

นิพนธ์ต้นฉบับ

Original article

วิธีตรวจวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงตกค้าง 53 ชนิด ในข้าวสาร

ชรินทร์ ศิริธรรม วท.ด.*

พัชรภรณ์ เกียรตินิติประวัติ ส.ม.*

อดิชาต สีสวานิช วท.ม.**

อรุณี ศิริปี วท.บ.*

* ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 10 อุบลราชธานี กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

** ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 1 เชียงใหม่ กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

ติดต่อผู้เขียน: ชรินทร์ ศิริธรรม Email: charinrat.s@dmasc.mail.go.th

วันรับ:	30 พ.ค. 2567
วันแก้ไข:	18 พ.ย. 2567
วันตอบรับ:	28 พ.ย. 2567

บทคัดย่อ

ข้าวเป็นสินค้าเกษตรหลักของการส่งออกของประเทศไทย ผลผลิตรวมทั้งประเทศ ในปี 2560-2565 มีปริมาณโดยเฉลี่ย 25.6 ล้านตัน จึงมีการควบคุมคุณภาพของข้าวสารโดยกำหนดค่ามาตรฐานปริมาณสารพิษตกค้างประเภทสารเคมีกำจัดแมลงสูงสุด แต่ปัจจุบันยังไม่มีวิธีมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณสารเคมีกำจัดแมลงในตัวอย่างข้าวสาร จึงมีความจำเป็นต้องพัฒนาศักยภาพห้องปฏิบัติการให้มีวิธีมาตรฐานที่มีความน่าเชื่อถือและสามารถตรวจวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงตามที่กฎหมายกำหนดไว้ได้ เพื่อพัฒนาวิธีและทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารกำจัดแมลงตกค้าง 53 ชนิดในข้าวสาร สำหรับใช้เป็นวิธีมาตรฐานที่ผ่านการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025:2017 เป็นการศึกษาโดยพัฒนาวิธีและทดสอบความใช้ได้ของวิธีระหว่างเดือนตุลาคม 2562 ถึงเดือนกุมภาพันธ์ 2563 ให้ได้วิธีวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลง ได้แก่ กลุ่มออร์กาโนคลอรีน (OCs) กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส (OPs) และกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ (SPs) ในตัวอย่างข้าวสาร โดยทำการสกัดด้วย QuEChERS ก่อนการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีเครื่องตรวจวัดชนิดไมโครอีซีดีและชนิดเอฟพีดี วิธีที่มีช่วงความเป็นเส้นตรงกลุ่ม OCs 10-100, กลุ่ม OPs และ SPs 50 -200 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ($r^2 > 0.9900$) ซีดจำกัดในการตรวจวัดของกลุ่ม OCs เท่ากับ 0.03, กลุ่ม OPs และ SPs เท่ากับ 0.05 มิลลิกรัมต่อกรัม และขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณทั้ง 3 กลุ่ม เท่ากับ 0.10 มิลลิกรัมต่อกรัมต่อกรัม มีความแม่นยำ (%recovery) อยู่ระหว่าง 83 ถึง 109 และความเที่ยงแสดงด้วยค่า HORRAT อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ วิธีวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงได้ 53 ชนิดในข้าวสารที่มีความจำเพาะเจาะจง เป็นวิธีที่ผ่านการทดสอบความใช้ได้ของวิธี สามารถใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นสำหรับการวิเคราะห์ในตัวอย่างข้าวสาร และผ่านรับรองมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025 พร้อมทั้งเปิดให้บริการตรวจวิเคราะห์ของศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 10 อุบลราชธานี

คำสำคัญ: การทดสอบความใช้ได้ของวิธี; สารเคมีกำจัดแมลง; ข้าวสาร; เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีเครื่องตรวจวัดชนิดไมโครอีซีดี; เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีเครื่องตรวจวัดชนิดเอฟพีดี

