waters Column WATWAT02770 IC-Pak Anion HC Column ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.6 มิลลิเมตร, ความยาว 150 มิลลิเมตร, เป็น Column SUPELCO LC-SAX 58996 Column Number 181675 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.4 มิลลิเมตร, ความยาว 250 มิลลิเมตร, particle size 5 ไมโครเมตร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.83

สำหรับ carbendazim ค่า Robustness โดยการปรับภาวะของเครื่องมือด้วยการเปลี่ยนความยาวคลื่นจาก 254 นาโนเมตร เป็น 257 นาโนเมตร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.14 ค่า Ruggedness โดยการเปลี่ยน Column จาก Agilent Column ZORBAX Eclipse XDB-C18 Analytical ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.6 มิลลิเมตร, ความยาว 150 มิลลิเมตร particle size 5 ไมโครเมตร เป็น Agilent Column ZORBAX Eclipse plus C18 Rapid Resolution HT ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.4 มิลลิเมตร, ความยาว 77 มิลลิเมตร, particle size 1.8 ไมโครเมตร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.07

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

glyphosate เท่ากับ ± 0.71 , carbendazim เท่ากับ ± 0.72

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ triazophos

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

Injection Volume : 1 μl

Run time : 8 min

Oven Temperature : 220 °C (1 min), 2 min (20 °C/min) 240 °C (5 min)

Injector Temperature : 270 °C

Detector Temperature : 270 °C

แก๊สตัวพา : Helium อัตราการไหล (Flow rate) 2.0 มิลลิลิตรต่อนาที

ตัวตรวจวัด (Detector) : FID (Flame Ionization Detector)

1.2 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbosulfan

Column : Zorbax[®] C8, ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.6 มิลลิเมตร, ความยาว 150 มิลลิเมตร, particle size 5 ไมครอน

Mobile phase : Methanol 88% : Water 12%

Flow rate : 2.00 มิลลิลิตร/นาที

Stop time : 10 นาที
 Column Temperature : 45 องศาเซลเซียส (°C)
 Injection Volum : 2 ไมโครลิตร (µl)
 Wavelength : 280 นาโนเมตร (nm)

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ triazophos และ carbosulfan

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range)

สำหรับ triazophos ตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (Working range/Linearity) ของสาร triazophos ได้ค่า Working range เป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.25-2.50 mg/ml ให้ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.25-2.00 mg/ml โดยมีค่า Correlation of determination (R^2) เท่ากับ 0.99986 (เกณฑ์ยอมรับที่ Correlation of determination (R^2) \geq 0.995 (AOAC))

สำหรับ carbosulfan ผลการตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (Working range/Linearity) ของสาร carbosulfan ได้ค่า Working range เป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.025–0.250 mg/ml ให้ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.05–0.20 mg/ml โดยมีค่า Correlation of determination (R^2) เท่ากับ 0.99985 (เกณฑ์ยอมรับที่ Correlation of determination (R^2) \geq 0.995 (AOAC))

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ triazophos และ carbosulfan

2.3 การทดสอบหาค่า accuracy ของ triazophos พิจารณา % Recovery ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เท่ากับ 101.10, 99.00 และ 98.01 สำหรับ carbosulfan ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับความเข้มข้น เท่ากับ 99.14, 99.50 และ 101.53 โดยค่าที่ได้อยู่ในช่วง 98-102 % ตามเกณฑ์การพิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10 % ของ AOAC

2.4 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณ triazophos มีค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.17 และ มีค่า HORRAT ในรูปของ Reproducibility เท่ากับ 0.58 ตามลำดับ สำหรับ carbosulfan มีค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.66 และ มีค่า HORRAT ในรูปของ Reproducibility ได้ค่า เท่ากับ 0.48 (เกณฑ์การยอมรับค่า HORRAT ของ AOAC ยอมรับที่ \leq 2

2.5 การตรวจสอบความทนของวิธี (Robustness/Ruggedness)

การตรวจสอบความทน (Robustness/Ruggedness) ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ triazophos ในรูปของ Robustness ทดสอบโดยการปรับสภาวะของเครื่อง GC โดยเปลี่ยนอุณหภูมิของ Oven (Oven Temperature) จาก 240 °C เป็น 250 °C ค่า Ruggedness เปลี่ยนรุ่นเครื่องมือได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.63 และ 0.27 ตามลำดับ

สำหรับ carbosulfan ผลตรวจสอบ Robustness ทดสอบโดยการปรับสภาวะของเครื่องมือ โดยเปลี่ยนอุณหภูมิของคอลัมน์ จาก 40 °C เป็น 25 °C ค่า Ruggedness เปลี่ยนคอลัมน์ชนิดเดียวกันอีกอันหนึ่ง ได้ค่าความทนของวิธี (Robustness /Ruggedness) วิเคราะห์หาปริมาณสารออก

ฤทธิ์ carbosulfan ในรูปของ Precision ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.43 และ 0.85 ตามลำดับ เกณฑ์การยอมรับค่า HORRAT ของ AOAC ยอมรับที่ ≤ 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

triazophos เท่ากับ ± 0.60 , carbosulfan เท่ากับ ± 0.36

ปี 2561

1. ภาวะเครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ triazophos

Column : Capillary Column HP-5 ภายในเคลือบด้วย 5% phenyl-Methyl siloxane , 30 m. X 0.32 mm. (ยาว 30 เมตร, ขนาเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.32 มิลลิเมตร), หนา (film thickness) 0.25 ไมโครเมตร (μm)

Injection Volume : 1 μl

Run time : 8 min

Oven Temperature : 210 °C (dimethoate)
250 °C (profenofos)

Injector Temperature : 280 °C (dimethoate)
250 °C (profenofos)

Detector Temperature : 280 °C (dimethoate, profenofos)

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ dimethoate และ profenofos

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

สำหรับ dimethoate ตรวจสอบช่วงการใช้งาน (Working range) มีช่วงความเป็นเส้นตรงครอบคลุมค่าความเข้มข้น 0.25–2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (Linearity) ให้ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.50–2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า Correlation of determination (R^2) เท่ากับ 0.99939

สำหรับ profenofos ตรวจสอบช่วงการใช้งาน (Working range) มีช่วงความเป็นเส้นตรงครอบคลุมค่าความเข้มข้น 0.25–2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ตรวจสอบความเป็นเส้นตรง (Linearity) ให้ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.25–2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า Correlation of determination (R^2) เท่ากับ 0.99991 เกณฑ์ยอมรับที่ Correlation of determination (R^2) ≥ 0.995 (AOAC)

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ dimethoate และ profenofos

2.3 การทดสอบหาค่า accuracy ของ dimethoate จากการทดสอบหาค่า accuracy ที่ 3 ระดับ ความเข้มข้น % recovery เท่ากับ 101.50, 99.40 และ 99.93 สำหรับ profenofos ที่ 3 ระดับ ความเข้มข้น % recovery เท่ากับ 100.51, 99.88 และ 99.49 โดยค่าที่ได้อยู่ในช่วง 98-102 %

ตามเกณฑ์การพิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10 % ของ AOAC

2.4 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณ dimethoate มีค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.42 และ มีค่า HORRAT ในรูปของ Reproducibility เท่ากับ 0.64 ตามลำดับ สำหรับ profenofos มีค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.35 และ มีค่า HORRAT ในรูปของ Reproducibility ได้ค่า เท่ากับ 0.47 (เกณฑ์การยอมรับค่า HORRAT ของ AOAC ยอมรับที่ ≤ 2)

2.5 การตรวจสอบความทนของวิธี (Robustness/Ruggedness)

การตรวจสอบความทน (Robustness/Ruggedness) ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณสารออกฤทธิ์ dimethoate ในรูปของ Robustness ทดสอบโดยการปรับสภาวะของเครื่อง GC โดยเปลี่ยนอุณหภูมิของ Oven (Oven Temperature) จาก 240 °C เป็น 250 °C ค่า Ruggedness เปลี่ยนรุ่นเครื่องมือได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.49 และ 0.47 ตามลำดับ

สำหรับ profenofos ผลตรวจสอบ Robustness ทดสอบโดยการปรับสภาวะของเครื่องมือ โดยเปลี่ยนอุณหภูมิของคอลัมน์ จาก 260 °C เป็น 250 °C ค่า Ruggedness เปลี่ยนรุ่นเครื่องมือ ได้ค่าความทนของวิธี (Robustness /Ruggedness) ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.49 และ 0.57 ตามลำดับ เกณฑ์การยอมรับค่า HORRAT ของ AOAC ยอมรับที่ ≤ 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

dimethoate เท่ากับ ± 0.48 , profenofos เท่ากับ ± 0.54

การทดลองที่ 1.7 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนล่าง (2559-2561)

ปี 2559 กลุ่มสารกำจัดแมลง : แลมบ์ดา-ไซฮาโลทริน (lambda-cyhalothrin), เดลตาเมทริน

(deltamethrin), คาร์บาริล (carbaryl) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดแมลง : ไตรอะโซฟอส (triazophos), ไดเมโทเอต (dimethoate),

ไดอะซีนอน (diazinon) และกลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช : เบนโนมิล (benomyl)

ปี 2561 กลุ่มสารกำจัดแมลง : พิริมิฟอส-เมทิล (pirimiphos-methyl), อีไทออน (ethion) กลุ่มสาร

