



accuracy และ precision ถ้าไม่ผ่านเกณฑ์จะต้อง fortified ความเข้มข้นในระดับที่สูงขึ้น และทำซ้ำตามขั้นตอนจนผ่านเกณฑ์การประเมินจึงจะยอมรับค่า LOQ

ระยะเวลา เดือนตุลาคม 2552 ถึง เดือนกันยายน 2553

สถานที่ทำการทดลอง กลุ่มวิจัยวัฏธรมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

### ผลการทดลองและวิจารณ์

ผลการตรวจสอบและประเมินผลจากการวิเคราะห์ค่าต่าง ๆ ของการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบสารพิษกลุ่มไพรีทรอยด์ในน้ำโดยใช้ Gas Chromatograph เมื่อพิจารณาตามเกณฑ์ที่กำหนดจากช่วงที่เป็นเส้นตรงจะได้ range สารพิษกลุ่มไพรีทรอยด์ ทั้ง 7 ชนิด คือ bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda cyhalothrin และ permethrin อยู่ในช่วง 0.05 – 1.90, 0.05 – 3.60, 0.05 – 5.60, 0.05 – 4.10, 0.05 – 2.70, 0.05 – 1.40 และ 0.05 – 3.50 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ เมื่อนำไปตรวจสอบ linearity จะได้ค่า correlation coefficient; r เท่ากับอยู่ในช่วง 0.996, 0.996, 0.997, 0.995, 0.996, 0.995 และ 0.995 ตามลำดับ (ตารางที่ 1.)

ผลการประเมินค่าความใกล้เคียงกันระหว่างผลการวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีที่ศึกษากับค่าอ้างอิงจากตัวอย่าง (accuracy) จากค่าเปอร์เซ็นต์ recovery พบว่าที่ความเข้มข้นระดับต่ำ 0.18–0.47 ไมโครกรัมต่อลิตร มีค่า 95 – 100 เปอร์เซ็นต์ ที่ความเข้มข้นระดับกลาง 0.73 – 1.90 ไมโครกรัมต่อลิตร มีค่า 110 -117 เปอร์เซ็นต์และที่ความเข้มข้นระดับสูง 1.10-2.84 ไมโครกรัมต่อลิตร มีค่า 100 - 108 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 2) ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด (ภาคผนวก 1) และสามารถยอมรับได้

ผลการประเมินค่าความใกล้เคียงกันระหว่างข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ซ้ำ (precision) โดยการตรวจสอบ precision ประเมินจากค่าเปอร์เซ็นต์ RSD ที่ความเข้มข้นระดับต่ำ กลาง และสูง มีค่า 6.05 – 8.65, 4.76 – 10.19 และ 4.18 – 7.54 ตามลำดับ และเมื่อนำไปประเมิน HORRAT (Horwitz's ratio) พบว่าทั้ง 3 ระดับความเข้มข้นของสารพิษแต่ละชนิดมีค่า HORRAT อยู่ในช่วง 0.14 – 0.36 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์กำหนด (Horwitz's ratio < 2) และยอมรับได้ (ตารางที่ 3.)

ค่าความเข้มข้นปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจพบได้ (Limit of Detection, LOD) ของสารพิษแต่ละชนิด โดยการ extrapolate ( $LOD = 3 S_0$ ) มีค่า LOD ของสารพิษ bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda cyhalothrin และ permethrin เท่ากับ 0.010, 0.002, 0.003, 0.006, 0.020, 0.006 และ 0.010 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ส่วนค่าความเข้มข้นปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้อย่างถูกต้อง (Limit of Quantitation, LOQ) ของสารพิษกลุ่มไพรีทรอยด์ ทั้ง 7 ชนิด โดยทดสอบที่ระดับความเข้มข้นต่ำกว่า predicted  $10 S_0$  และผ่านการประเมิน accuracy และ precision มีค่า LOQ เท่ากับ 0.05 ไมโครกรัมต่อลิตร (ตารางที่ 4.)



ตารางที่ 1. ผลการตรวจสอบ range และ linearity ของวิธีทดสอบ

pesticide	range ( $\mu\text{g/L}$ )	linearity (correlation coefficient, r)
bifenthrin	0.05 – 1.90	0.996
cyfluthrin	0.05 – 3.60	0.996
cypermethrin	0.05 – 5.60	0.997
deltamethrin	0.05 – 4.10	0.995
fenvalerate	0.05 – 2.70	0.996
lambda cyhalothrin	0.05 – 1.40	0.995
permethrin	0.05 – 3.50	0.995