บทนำ

ข้าวเป็นพืชเศรษฐกิจหลักสำหรับประเทศไทยมีปริมาณผลผลิตรวมทั้งประเทศ ประมาณ 25.6 ล้านตัน จากข้อมูลปี พ.ศ. 2560-2566 ซึ่งภาคตะวันออกเฉียงเหนือมีเนื้อที่เพาะปลูก 38.5 ล้านไร่ เนื้อที่เก็บเกี่ยว 35.8 ล้านไร่ มีผลผลิต 12.4 ล้านตัน เป็นอันดับหนึ่งของประเทศไทย ในเขตสุขภาพที่ 10 ได้แก่ จังหวัด อุบลราชธานี มุกดาหาร ศรีสะเกษ อำนาจเจริญ และ ยโสธร ปี 2560-2565 สามารถผลิตข้าวสารได้โดยเฉลี่ย 12.4 ล้านตัน ชนิดข้าวที่นิยมปลูกกันมาก เช่น ข้าวขาวดอกมะลิ 105 ข้าวเหนียว กข 6 เป็นต้น⁽¹⁻²⁾ การปลูกข้าว เกษตรกรมักพบปัญหาของแมลงศัตรูข้าว ได้แก่ มดง่าม ปลวก แมลงวันเจาะยอด ตัวหมัดดำ ตัวแทะใบ แมลง-ค่อมทอง แมลงนูน ตัวดีด เพลี้ยอ่อน หนอนใย ตักแตน เพลี้ยแป้ง จึงทำให้เกษตรกรต้องใช้สารเคมีเพื่อป้องกัน และกำจัดศัตรูพืช เพราะเป็นวิธีที่ได้ผลรวดเร็ว ช่วยเพิ่มปริมาณผลผลิตได้ตามต้องการ ซึ่งการใช้สารเคมีกำจัดแมลงไม่ถูกต้อง จึงทำให้มีโอกาสที่สารเคมีกำจัดแมลงจะตกค้างในข้าวสาร⁽³⁻⁴⁾ และส่งผลกระทบต่อคุณภาพของที่ส่งออกต่างประเทศ ดังนั้นจึงได้กำหนดค่ามาตรฐานปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด (maximum residue limit; MRL) พระราชบัญญัติอาหาร พ.ศ. 2522 ตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข เลขที่ 387 พ.ศ. 2560 เรื่อง อาหารที่มีสารพิษตกค้าง⁽⁵⁾ และ มกษ. 9002 มาตรฐานสินค้าเกษตร เรื่อง สารพิษตกค้าง: ปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด (มาตรฐานสินค้าเกษตร มกษ. 9002-2559)⁽⁶⁾ และการส่งข้าวส่งออกต่างประเทศต้องมีการตรวจวิเคราะห์คุณภาพความปลอดภัยของสารเคมีกำจัดแมลง

ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 10 อุบลราชธานี มีพื้นที่ดูแลในเขตสุขภาพที่ 10 ตั้งอยู่ทางทิศตะวันออกเฉียงเหนือหรืออีสานใต้ของประเทศไทย ประกอบด้วย 5 จังหวัด ได้แก่ จังหวัดอุบลราชธานี มุกดาหาร ศรีสะเกษ อำนาจเจริญและยโสธร มีอาณาเขตติดต่อกับสาธารณรัฐประชาธิปไตยประชาชนลาวและราชอาณาจักรกัมพูชา ซึ่งเป็นเขตสุขภาพที่มีผลผลิตทางการเกษตรจำนวนมากที่ส่ง

ออกต่างประเทศและภายในประเทศ จึงทำให้ศูนย์-วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 10 อุบลราชธานี มีบทบาทสำคัญเป็นห้องปฏิบัติการอ้างอิงโดยทำหน้าที่ตรวจวิเคราะห์คุณภาพและความปลอดภัยในตัวอย่างอาหาร เพื่อรายงานผลให้กับหน่วยงานที่เกี่ยวข้องดำเนินการให้ผู้บริโภคมีความมั่นใจในการบริโภคอาหารที่ผลิตและจำหน่ายของเขตสุขภาพที่ 10 ที่มีคุณภาพตามเกณฑ์มาตรฐานสากล ซึ่งศูนย์ฯ ยังไม่มีวิธีมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณสารเคมีกำจัดแมลงในตัวอย่างข้าวสาร วิธีมาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงที่กำหนดโดยองค์การอาหารและยาแห่งสหรัฐอเมริกา (AOAC)⁽⁷⁾ สกัดตัวอย่างด้วยวิธี QuEChERS (quick, easy, cheap, effective, rugged, and safe) ร่วมกับเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography)