ป้องกันกำจัดโรคพืช : คาร์เบนดาซิม (carbendazim) และกลุ่มสารกำจัดวัชพืช :

ไกลโฟเซต (glyphosate)

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ lambda-cyhalothrin และ deltamethrin

Column :	capillary, HP-5 (30m x 0.32mm ID, 0.25 μ m film thickness)
Gas flow rate :	Helium (carrier gas) 3 ml/min, Hydrogen 30 ml/min, Air 300 ml/min
Split injection :	Split ratio 50:1, Split flow 130 ml/min
Injection volume :	1 μ l
Temperature :	Oven 220 $^{\circ}$ C, Inlet 260 $^{\circ}$ C, Detector 250 $^{\circ}$ C (lambda-cyhalothrin) Oven 250 $^{\circ}$ C, Inlet 250 $^{\circ}$ C, Detector 260 $^{\circ}$ C (deltamethrin)

1.2 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbaryl และ carbosulfan

Column :	Lichrospher 100 RP-18 (5 μ m) ความยาว 250 X 4.0 (i.d.mm)
Mobile phase :	methanol : water (70 :30) (carbaryl) methanol : water (90 :10) (carbosulfan)
Injection volume :	10 μ l
Detector :	254 nm (carbaryl) 210 (carbosulfan)

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ lambda-cyhalothrin, deltamethrin, carbaryl และ carbosulfan

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

1) lambda-cyhalothrin ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 - 2.00 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.997 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.01 - 1.00 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.997 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

2) deltamethrin ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.10 - 2.00 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.998 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.10 - 1.00 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.999 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

3) carbaryl ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 - 2.0 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.999 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.01 - 1.00 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.999 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

4) carbosulfan ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 - 2.0 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.999 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.01 - 1.00 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.999 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ lambda-cyhalothrin, deltamethrin, carbaryl และ carbosulfan

2.2 การทดสอบหาค่า accuracy ของ lambda-cyhalothrin พิจารณา % Recovery ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับความเข้มข้น คือ 0.5, 1.0, 2.0 mg/ml เท่ากับ 101.13, 100.51 และ 100.13 สำหรับ deltamethrin ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับความเข้มข้น คือ 0.5, 1.0, 2.0 mg/ml เท่ากับ 100.03, 100.69 และ 100.90 สำหรับ carbaryl ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับความเข้มข้น คือ 0.3, 0.5 และ 0.7 mg/ml เท่ากับ 101.53, 101.23 และ 101.04 สำหรับ carbosulfan ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับความเข้มข้น คือ 0.3, 0.5 และ 0.7 mg/ml เท่ากับ 100.11%, 100.73% และ 100.83% โดยค่าที่ได้อยู่ในช่วง 98-102 % ตามเกณฑ์การพิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10 % ของ AOAC

2.3 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณ lambda-cyhalothrin มีค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.65, 0.37 และ 0.69 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.60 และ 0.53 สำหรับ deltamethrin ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.85, 1.23, 10.3 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 1.56 และ 0.76 สำหรับ carbaryl ได้ค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.45, 0.45, 0.35 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.41 และ 0.36 สำหรับ carbosulfan ได้ค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.17, 1.29, 0.55 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.67 และ 0.64 เกณฑ์การยอมรับค่า HORRAT ของ AOAC ยอมรับที่ ≤ 2

2.4 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

lambda-cyhalothrin เท่ากับ ± 0.08 , deltamethrin เท่ากับ ± 0.11 , carbaryl เท่ากับ ± 2.58 , carbosulfan เท่ากับ ± 1.03

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ triazophos

Column : capillary, HP-5 (30m x 0.32mm ID, 0.25 μ m film thickness)
 Gas flow rate : Helium (carrier gas) 50 mL/min, Hydrogen 30 mL/min, Air 300 mL/min
 Split injection : Split ratio 50:1, Split flow 150 mL/min
 Injection volume : 1 μ L
 Temperature : Oven 250 $^{\circ}$ C, Inlet 250 $^{\circ}$ C, Detector 250 $^{\circ}$ C

1.2 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ dimethoate

Column : capillary, HP-5 (30m x 0.32mm ID, 0.25 μ m film thickness)
 Gas flow rate : Helium (carrier gas) 50 mL/min, Hydrogen 40 mL/min, Air 400 mL/min
 Split injection : Split ratio 50:1, Split flow 100 mL/min
 Injection volume : 1 μ L
 Temperature : Oven 230 $^{\circ}$ C, Inlet 230 $^{\circ}$ C, Detector 260 $^{\circ}$ C

1.3 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ diazinon

Column : capillary, HP-5 (30m x 0.32mm ID, 0.25 μ m film thickness)
 Gas flow rate : Helium (carrier gas) 15 mL/min, Hydrogen 40 mL/min, Air 400 mL/min
 Split injection : Split ratio 45:1, Split flow 67.5 mL/min
 Injection volume : 1 μ L
 Temperature : Oven 260 $^{\circ}$ C, Inlet 260 $^{\circ}$ C, Detector 260 $^{\circ}$ C

1.4 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ benomyl

Column : Lichrospher 100 RP-18 (5 μ m) ความยาว 250 X 4.0 (i.d.mm)
 Mobile phase : acetonitrile : water (70 :30)
 Injection volume : 10 μ L
 Detector : Diodearray Detector (280 nm)

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ triazophos, dimethoate, diazinon และ benomyl

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

1) triazophos ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.10 – 1.00 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99505 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.01 - 2.0 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99927 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

2) dimethoate ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.1 – 1.00 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99600 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.01 - 2.0 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99793 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

3) diazinon ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 – 1.00 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99518 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.01 - 2.0 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99870 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

4) benomyl ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.10 - 2.0 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99729 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.10 – 1.00 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99558 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ triazophos, dimethoate, diazinon และ benomyl

2.3 การทดสอบหาค่า accuracy ของ triazophos พิจารณา % Recovery ได้ค่า % Recovery ที่ความเข้มข้น คือ 0.5 และ 1.0 mg/ml เท่ากับ 99.22 และ 98.84 สำหรับ dimethoate ได้ค่า % Recovery ที่ความเข้มข้น คือ 0.5 และ 1.0 mg/ml เท่ากับ 100.49 และ 99.69 สำหรับ diazinon ได้ค่า % Recovery ที่ความเข้มข้น 0.5 และ 1.0 mg/ml เท่ากับ 100.47 และ 99.85 สำหรับ benomyl ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับความเข้มข้น คือ 0.3 และ 0.7 mg/ml เท่ากับ 100.24 และ 99.75 โดยค่าที่ได้อยู่ในช่วง 98-102 % ตามเกณฑ์การพิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10 % ของ AOAC

2.4 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณ triazophos มีค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.16 0.16 และ 0.31 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.20 และ 0.28 สำหรับ dimethoate ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.26 0.69 และ 0.27 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.39 และ 0.17 สำหรับ diazinon ได้ค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.45 0.32 และ 0.14 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.14 และ 0.47 สำหรับ benomyl ได้ค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ

0.38 0.15 และ 0.21 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.42 และ 0.78 เกณฑ์การยอมรับค่า HORRAT ของ AOAC ยอมรับที่ ≤ 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

triazophos เท่ากับ ± 0.75 , dimethoate เท่ากับ ± 0.90 , diazinon เท่ากับ ± 1.01 , carbosulfan เท่ากับ ± 0.87

ปี 2561

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ pirimiphos-methyl

Column : capillary, HP-5 (30m x 0.32mm ID, 0.25 μm film thickness)

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

Split injection : Split ratio 45, Split flow 90 ml/min

Injection volume : 1 μl

Temperature : Oven 240 $^{\circ}\text{C}$, Inlet 270 $^{\circ}\text{C}$, Detector 260 $^{\circ}\text{C}$

1.2 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ ethion

Column : capillary, HP-5 (30m x 0.32mm ID, 0.25 μm film thickness)

Gas flow rate : Helium (carrier gas) 40 ml/min, Hydrogen 40 ml/min,
Air 450 ml/min

Split injection : Split ratio 53:1, Split flow 100 ml/min

Injection volume : 1 μl

Temperature : Oven 250 $^{\circ}\text{C}$, Inlet 260 $^{\circ}\text{C}$, Detector 260 $^{\circ}\text{C}$

1.3 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbendazim

Column : Lichrospher 100 RP-18 (5 μm) ความยาว 250 X 4.0 (i.d.mm)

Mobile phase : H₂SO₄ + Acetonitrile : Water (35 :65)

Injection volume 10 μl

:

Detector : Diodearray Detector (282 nm)

Run Time : 4 min

1.4 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ glyphosate

Column : IC-PAK TM Anion HC4 ความยาว 250 X 4.6 mm
 Mobile phase : KH_2PO_4 + Acetonitrile + DI water (buffer
 glyphosate)
 Injection volume : 10 μl
 Detector : Diode array Detector (195 nm)

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ pirimiphos-methyl, ethion, carbendazim และ glyphosate

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range)

1) pirimiphos-methyl ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.50 – 1.00 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.999 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.05 - 2.01 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.999 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

2) ethion ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.03 – 0.99 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.999 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.03 - 1.99 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99983 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

3) carbendazim ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 – 0.99 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.997 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.01 – 1.18 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.998 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