ตารางที่ 2. ผลการตรวจสอบ accuracy ประเมินจากเปอร์เซ็นต์ recovery

pesticide	% recovery		
	low 0.18 – 0.47 ( $\mu\text{g/L}$ )	medium 0.73 – 1.90 ( $\mu\text{g/L}$ )	high 1.10 -2.84 ( $\mu\text{g/L}$ )
bifenthrin	97.7	110.5	107.1
cyfluthrin	95.9	111.3	103.9
cypermethrin	95.2	110.9	100.5
deltamethrin	100.0	117.3	104.9
fenvalerate	99.4	114.6	108.9
lambda cyhalothrin	99.5	112.4	107.9
permethrin	99.9	110.9	105.2

ตารางที่ 3. ผลการตรวจสอบ precision ประเมินจาก % RSD และ HORRAT

pesticide	% RSD			HORRAT (Horwitz ' s ratio)		
	low 0.18 – 0.47 ( $\mu\text{g/L}$ )	medium 0.73 – 1.90 ( $\mu\text{g/L}$ )	high 1.10 -2.84 ( $\mu\text{g/L}$ )	low 0.18 – 0.47 ( $\mu\text{g/L}$ )	medium 0.73 – 1.90 ( $\mu\text{g/L}$ )	high 1.10 -2.84 ( $\mu\text{g/L}$ )
bifenthrin	7.00	4.76	4.18	0.18	0.15	0.14
cyfluthrin	6.94	5.13	6.76	0.21	0.19	0.27
cypermethrin	7.46	6.28	7.54	0.22	0.23	0.29
deltamethrin	6.23	10.19	7.19	0.18	0.36	0.27
fenvalerate	7.63	7.02	5.62	0.22	0.25	0.21
lambda cyhalothrin	8.65	5.98	6.27	0.22	0.19	0.22
permethrin	6.05	7.49	6.33	0.18	0.28	0.25



ตารางที่ 4. ผลการตรวจสอบ LOD และ LOQ ของวิธีทดสอบ

pesticide	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)
bifenthrin	0.010	0.05
cyfluthrin	0.002	0.05
cypermethrin	0.003	0.05
deltamethrin	0.006	0.05
fenvalerate	0.020	0.05
lambda cyhalothrin	0.006	0.05
permethrin	0.010	0.05

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ/คำแนะนำ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบสารพิษกลุ่มไพรีทรอยด์ในน้ำโดยใช้เครื่อง Gas Chromatograph สารพิษที่ทดสอบ จำนวน 7 ชนิด bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenvalerate, lambda cyhalothrin และ permethrin ผลการประเมินและตรวจสอบค่าต่าง ๆ ได้แก่ range/linearity, accuracy, precision, LOD และ LOQ อยู่ในเกณฑ์กำหนดและยอมรับได้ ซึ่งการประเมินผลการทดสอบจากการวิเคราะห์ค่าต่างๆ เหล่านี้ พบว่าวิธีทดสอบสารพิษวิธีนี้ให้ผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด และนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับตรวจวิเคราะห์สารพิษกลุ่มไพรีทรอยด์ในน้ำสำหรับห้องปฏิบัติการได้

### การนำไปใช้ประโยชน์

1. ใช้เป็นวิธีมาตรฐานในการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มไพรีทรอยด์ในน้ำสำหรับห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร
2. เป็นข้อมูลสนับสนุนการขอการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการในรายการทดสอบสารพิษกลุ่มไพรีทรอยด์ในน้ำโดยวิธี Gas Chromatography

### เอกสารอ้างอิง

กนกพร อธิสุข และ ทิพวรรณ นิ่งน้อย . 2547. Method Validation, เอกสารประกอบการฝึกอบรม.

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

สถาบันอาหาร. 2547. การตรวจพิสูจน์ความถูกต้องของวิธีทดสอบทางเคมี, เอกสารประกอบการ

อบรมสัมมนาวิชาการด้านอุตสาหกรรมอาหาร.

ISO/IEC 17025, 1999. General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories.

The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, EURACHEM Guide, December 1998



**ภาคผนวก 1**

เกณฑ์การยอมรับ recovery ใช้เกณฑ์กำหนดโดยทั่วไปของ AOAC Peer – Verified Method, Nov.1993

ความเข้มข้นของ analyte ในตัวอย่าง	recovery, %
100 %	98-102
10 %	98-102
1 %	97-103
0.10 %	95-105
100 ppm	90-107
10 ppm	80-110
1 ppm	80-110
100 ppb	80-110
10 ppb	60-115
1 ppb	40-120

**ภาคผนวก 2**

เกณฑ์การยอมรับ % RSD ใช้เกณฑ์กำหนดโดยทั่วไปของ AOAC Peer-Verified Method, Nov. 1993

ความเข้มข้นของ analyte ในตัวอย่าง	RSD, %
100 %	1.3
10 %	2.8
1 %	2.7
0.10 %	3.7
100 ppm	5.3
10 ppm	7.3
1 ppm	11
100 ppb	15
10 ppb	21
1 ppb	30