4) glyphosate ช่วงของการวัด (Working range) ที่ระดับความเข้มข้น 0.01 – 0.99 mg/ml พบว่าค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.998 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ที่ความเข้มข้น 0.01 – 1.97 mg/ml ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.999 (เกณฑ์มาตรฐาน AOAC > 0.995)

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ pirimiphos-methyl, ethion, carbendazim และ glyphosate

2.3 การทดสอบหาค่า accuracy ของ pirimiphos-methyl พิจารณา % Recovery ได้ค่า % Recovery ที่ความเข้มข้น คือ 0.5 1.0 และ 2.0 mg/ml เท่ากับ 101.09 100.35 และ 100.35 สำหรับ ethion ได้ค่า % Recovery ที่ความเข้มข้น คือ 0.5 1.0 และ 2.0 mg/ml เท่ากับ 99.89 99.45 และ 99.68 สำหรับ carbendazim ได้ค่า % Recovery ที่ความเข้มข้น 0.3 0.5 และ 0.7

mg/ml เท่ากับ 100.90 100.82 และ 99.64 สำหรับ glyphosate ได้ค่า % Recovery ที่ 3 ระดับ ความเข้มข้น คือ 0.3 และ 0.7 mg/ml เท่ากับ 100.13 100.26 และ 99.99 โดยค่าที่ได้อยู่ในช่วง 98-102 % ตามเกณฑ์การพิจารณาสำหรับสารที่มีปริมาณมากกว่า 10 % ของ AOAC

2.4 การตรวจสอบความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณ pirimiphos-methyl มีค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.32 0.21 และ 0.33 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.20 และ 0.20 สำหรับ ethion ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.41 0.28 และ 0.45 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.38 และ 0.42 สำหรับ carbendazim ได้ค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 0.19 0.25 และ 0.31 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.62 และ 0.56 สำหรับ glyphosate ได้ค่า HORRAT ในรูปของ Repeatability เท่ากับ 1.75, 0.55 และ 1.21 ค่า Robustness/Ruggedness ได้ค่า HORRAT 0.38 0.46 0.56 และ 0.59 เกณฑ์การยอมรับค่า HORRAT ของ AOAC ยอมรับที่ ≤ 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

pirimiphos-methyl เท่ากับ ± 1.46 , ethion เท่ากับ ± 1.52 , carbendazim เท่ากับ ± 1.36 , glyphosate เท่ากับ ± 1.46

การทดลองที่ 1.8 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคกลาง (2559-2560)

ปี 2559 : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)

ปี 2560 : คาร์บาริล (carbaryl) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ chlorpyrifos และ cypermethrin

คอลัมน์ชนิด	: Capillary คอลัมน์ภายในบรรจุด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane (HP-5) (30 m × 0.32 mm (id), 0.25 μ m)
อุณหภูมิ oven	: 240°C (chlorpyrifos), 240 °C (cypermethrin)
อุณหภูมิ injector	: 260°C (chlorpyrifos), 270 °C (cypermethrin)
อุณหภูมิ detector	: 260°C (chlorpyrifos), 270 °C (cypermethrin)
Split ratio	: 50 : 1
ปริมาตรการฉีด	: 1.0 ไมโครลิตร
ก๊าซตัวพา	: He อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อนาที (chlorpyrifos)
ก๊าซตัวพา	: He อัตราการไหล 2.0 มิลลิลิตรต่อนาที (cypermethrin)
ก๊าซจุดเปลวไฟ	: H ₂ อัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที
	: Air อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ chlorpyrifos และ cypermethrin

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.1 – 1.2 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.1 – 1.2 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99900 (chlorpyrifos) และ ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.1 –1.2 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.1 – 1.2 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99800 (cypermethrin)

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ chlorpyrifos และ cypermethrin

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ chlorpyrifos เท่ากับ 99.45 % และ cypermethrin เท่ากับ 100.04 % ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ chlorpyrifos และ cypermethrin ที่ความเข้มข้น 0.3, 0.5, 0.7 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC: HORRAT \leq 2 แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 หาค่า HORRAT ของ Precision, Robustness/Ruggedness

Pesticides	ความเข้มข้น (mg/mL)	repeatability	within laboratory reproducibility	Robustness/Ruggedness
chlorpyrifos	0.3	0.478	0.706	0.635
	0.5	0.290	0.485	0.353
	0.7	0.366	0.442	0.533
cypermethrin	0.3	1.291	0.643	0.957
	0.5	0.326	0.739	0.675
	0.7	0.492	0.830	0.400

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

chlorpyrifos เท่ากับ ± 1.04 และ cypermethrin เท่ากับ ± 1.35

ปี 2560

1. High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbaryl และ carbosulfan

1.1 การหาปริมาณที่แน่นอนของสาร carbaryl สภาวะที่เหมาะสมของเครื่อง HPLC ดังนี้

Column : ZORBAX Eclipse XDB-C18 (4.6 x 150 mm, 5 μ m)

Mobile phase : Water : Acetonitrile (45:55)

Flow rate : 1.5 mL/min

Column Temperature : 28°C
 Wavelength : 254 nm
 Injection volume : 5 ul

1.2 การหาปริมาณที่แน่นอนของสาร carbosulfan สภาวะที่เหมาะสมของเครื่อง HPLC ดังนี้

Column : ZORBAX Eclipse Plus C8 (2.1 x 30 mm, 1.8 µm)
 Mobile phase : Water : Methanol (75:25)
 Flow rate : 0.5 ml/min
 Column Temperature : 28°C
 Wavelength : 254 nm
 Injection volume : 5 ul

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ carbaryl และ carbosulfan

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ของ carbaryl และ carbosulfan ในช่วงความเข้มข้น 0.01-0.16 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.01-0.16 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99900 และ 0.99900 ตามลำดับ

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ carbaryl และ carbosulfan

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ carbaryl เท่ากับ 99.8 % และ carbosulfan เท่ากับ 100.7 % ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ carbaryl และ carbosulfan ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.10, 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC: HORRAT ≤ 2 แสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ค่า HORRAT ของ Precision Robustness/Ruggedness

ชนิดสาร	ความเข้มข้น (mg/mL)	repeatability	within laboratory reproducibility	Robustness	Ruggedness
carbosulfan	0.05	0.642	0.366	0.535	0.664
	0.10	0.182	0.217	1.197	0.840
	0.15	0.236	0.162	0.208	0.885
carbaryl	0.05	0.549	0.742	0.707	1.420
	0.10	0.533	0.961	0.967	0.378
	0.15	0.598	1.195	0.826	0.728

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

carbaryl เท่ากับ ± 1.04 และ carbo-sulfan เท่ากับ ± 1.35

การทดลองที่ 1.9 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือ (2559-2560)

ปี 2559 : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)

ปี 2560 : คาร์บาริล (carbaryl) และเดลตาเมทริน (deltamethrin)

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ chlorpyrifos และ cypermethrin

- คอลัมน์ชนิด : Capillary คอลัมน์ภายในบรรจุด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane (HP-5) (30 m x 0.32 mm (id), 0.25 μ m)
- อุณหภูมิ oven : 240 $^{\circ}$ C (chlorpyrifos)
: 60 $^{\circ}$ C (1min), 20 $^{\circ}$ C/min, 220 $^{\circ}$ C (2min), 10 $^{\circ}$ C/min, 250 $^{\circ}$ C (2 min) (cypermethrin)
- อุณหภูมิ injector : 250 $^{\circ}$ C (chlorpyrifos), 250 $^{\circ}$ C (cypermethrin)
- อุณหภูมิ detector : 250 $^{\circ}$ C (chlorpyrifos), 250 $^{\circ}$ C (cypermethrin)
- Split ratio : 50 : 1
- ปริมาตรการฉีด : 1.0 ไมโครลิตร
- ก๊าซตัวพา : He อัตราการไหล 2.0 มิลลิลิตรต่อนาที (chlorpyrifos)
- ก๊าซตัวพา : He อัตราการไหล 2.5 มิลลิลิตรต่อนาที (cypermethrin)
- ก๊าซจุดเปลวไฟ : H₂ อัตราการไหล 40 มิลลิลิตรต่อนาที
: Air อัตราการไหล 450 มิลลิลิตรต่อนาที
- Make up gas : nitrogen 43.7 มิลลิลิตรต่อนาที

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ chlorpyrifos และ cypermethrin

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99989 (chlorpyrifos) และ ค่า Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99909 (cypermethrin)

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ chlorpyrifos และ cypermethrin

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ chlorpyrifos เท่ากับ 100.4 % และ cypermethrin เท่ากับ 101.1 % ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ chlorpyrifos และ cypermethrin ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC :
HORRAT \leq 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

chlorpyrifos เท่ากับ ± 1.05 และ cypermethrin เท่ากับ ± 1.02

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbaryl

Column : ZORBAX Extend-C18

Mobile phase : Methanol / Water

Step	Time(min)	%Water	%MeOH
Equil.		80	20
0	0	80	20
1	5	80	20
2	20	20	80
3	25	0	100
4	30	80	20

Flow rate : 1 ml /min

1.2 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ deltamethrin

Capillary column	: HP-5, Phenyl Methyl Siloxane (30 m x 320 μ m x 0.25 μ m)
Oven temperature	: 220°C
Injector temperature	: 250 °C
Detector temperature	: 250 °C
Split injector	: split ratio 50:1
Carrier gas	: Helium 2.5 ml/min
Gas detector	: hydrogen 40.0 ml/min : air 450 ml/min
Make up gas	: nitrogen 43.7 ml/min
Injection volume	: 1 μ l
Run time	: 16 min

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ carbaryl และ deltamethrin

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ของ carbaryl และ deltamethrin ในช่วงความเข้มข้น 0.2-2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.2-2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99750 สำหรับ deltamethrin ในช่วงความเข้มข้น 0.2-2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.2-2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99573

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ carbaryl และ deltamethrin

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ carbaryl ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร เท่ากับ 101.6 สำหรับ deltamethrin ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร เท่ากับ 101.2 ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ carbaryl ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.845, 0.731, 1.053 ค่า Robustness ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.745, 0.883, 0.692 ค่า Ruggedness ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.519, 0.840, 0.647

สำหรับ deltamethrin ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.207, 0.957, 0.893 ค่า Robustness ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.905, 0.811, 0.708 ค่า Ruggedness ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.720, 0.529, 0.714 ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC: HORRAT \leq 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

carbaryl เท่ากับ ± 0.96 และ deltamethrin เท่ากับ ± 0.42

การทดลองที่ 1.10 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนบน (2559-2561)

ปี 2559 : อีไธออน (ethion) และโพรฟีโนฟอส (profenofos)

ปี 2560 : ไตรอะโซฟอส (triazophos) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)

ปี 2561 : เดลตามีทริน (deltamethrin) และคาร์บาริล (carbaryl)

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID)

Capillary column : HP-5, Phenyl Methyl Siloxane
(30 m x 320 μm x 0.25 μm)

Oven temperature : 220°C

Injector temperature : 250 °C

Detector temperature : 250 °C

Split injector : split ratio 50:1

Carrier gas : Helium 2.5 mL/min

Gas detector : hydrogen 40.0 mL/min

: air 450 mL/min

Make up gas : nitrogen 43.7 mL/min

Injection volume : 1 μL

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ethion และ profenofos

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ของ ethion และ profenofos ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99980 และ 0.99967 ตามลำดับ

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ ethion และ profenofos

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ ethion เท่ากับ 100.1 % และ profenofos เท่ากับ 101.1 % ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ ethion ความเข้มข้น 0.4, 1.0, 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ profenofos ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT \leq 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

ethion เท่ากับ ± 0.96 และ profenofos เท่ากับ ± 0.90

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ triazophos

Column	:	HP-5
Oven Tem.	:	260 °C
Injector Tem.	:	270 °C
Detector Tem.	:	270 °C
Flow	:	2 mL/min

1.2 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbosulfan

Mobile Phase	:	MeOH : H ₂ O (88 : 12)
Column	:	Zorbax-C8
UV	:	280 nm
Temp	:	45 °C
Run Time	:	5 min

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ triazophos และ carbosulfan

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ของ triazophos ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99906 สำหรับ carbosulfan ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.2-2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99573

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ triazophos และ carbosulfan

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ triazophos เท่ากับ 99.5 % และ carbosulfan เท่ากับ 99.0 % ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ triazophos ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับ carbosulfan ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.10, 0.20 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT ≤ 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

triazophos เท่ากับ ±0.72 และ carbosulfan เท่ากับ ±0.74

ปี 2561

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ deltamethrin

Column : Capillary column HP-5 (30 m × 0.32 mm (i.d) film thickness 0.25 μ m)

Injection System Injection : Split Injection

Split Ratio : 100 : 1

Injection Volume : 1 μ l

Temperature

Oven Temperature : 260 °C

Injection Temperature : 280 °C

Detector Temperature : 280 °C

Gas Flow Rate

Helium : 2 ml/min

Hydrogen : 30 ml/min

Air : 400 ml/min

Nitrogen : 40 ml/min

1.2 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbaryl

Mobile phase : acetonitrile : water (45:55)

UV-detector : 280 nm

Flow rate : 1.5 ml/min

Injection Volume : 1 μ l

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ deltamethrin และ carbaryl

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) / ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ของ deltamethrin ความเป็นเส้นตรงในช่วง 0.25 - 2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99986 และ Working range ได้ช่วงของการใช้งานอยู่ในช่วง 0.25 - 2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร มีค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99990

ค่า Linearity ของ carbaryl ความเป็นเส้นตรงในช่วง 0.25 - 2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99985 และ Working range ได้ช่วงของการใช้งานอยู่ในช่วง 0.25 - 2.50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร มีค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99980

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ deltamethrin และ carbaryl

2.3 ผลการทดสอบความแม่นยำ (Accuracy) ของสาร deltamethrin ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ค่า %Recovery เท่ากับ 100.4, 99.8, 98.2 สำหรับ carbaryl ที่ความเข้มข้น 0.4, 1.0, 1.2 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ค่า %Recovery เท่ากับ 100.0, 100.8, 100.9 ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ deltamethrin ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.66 0.82 และ 0.82 และ Intermediate precision ได้ค่า HORRAT เฉลี่ย เท่ากับ 0.69 ค่า Robustness จากการทดลองในสภาวะการทดสอบเดียวกัน แต่เปลี่ยนอุณหภูมิของ Oven จาก 260 °C เป็น 265°C พบว่าได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.19 0.43 และ 0.32 ค่า Ruggedness เปรียบเทียบผู้ทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.36 และ 0.37 สำหรับ carbaryl ที่ความเข้มข้น 0.2 1.0 และ 1.2 ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.09 0.34 และ 0.22 และ Intermediate precision ได้ค่า HORRAT เฉลี่ย เท่ากับ 0.25 ค่า Robustness เปลี่ยนอัตราส่วน Mobile phase (ACN:H₂O) จาก 55:45 เป็น 50:50 พบว่าได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.11 0.11 และ 0.13 ค่า Ruggedness เปรียบเทียบผู้ทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.08 และ 0.31 ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT ≤ 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

deltamethrin เท่ากับ ±0.08 และ carbosulfan เท่ากับ ±1.55

การทดลองที่ 1.11 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนล่าง (2559-2560)

ปี 2559 : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเปอร์เมทริน (cypermethrin)

ปี 2560 : คาร์โบซัลแฟน (carbosulfan) และคาร์บาริล (carbaryl)

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID)

คอลัมน์ชนิด : Capillary คอลัมน์ภายในบรรจุด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane (HP-5)
(30 m × 0.32 mm (id), 0.25 μm)

อุณหภูมิ oven : 250°C (chlorpyrifos), 220 °C (cypermethrin)

อุณหภูมิ injector : 260°C (chlorpyrifos), 260 °C (cypermethrin)

อุณหภูมิ detector : 260°C (chlorpyrifos), 260 °C (cypermethrin)

Split ratio : 50 : 1

ปริมาตรการฉีด : 1.0 ไมโครลิตร

ก๊าซตัวพา : He อัตราการไหล 2.0 มิลลิลิตรต่อนาที

ก๊าซจุดเปลวไฟ : H₂ อัตราการไหล 40 มิลลิลิตรต่อนาที

: Air อัตราการไหล 400 มิลลิลิตรต่อนาที

Make up gas : N₂ อัตราการไหล 35 มิลลิลิตรต่อนาที

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ chlorpyrifos และ cypermethrin

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ของ chlorpyrifos และ cypermethrin ในช่วงความเข้มข้น 0.25 – 2.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.25 – 1.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99990 และ 0.99990 ตามลำดับ

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ chlorpyrifos และ cypermethrin

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ chlorpyrifos เท่ากับ 100.3 % และ cypermethrin เท่ากับ 99.0 % ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ chlorpyrifos และ cypermethrin ความเข้มข้น 0.4, 1.0, 2.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC :
HORRAT \leq 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

chlorpyrifos เท่ากับ ± 0.29 และ cypermethrin เท่ากับ ± 0.33

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (UHPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbaryl

Column	:	Poroshell 120 EC-C18, 4.6 x 75 mm, 2.7 μ m
Column temperature	:	40 $^{\circ}$ C
Mobile phase	:	acetonitrile : water (45 : 55)
Diode Array Detector (DAD)	:	280 nm
Flow rate	:	0.3 ml/min
Injection volume	:	5 μ l

1.2 High Performance Liquid Chromatograph (UHPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ carbosulfan

Column	:	Poroshell 120 EC-C8, 4.6 x 30 mm, 2.7 μ m
Column temperature	:	40 $^{\circ}$ C
Mobile phase	:	methanol : water (88 : 12)
Diode Array Detector (DAD)	:	280 nm
Flow rate	:	0.4 ml/min
Injection volume	:	5 μ l

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ carbosulfan และ carbaryl

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ของ carbosulfan และ carbaryl ในช่วงความเข้มข้น 0.10-1.80 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 0.20-1.40 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99998

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ carbosulfan และ carbaryl

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ carbosulfan ความเข้มข้น 0.05, 0.1 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร เท่ากับ 100.90, 101.20 และ 101.26 และ %recovery ของ carbaryl ความเข้มข้น 0.20, 0.60, 1.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร เท่ากับ 100.90, 101.20 และ 101.26 ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ carbosulfan ค่า Precision แบบ Repeatability ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.10, 0.15 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.313, 0.328 และ 0.230 และ แบบ Within laboratory reproducibility ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.277, 0.221 และ 0.270 ค่า Robustness เปลี่ยนอัตราส่วน mobile phase จากเดิมอัตราส่วนของ methanol : water เท่ากับ 88: 12 เป็น methanol : water เท่ากับ 80: 20 ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.417, 0.407 และ 0.445 ค่า Ruggedness เปลี่ยนผู้ทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.237, 0.158 และ 0.555

สำหรับ carbaryl ที่ความเข้มข้น 0.20, 0.60, 1.00 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ได้ค่า Precision แบบ Repeatability ได้ค่า HORRAT 0.404, 0.388 และ 0.352 ค่า Robustness เปลี่ยนอัตราส่วน mobile phase จากเดิมอัตราส่วนของ acetonitrile : water เท่ากับ 45: 55 เป็น acetonitrile : water เท่ากับ 55: 45 ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.302, 0.302 และ 0.243 ค่า Ruggedness เปลี่ยนผู้ทดสอบ ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.118, 0.328 และ 0.225 ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT \leq 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

carbosulfan เท่ากับ ± 0.73 และ carbaryl เท่ากับ ± 0.64

การทดลองที่ 1.12 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช (2559-2560)

ปี 2559 : เมพิควอตคลอไรด์ (mepiquat chloride) และ 6-เบนซิลอะมิโนพิวรีน (6-benzylaminopurine)

ปี 2560 : บูทรอลิน (butralin) และ ไตรเนกซาแพก-เอทิล (trinexapac-ethyl)

ปี 2559

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (UHPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ mepiquat chloride

เฟสเคลื่อนที่ : 30/70 MeCN:0.1 mM hexasulfonic acid sodium salt in 0.01% acetic acid

อัตราการไหล	: 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที
คอลัมน์ชนิด	: sunfire C18, ความยาว 150 มม. x 4.6 มม. (id), ขนาด 5 μm
ความยาวคลื่น	: 210 นาโนเมตร
ปริมาตรการฉีด	: 10 ไมโครลิตร
อุณหภูมิคอลัมน์	: 35 องศาเซลเซียส

1.2 High Performance Liquid Chromatograph (UHPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ 6-benzylaminopurine

คอลัมน์ชนิด	: $\mu\text{Bondapak C18}$, ความยาว 300 มม. x 3.9 มม. (id), ขนาด 10 μm
อัตราการไหล	: 1.2 มิลลิลิตรต่อนาที
เฟสเคลื่อนที่	: H_2O : acetonitrile : acetic acid (85:15:1)
ความยาวคลื่น	: 254 นาโนเมตร
ปริมาตรการฉีด	: 10 ไมโครลิตร
อุณหภูมิคอลัมน์	: 35 องศาเซลเซียส

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ mepiquat chloride และ 6-benzylaminopurine

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ของ mepiquat chloride ในช่วงความเข้มข้น 50-1000 มิลลิกรัมต่อลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 100-600 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99981 สำหรับ 6-benzylaminopurine ในช่วงความเข้มข้น 1-100 มิลลิกรัมต่อลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 10-50 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99960

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ mepiquat chloride และ 6-benzylaminopurine

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ mepiquat chloride เท่ากับ 99.0 และ 6-benzylaminopurine เท่ากับ 99.7 ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.5 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ mepiquat chloride และ 6-benzylaminopurine ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT \leq 2

2.4 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

mepiquat chloride เท่ากับ ± 0.150 และ 6-benzylaminopurine เท่ากับ ± 0.038

ปี 2560

1. ภาวะเครื่องมือ

1.1 High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) ชนิด DAD Detector สำหรับ

trinexapac ethyl

Mobile phase	:	80:20 (Methanol : 0.5% H ₃ PO ₄)
Column	:	Sunfire 5 μm, C18, 4.6x 150 mm.
Guard column	:	Sunfire 5 μm C18
Temperature	:	30 °C
Detector	:	photodiode array detector 254 nm
Flow rate	:	1.0 ml/min.
Injection volume	:	10 μl

1.2 Gas Chromatograph มีตัวตรวจจับ Flame Ionization (GC-FID) สำหรับ butralin

Capillary column	:	HP-5, 30 m, 0.320 mm, 0.25 μm
Column temperature	:	220 °C
Injection port temperature	:	250 °C
Detector temperature	:	280 °C
Carrier gas	:	He : 2 ml/min
Gas detector	:	Hydrogen 45.0 ml/min Air 350 ml/min
Make up gas	:	Nitrogen 45.0 ml/min
Injection volume	:	1.0 μl

2. ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ trinexapac ethyl และ butralin

2.1 ตรวจสอบช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) /ช่วงของการวัด (Working range)

ค่า Linearity ของ butralin ในช่วงความเข้มข้น 25-500 มิลลิกรัมต่อลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 25-250 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99995 สำหรับ trinexapac-ethyl ในช่วงความเข้มข้น 5-100 มิลลิกรัมต่อลิตร และ Working range ช่วงความเข้มข้น 5-50 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.99998

2.2 ตรวจสอบ Specificity/Selectivity พบว่า โครมาโทแกรมของ Blank สารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ไม่มี peak อื่นใดมารบกวน peak ของ butralin และ trinexapac-ethyl

2.3 ตรวจสอบ Accuracy ได้ค่าเฉลี่ย %recovery ของ butralin เท่ากับ 100.2 % และ trinexapac-ethyl เท่ากับ 100.2 % ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC

2.4 ตรวจสอบ Precision Robustness Ruggedness ของ butralin และ trinexapac-ethyl ได้ค่า HORRAT ผ่านเกณฑ์ยอมรับ AOAC : HORRAT ≤ 2

2.5 ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement Uncertainty)

butralin เท่ากับ ±0.11 และ trinexapac-ethyl เท่ากับ ±0.41

กิจกรรมที่ 2 การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ประกอบด้วย 1 การทดลอง
การทดลองที่ 2.1 การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ไดเมโทเอต
(dimethoate), โอมิโทเอต (omethoate) และมาลาไทออน (malathion) (2559-2561)

1. การตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ในระยะเริ่มต้น

ได้ดำเนินการเก็บตัวอย่างจากบริษัทผู้ผลิตที่ผลิตขึ้นใหม่ โดยการจำแนกตัวอย่างและตรวจสอบ
คุณภาพผลิตภัณฑ์ ดังแสดงตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สารออกฤทธิ์ คุณภาพทางเคมีและกายภาพในระยะเริ่มต้น

ชื่อสาร	Lot. วันผลิต	A.I.เริ่มต้น (%W/V)	A.I. ที่ ๑๖ 54 ⁰ C (%W/V)	pH	ปริมาณน้ำเจือปน	ค่าอิมัลชัน
dimethoate 40% EC Lot.1	020759	42.6	39.5	2.664	0.1940	ไม่เกิดครีม ไม่มีน้ำมัน
dimethoate 40% EC Lot.2	150759	41.8	38.2	2.741	0.4775	ไม่เกิดครีม ไม่มีน้ำมัน
omethoate 50% SL Lot.1	040759	51.3	49.5	2.340	-	
omethoate 50% SL Lot.2	110759	52.8	49.8	2.360	-	-
omethoate 50% SL Lot.3	020659	52.7	50.2	2.438	-	-
malathion 83% EC Lot.1	020759	85.0	83.2	3.019	0.0838	ไม่เกิดครีม ไม่มีน้ำมัน
malathion 83% EC Lot.2	120759	78.5	78.1	2.441	0.3746	ไม่เกิดครีม ไม่มีน้ำมัน
malathion 83% EC Lot.3	010659	82.5	82.1	3.040	0.3922	ไม่เกิดครีม ไม่มีน้ำมัน

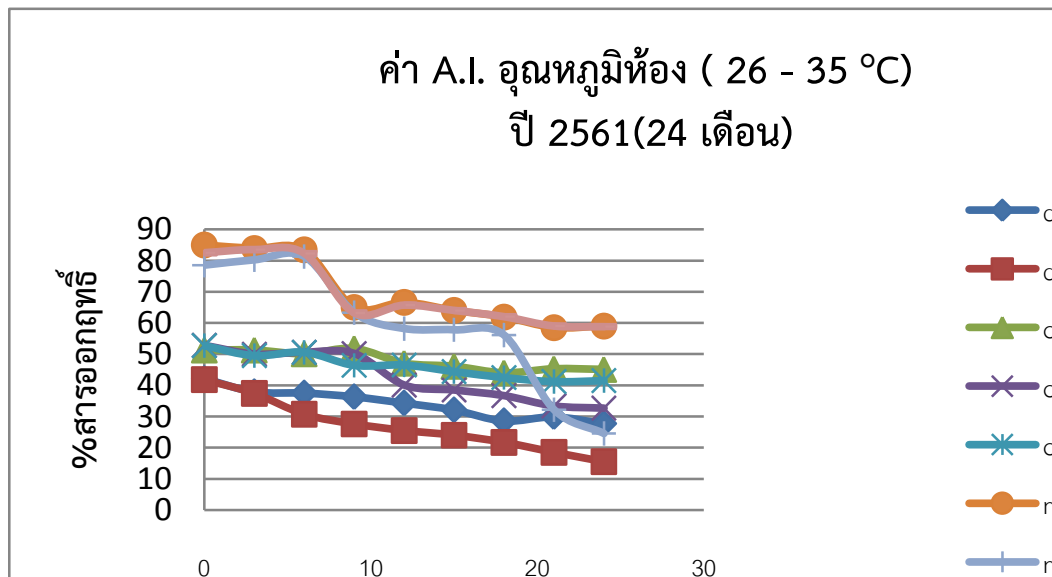
จากตารางที่ 1 โดยการวิเคราะห์ค่าพารามิเตอร์ต่างๆ เริ่มต้น พบว่าปริมาณสารออกฤทธิ์
dimethoate lot.1 lot.2 ได้ค่า A.I. เท่ากับ 42.6% และ 41.8% และหลังอบที่อุณหภูมิ 54⁰ C เป็น
เวลา 14 วัน ได้ค่า A.I. เท่ากับ 39.5% และ 38.2% ซึ่งค่ามาตรฐานอยู่ระหว่าง 38.0 – 44.0
omethoate lot.1 lot.2 lot.3 ได้ค่า A.I. เท่ากับ 51.2% และ 52.8% 52.7% และหลังอบที่
อุณหภูมิ 54⁰ C เป็นเวลา 14 วัน ได้ค่า A.I. เท่ากับ 49.5% 49.8% และ 50.2% ซึ่งค่ามาตรฐานอยู่
ระหว่าง 47.5 – 52.5 และ malathion lot.1 lot.2 lot.3 ได้ค่า A.I. เท่ากับ 85.0% 78.5% และ
82.5% และหลังอบที่อุณหภูมิ 54⁰ C เป็นเวลา 14 วัน ได้ค่า A.I. เท่ากับ 83.2% 78.1% และ 82.1%
ซึ่งค่ามาตรฐานอยู่ระหว่าง 80.5 – 85.5 และสมบัติทางเคมี ค่า pH dimethoate lot.1 lot.2 ได้
เท่ากับ 2.664 และ 2.741 omethoate lot.1 lot.2 lot.3 ได้เท่ากับ 2.340 2.360 และ 2.438
และ malathion lot.1 lot.2 lot.3 ได้เท่ากับ 3.019 3.441 และ 3.040 จะพบว่าค่า pH มีค่าต่ำ

มากแต่อย่างไรก็ตามใน FAO Specification ไม่ได้กำหนดเกณฑ์ของค่า pH ไว้ จึงไม่สามารถกำหนดเกณฑ์ให้ได้ ปริมาณน้ำเจือปน dimethoate lot.1 lot.2 ได้เท่ากับ 0.194 และ 0.4775 และ malathion lot.1 lot.2 lot.3 ได้เท่ากับ 0.0838 0.3746 และ 0.3922 สำหรับปริมาณน้ำเจือปน FAO Specification ไม่ได้กำหนดเกณฑ์ของค่าปริมาณน้ำเจือปน ไว้ จึงไม่สามารถกำหนดเกณฑ์ให้ได้เช่นกัน และค่าการคงสภาพและการคืนตัวของสารละลายอิมัลชัน ผลิตภัณฑ์ทุกชนิดค่าเริ่มต้นไม่เกิดคริม และน้ำมันทั้งหมด สำหรับค่าสารละลายอิมัลชันนั้น FAO Specification ได้กำหนดเกณฑ์มาตรฐานไว้ทั้ง dimethoate เกิดคริมได้ไม่เกิน 4.0 มิลลิเมตร น้ำมันไม่เกิน 0.5 และ malathion เกิดคริมได้ไม่เกิน 4.0 มิลลิเมตร น้ำมันไม่เกิน 0.5

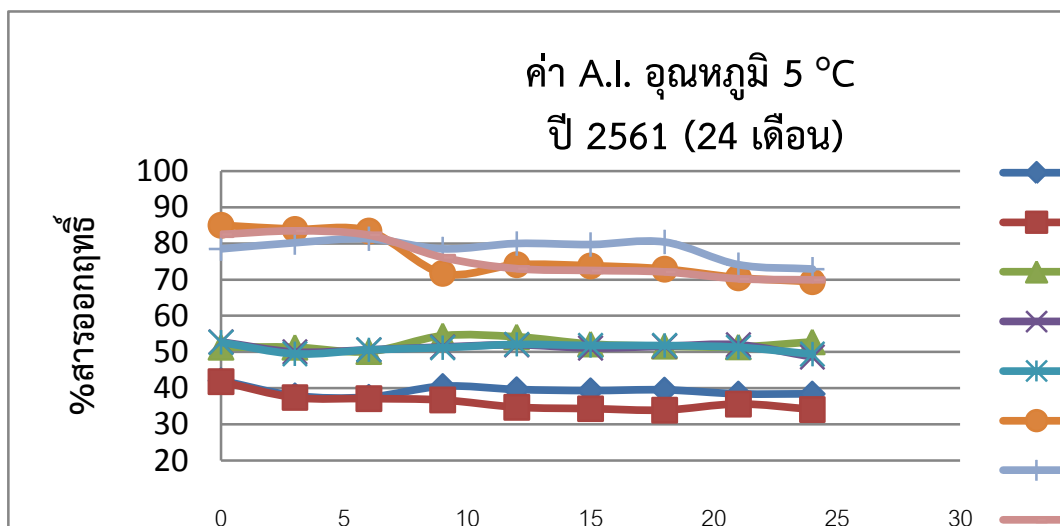
2. การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์

ทำการศึกษาการเสื่อมสภาพของ dimethoate omethoate และ malathion โดยการวิเคราะห์ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ และสมบัติทางเคมีกายภาพ ทุกๆ 3 เดือน จากผลการทดลอง พบว่าค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ dimethoate มีแนวโน้มลดลงในเดือนที่ 6 lot.1 lot.2 ลดลงเหลือ 37.5% และ 30.7% ตามลำดับ ในขณะที่สาร omethoate และ malathion มีแนวโน้มลดลงในเดือนที่ 12 lot.1 lot.2 lot.3 ลดลงเหลือ 47.1% 40.1% และ 46.5% ตามลำดับ สาร malathion lot.1 lot.2 lot.3 ลดลงเหลือ 66.6% 58.7% และ 65.7% ตามลำดับ เมื่อระยะเวลาถึง 24 เดือน สำหรับที่เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง dimethoate lot.1 lot.2 ลดลงเหลือ 27.7% และ 15.5% ตามลำดับ omethoate lot.1 lot.2 lot.3 ลดลงเหลือ 45.1% 32.7% และ 41.5% ตามลำดับ และ malathion lot.1 lot.2 lot.3 ลดลงเหลือ 59.0% 24.6% และ 58.8% ตามลำดับ

สำหรับตัวอย่างที่เก็บอุณหภูมิตู้เย็น 5 °c สาร dimethoate มีแนวโน้มลดลงในเดือนที่ 6 เช่นเดียวกับอุณหภูมิห้อง lot.1 lot.2 ลดลงเหลือ 37.9% และ 37.1% ตามลำดับ สาร malathion มีแนวโน้มลดลงในเดือนที่ 9 lot.1 lot.2 lot.3 ลดลงเหลือ 71.7% 78.5% และ 76.1% ตามลำดับ เมื่อระยะเวลาถึง 24 เดือน สำหรับที่เก็บไว้ที่อุณหภูมิตู้เย็น 5 °c สาร dimethoate lot.1 lot.2 ลดลงเหลือ 38.4% และ 34.1% ตามลำดับ omethoate lot.1 lot.2 lot.3 ยังคงมีปริมาณสารออกฤทธิ์ ไม่แตกต่างจากระยะเวลาเริ่มต้น คือ 52.8% 48.6% และ 49.4% ตามลำดับ และ malathion lot.1 lot.2 lot.3 ลดลงเหลือ 69.4% 72.9% และ 69.9% ตามลำดับ เมื่อแสดงดังกราฟที่ 1 และ 2



กราฟที่ 1 ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ (A.I.) ของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช dimethoate, omethoate และ malathion ที่อุณหภูมิห้อง



กราฟที่ 2 ค่าปริมาณสารออกฤทธิ์ (A.I.) ของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช dimethoate, omethoate และ malathion ที่อุณหภูมิตู้เย็น 5 °C

สำหรับค่า pH ทั้งที่เก็บที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิตู้เย็น 5 °C ค่า pH ของ สารทั้งหมดมีค่าต่ำ และไม่มีการเปลี่ยนแปลงมากเมื่อเปรียบเทียบกับค่า pH เริ่มต้น โดยพิจารณาจากค่า pH เฉลี่ย ที่อุณหภูมิห้อง dimethoate lot.1 lot.2 เท่ากับ 2.915 และ 2.804 ตามลำดับ omethoate lot.1 lot.2 lot.3 ค่า pH เท่ากับ 2.556 2.342 และ 2.617 ตามลำดับ และ malathion lot.1 lot.2 lot.3 เท่ากับ 2.833 2.665 และ 2.800 ตามลำดับ ค่า pH เฉลี่ยที่อุณหภูมิตู้เย็น 5 °C dimethoate lot.1 lot.2 เท่ากับ 2.901 และ 2.868 ตามลำดับ omethoate lot.1 lot.2 lot.3 เท่ากับ 2.852 2.807 และ 2.716 ตามลำดับ และ malathion lot.1 lot.2 lot.3 เท่ากับ 2.785 3.038 และ 3.146 ตามลำดับ

ค่าปริมาณน้ำเจือปนที่อุณหภูมิห้อง สาร dimethoate lot.1 lot.2 มีค่าสูงสุดที่ 0.664 และ 0.8484 ตามลำดับ และ malathion lot.1 lot.2 lot.3 มีค่าสูงสุดที่ 0.6568 0.6360 และ 0.6238 ตามลำดับ ที่อุณหภูมิตู้เย็น 5⁰C dimethoate lot.1 lot.2 มีค่าสูงสุดที่ 0.6439 และ 0.5755 ตามลำดับ และ malathion lot.1 lot.2 lot.3 มีค่าสูงสุดที่ 0.4312 0.6684 และ 0.5935 ตามลำดับ ทั้งที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิตู้เย็น 5⁰C มีปริมาณน้ำเจือปนเพิ่มขึ้นจากค่าเริ่มต้น เกณฑ์การยอมรับไม่ได้กำหนดไว้ใน FAO-Specification แต่จากผลการทดลองปริมาณน้ำเพิ่มสูงขึ้น ทำให้ปริมาณสารออกฤทธิ์ลดลง

สำหรับการคงสภาพและการคืนตัวของสารละลายอิมัลชันนั้น ผลิตภัณฑ์เกือบทุก lot มีค่าการทดสอบเกิดเป็นอิมัลชันได้หมด การเกิดเป็นอิมัลชันทำให้สารออกฤทธิ์สามารถแพร่กระจายได้ทั่วถึง เมื่อผสมน้ำต่อนฉีดพ่นสาร ผลการทดสอบไม่เกิดคริมและน้ำมัน ยกเว้น dimethoate ใน lot ที่ 2 ที่เกิดคริม 1.5 มิลลิลิตร แต่ทั้งนี้ไม่เกินเกณฑ์กำหนดมาตรฐาน ของ FAO-Specification ซึ่งกำหนดไว้คือไม่เกิน 4 มิลลิลิตร ทั้งที่เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิตู้เย็น 5⁰ C

สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ (Conclusion and Suggestion)

1. การตรวจสอบความใช้ได้ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตรทั้ง 74 วิธี ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography : GC) มีตัวตรวจจับชนิดเฟรมไอออนเซชัน (Flame Ionization Detector : FID) และเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatography : HPLC) มีตัวตรวจจับชนิดไดโอดอาร์เรย์ (Diode array) ให้ผลการทดสอบความจำเพาะเจาะจง (Specification/Selectivity) ซึ่งไม่มี peak ใดรบกวนการวิเคราะห์ และให้ค่าการทดสอบความเป็นเส้นตรง (Linearity) ช่วงของการวัด (Working range) ความแม่นยำ (Accuracy) ความเที่ยง (Precision) ความคงทนของวิธี (Robustness/Ruggedness) ผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐาน AOAC วิธีที่ผ่านการทดสอบนำไปใช้ในการยื่นขอและขยายขอบข่ายการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ISO/IEC 17025:2017 เพิ่มศักยภาพของหน่วยงานรัฐให้เป็นที่น่าเชื่อถือในระดับนานาชาติ

2. การศึกษาการเสื่อมคุณภาพผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช dimethoate omethoate และ malathion ในการศึกษาที่ระยะเวลาทั้งสิ้น 24 เดือน (2 ปี) สารออกฤทธิ์ทั้ง 3 ชนิด ในส่วนที่เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องมีแนวโน้มลดลงอย่างมีนัยสำคัญ แต่สำหรับที่เก็บไว้ที่อุณหภูมิตู้เย็น 5 °C ไม่มีการเปลี่ยนแปลงมากจนถึงระดับต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐาน จากผลการทดสอบตัวอย่างทั้งหมด ตัวอย่างที่พบว่ามีค่าลดลงมากที่สุดคือ dimethoate ใน lot ที่ 2 ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการใช้สารเติมเต็ม (สารไม่ออกฤทธิ์) ในแต่ละ lot การผลิตที่ไม่เหมือนกันเนื่องจากได้มาจากแหล่งผลิตต่างแหล่งกัน สารที่เพิ่มเข้าไปใน lot ที่ 2 อาจจะเป็นสารที่ไม่คงทนต่อสภาวะแวดล้อมของประเทศไทย ที่มีอุณหภูมิเฉลี่ยที่สูง (ประมาณ 35 °C) จะพบว่าทุก lot ของผลิตภัณฑ์ ที่อุณหภูมิห้อง (26-35 °C) จะมีผลทำให้ค่าพารามิเตอร์ต่างๆเปลี่ยนแปลงมากกว่าที่อุณหภูมิตู้เย็น 5 °C ที่เห็นได้ชัดคือปริมาณสารออกฤทธิ์มีค่าลดลงอย่างต่อเนื่อง

เอกสารอ้างอิง (Reference)

- กฤษณา ชัชพงศ์ ยุพดี จิตรไพศาล และจิราพร ศรีพลากิจ. 2539. การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร.
- ทิพวรรณ นิ่งน้อย. 2549. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข.
- กรมวิทยาศาสตร์บริการ. 2554. แนวทางการจัดการทำความเข้าใจผลของการวัด (Guidelines on Validity of Measurement). โรงพิมพ์สำนักงานพระพุทธศาสนาแห่งชาติ, กรุงเทพฯ.
- จิตตานันท์ สรวัยเอี่ยม และสุกัญญา คำคง. 2557. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หัวตอมีพิชการเกษตร Chlorpyrifos+Cypermethrin. น.47-58. ใน เอกสารประกอบการประชุมวิชาการ 2557 “รวมพลัง ทำวิจัย ปัจจัยการผลิต เพื่อการใช้ประโยชน์”. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร. กรมวิชาการเกษตร.
- สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร. 2556. รายงานปริมาณการนำเข้าวัตถุอันตรายทางการเกษตร. แหล่งข้อมูล : <http://w.w.w.doa.go.th/ard/>, 6 กรกฎาคม 2557.
- International Standard ISO 5725. Precision of test methods - repeatability and reproducibility. reference number: ISO 5725 – 1986.
- EURACHEM. 1998. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. First English Edition. แหล่งที่มา : [http://www.gnbsgy.org/PDF/Eurachem%20Guide%20Validation\[1\].pdf](http://www.gnbsgy.org/PDF/Eurachem%20Guide%20Validation[1].pdf), 21 มิถุนายน 2555.
- ISO/IEC 17025. 2005. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. International standard.
- Huber L. 2007. Validation and Qualification in Analytical Laboratories Interpharm /CRC. แหล่งที่มา : http://www.labcompliance.com/tutorial/methods/default.aspx#03_standard, 1 กรกฎาคม 2557.
- Lantos and Virtics. 2009. Application of Multi-Analyte Methods for Pesticide Formulations, pp.101-104. *In* Quality Control of Pesticide Products.
- International Atomic Energy Agency, Austria. FAO/WHO. 2010. Manual on development and use of FAO and WHO specifications for Pesticides. Guidelines on method validation to be performed in support of analytical methods

for agrochemical formulations, CIPAC 3807. แหล่งที่มา : http://www.nihs.go.jp/drug/BMV/BMV_draft_130415_E.pdf, 1 กรกฎาคม 2557.

Ellison, S L R and A Williams. 2012. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. 3rd ed. Eurachem/ CITAC guide CG 4.

ภาคผนวก (Appendix)

โครงการวิจัย : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ประกอบด้วย 2 กิจกรรม มีหัวหน้าการทดลอง ผู้ร่วมงาน หน่วยงาน มีรายละเอียด ดังนี้

กิจกรรมที่ 1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ประกอบด้วย 12 การทดลอง

ชื่อการทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
การทดลองที่ 1.1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2559-2561) ปี 2559 : บูโพรเฟซิน (buprofezin), ไพริดาเบน (pyridaben), เบตา-ไซฟลูทริน (beta-cyfluthrin) และอีทีไพโรล (ethiprole)	น.ส.พนิดา มงคลวุฒิกุล	น.ส.ดวงรัตน์ วัลลาสินี น.ส.ทัศนีย์ อัญญาพรพงษ์ นายพิเชษฐ์ ทองละเอียด	กปผ.	2559-2561
ปี 2560 : อิมิดาโคลพริด (imidacloprid), อะซิแทมพริด (acetamiprid) และไซเพอร์เมทริน+ไพโรทีโนฟอส (cypermethrin+profenofos)	นายพิเชษฐ์ ทองละเอียด	น.ส.ดวงรัตน์ วัลลาสินี น.ส.ทัศนีย์ อัญญาพรพงษ์ น.ส.พนิดา มงคลวุฒิกุล	กปผ.	2559-2561
ปี 2561 : ฟีนโนบูคาร์บ (fenobucarb), เฟนิโตรไทออน (fenitrothion) และลูเฟนนูรอน+ไพโรทีโนฟอส (lufenuron+profenofos)	น.ส.ทัศนีย์ อัญญาพรพงษ์	น.ส.ดวงรัตน์ วัลลาสินี นายพิเชษฐ์ ทองละเอียด น.ส.พนิดา มงคลวุฒิกุล	กปผ.	2559-2561
การทดลองที่ 1.2 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดวัชพืช ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2559-2561) ปี 2559 : ไดยูรอน (diuron) และไซฮาโลฟอป-บิวทิล (cyhalofop-butyl)	น.ส.สุกัญญา คำคง	นางพินิตนันต์ สรวัยเอี่ยม น.ส.ดวงรัตน์ วัลลาสินี น.ส.พนิดา มงคลวุฒิกุล นางจิราพรพรณ ทองหยอด นายฉลองรัตน์ หมั่นขวา	กปผ.	2559-2561
ปี 2560 : ออกซาไดอะซอน (oxadiazon) และเมทริบูซิน (metribuzin)	น.ส.ดวงรัตน์ วัลลาสินี	นางพินิตนันต์ สรวัยเอี่ยม น.ส.พนิดา มงคลวุฒิกุล นางจิราพรพรณ ทองหยอด นายอิสริยะ สิบพันธุ์ดี นายอนุชา ผลไสว	กปผ.	2559-2561
ปี 2561 : บิสไพริแบค-โซเดียม (bispiribac-sodium) และพาราควอตไดคลอไรด์ (paraquat dichloride)	นายอนุชา ผลไสว	นางพินิตนันต์ สรวัยเอี่ยม น.ส.พนิดา มงคลวุฒิกุล น.ส.ดวงรัตน์ วัลลาสินี นายฉลองรัตน์ หมั่นขวา น.ส.สุกัญญา คำคง	กปผ.	2559-2561
การทดลองที่ 1.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืชในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช (2559-2561) ปี 2559 : คาร์เบนดาซิม (carbendazim) และโทลโคลฟอส-เมทิล (tolclofos-methyl)	นายฉลองรัตน์ หมั่นขวา	นางพินิตนันต์ สรวัยเอี่ยม น.ส.พนิดา มงคลวุฒิกุล น.ส.ดวงรัตน์ วัลลาสินี นางจิราพรพรณ ทองหยอด น.ส.สุกัญญา คำคง	กปผ.	2559-2561
ปี 2560 : อะซอกซิสโตรบิน (azoxystrobin) และเบนโนมิล (benomyl)	นายอิสริยะ สิบพันธุ์ดี	น.ส.สุกัญญา คำคง น.ส.พนิดา มงคลวุฒิกุล น.ส.ดวงรัตน์ วัลลาสินี นางจิราพรพรณ ทองหยอด นายฉลองรัตน์ หมั่นขวา นายอนุชา ผลไสว	กปผ.	2559-2561
ปี 2561 : ทีบูโคนาโซล (tebuconazole) และไทโอฟานาต-เมทิล (thiophanate-methyl)	น.ส.พนิดา มงคลวุฒิกุล	น.ส.สุกัญญา คำคง นางพินิตนันต์ สรวัยเอี่ยม น.ส.ดวงรัตน์ วัลลาสินี	กปผ.	2559-2561

		นางจิราพรรณ ทองหยอด นายฉลองรัตน์ หมื่นชวา		
--	--	--	--	--

ชื่อการทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
<p>การทดลองที่ 1.4 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนบน (2559-2561)</p> <p>ปี 2559 กลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช: คลอโรทาโลนิล (chlorothalonil) และคาร์เบนดาซิม (carbendazim)</p> <p>ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดแมลง : คาร์บาริล (carbaryl) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)</p> <p>ปี 2561 กลุ่มสารกำจัดแมลง : แลมบ์ดา-ไซฮาโลทริน (lambda-cyhalothrin) และกลุ่มสารกำจัดวัชพืช : พาราควอตไดคลอไรด์ (paraquat dichloride)</p>	นางนงพงา โอลเสน	นางเนาวรัตน์ ตั้งมั่นควรรกุล	สวพ.1	2559-2561
<p>การทดลองที่ 1.5 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคเหนือตอนล่าง (2559-2560)</p> <p>ปี 2559 กลุ่มสารกำจัดแมลง : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)</p> <p>ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดวัชพืช : อะซีโทคลอร์ (acetochlor) และอะมีทริน (ametryn)</p>	น.ส.สุธินี สาสีสั่ง	นางพรศิริ สายะพันธ์ น.ส.เบญจมาศ ใจแก้ว นายวิษณุ แจ่มใบ น.ส.บงอร แสนคาน	สวพ.2	2559-2560
<p>การทดลองที่ 1.6 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนบน (2559-2561)</p> <p>ปี 2559 กลุ่มสารกำจัดวัชพืช : ไกลโฟเซต (glyphosate) และกลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช : คาร์เบนดาซิม (carbendazim)</p> <p>ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดแมลง : ไตรอะโซฟอส (triazophos) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)</p> <p>ปี 2561 กลุ่มสารกำจัดแมลง : ไดเมโทเอต (dimethoate) และโพรฟิโนฟอส (profenofos)</p>	น.ส.ปริยานุช สายสุพรรณมณี	นางวัชรพร ศรีสว่างวงศ์ นายจรรพงค์ ประสพสุข	สวพ.3	2559-2561
<p>การทดลองที่ 1.7 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียงเหนือตอนล่าง (2559-2561)</p> <p>ปี 2559 กลุ่มสารกำจัดแมลง : แลมบ์ดา-ไซฮาโลทริน (lambda-cyhalothrin), เดลทาเมทริน</p> <p>ปี 2560 กลุ่มสารกำจัดแมลง : ไตรอะโซฟอส (triazophos), ไดเมโทเอต (dimethoate), ไดอะซินอน (diazinon) และกลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช : เบนโนมิล (benomyl)</p> <p>ปี 2561 กลุ่มสารกำจัดแมลง : พิริมีฟอส-เมทิล (pirimiphos-methyl), อีไทออน (ethion) กลุ่มสารป้องกันกำจัดโรคพืช : คาร์เบนดาซิม (carbendazim) และกลุ่มสารกำจัดวัชพืช : ไกลโฟเซต (glyphosate)</p>	นางสุภาพร บังพรม	นางนาดยา จันทร์ส่อง นายอิทธิพล บังพรม	สวพ.4	2559-2561

<p>การทดลองที่ 1.8 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคกลาง (2559-2560)</p> <p>ปี 2559 : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)</p> <p>ปี 2560 : คาร์บาริล (carbaryl) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)</p>	นางมณฑาทิพย์ อรุณวารกรณ์	นางกัญญารัตน์ เต็มปิยะพล นางสาวจิราภา เมืองคล้าย	สวพ.5	2559-2560
<p>การทดลองที่ 1.9 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคตะวันออกเฉียง (2559-2560)</p> <p>ปี 2559 : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)</p> <p>ปี 2560 : คาร์บาริล (carbaryl) และเดลตามาทริน (deltamethrin)</p>	น.ส.ประไพ หงษา	น.ส.ตาวนภา ช่องวารินทร์ นางเกษสิริ ฉันทพิริยะพูน	สวพ.6	2559-2560

ชื่อการทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
<p>การทดลองที่ 1.10 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนบน (2559-2561)</p> <p>ปี 2559 : อีโทอน (ethion) และโพรฟีโนฟอส (profenofos)</p> <p>ปี 2560 : ไตรอะโซฟอส (triazophos) และคาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)</p> <p>ปี 2561 : เดลตามาทริน (deltamethrin) และคาร์บาริล (carbaryl)</p>	นายนิกร โคตรสมบัติ	นางอรพิน หนูทอง	สวพ.7	2559-2561
<p>การทดลองที่ 1.11 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์กลุ่มสารกำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืชของห้องปฏิบัติการพื้นที่ภาคใต้ตอนล่าง (2559-2560)</p> <p>ปี 2559 : คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos) และไซเพอร์เมทริน (cypermethrin)</p> <p>ปี 2560 : คาร์โบซัลแฟน (carbosulfan) และคาร์บาริล (carbaryl)</p>	น.ส.สาวิตรี เขมวงค์	นางสร้อยญา ช่างพิมพ์	สวพ.8	2559-2561
<p>การทดลองที่ 1.12 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารออกฤทธิ์ ในผลิตภัณฑ์สารควบคุมการเจริญเติบโตของพืช (2559-2560)</p> <p>ปี 2559 : เมพิควอตคลอไรด์ (mepiquat chloride) และ 6-เบนซิลอะมิโนพิวรีน (6-benzylaminopurine)</p> <p>ปี 2560 : บูทราลิน (butralin) และไตรเนกซาแพก-เอทิล (trinexapac-ethyl)</p>	น.ส.สุพิศดา ทองเขียว	น.ส.เพชรรัตน์ ศิริวิ น.ส.นันทกานต์ ขุนโหร นางสาวธิดา โพธิ์น้อย นายมนต์ชัย อินทร์ทำอัฐ	กปผ.	2559-2560

กิจกรรมที่ 2 การวิจัยคุณภาพผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ประกอบด้วย 1 การทดลอง

ชื่อการทดลอง	หัวหน้าการทดลอง	ผู้ร่วมงาน	หน่วยงาน	ระยะเวลา
<p>การทดลองที่ 2.1 การศึกษาการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์สารป้องกันกำจัดศัตรูพืช ไดเมโทเอต (dimethoate), โอมิโทเอต (omethoate) และมาลาไทยอน (malathion) (2559-2561)</p>	นายฉลองรัตน์ หมื่นขวา	นายพิเชษฐ์ ทองละเอียด น.ส.ภัทรฤทัย คมนันธุ์ น.ส.ทัศนีย์ อัญญาพรพงษ์	กปผ.	2559-2561