งานวิจัยนี้จึงได้ใช้กระบวนการสกัดด้วยเทคนิค QuEChERS เป็นวิธีตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่รวดเร็ว ใช้สารเคมีและเครื่องมือที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน วิเคราะห์ชนิดและปริมาณของสารเคมีกำจัดแมลงกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส (OPs) 24 ชนิดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีตัวตรวจวัดชนิดเอฟพีดี (GC-FPD) และชนิดไมโครอีซีดี (GC- μ ECD) ใช้สำหรับวิเคราะห์กลุ่มออร์กาโนคลอรีน (OCs) 21 ชนิด และกลุ่มสารสังเคราะห์ ไพรีทรอยด์ (SPs) 8 ชนิด เมื่อได้วิธีวิเคราะห์ที่ให้ประสิทธิภาพที่ดีแล้วจึงทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ตามข้อกำหนด ISO/IEC 17025 และเข้าร่วมทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการเพื่อทดสอบว่าห้องปฏิบัติการได้ใช้วิธีวิเคราะห์ที่สามารถตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารเคมีกำจัดแมลงได้อย่างถูกต้อง นอกจากนี้ เพื่อใช้เป็นวิธีมาตรฐานที่มีความน่าเชื่อถือและยอมรับในระดับสากลจึงขอรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025 งานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณสารกำจัดแมลงกลุ่มออร์กาโนคลอรีน (OCs) 21 ชนิด และกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ (SPs) 8 ชนิด และสารเคมีกำจัดแมลงกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส (OPs)

24 ชนิด (รวม 53 ชนิด) ในข้าวสารด้วยเทคนิคการสกัด QuEChERS และวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจวัดชนิดไมโครฮีตและเอฟพีดี (GC- μ ECD-FPD) ทำให้สามารถวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลง 53 ชนิดได้ในคราวเดียวและทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ตรวจวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงตกค้าง 53 ชนิดในข้าวสาร

วิธีการศึกษา

ขอบเขตการดำเนินงาน

เป็นการวิจัยเชิงทดลอง (experimental research) ระหว่างเดือนตุลาคม 2562 ถึงเดือนมีนาคม 2563 เป็นการพัฒนางานวิธีวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงจำนวน 53 ชนิดสาร ได้แก่ สารกำจัดแมลงกลุ่มออร์กาโนคลอรีน (OCs) 21 ชนิด และกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ (SPs) 8 ชนิด และสารเคมีกำจัดแมลงกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส (OPs) 24 ชนิด ในข้าวสาร โดยเทคนิคการสกัดแบบ QuEChERS และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-FPD- μ ECD และทดสอบประสิทธิภาพของวิธีตามหลักการทดสอบความใช้ได้ของ AOAC

วิธีการวิเคราะห์

สารเคมีและสารมาตรฐาน

สารเคมี: acetonitrile (เกรด HPLC) acetone (เกรด HPLC) ethyl acetate (เกรด AR) Magnesium sulfate anhydrous (MgSO_4) และ sodium acetate (NaOAc) เป็นผลิตภัณฑ์ Merck KGaA ประเทศเยอรมนี n-hexane (เกรด PR) และ glacial acetic acid (AR) เป็นผลิตภัณฑ์ RCI Labscan Limited ประเทศไอร์แลนด์ ของผสมประกอบด้วย MgSO_4 150 mg และ 50 mg Primary-secondary amine (PSA) Part No: 5982-5022 Dispersive SPE 2 mL, Fruits And Veg, AOAC เป็นผลิตภัณฑ์ของ Agilent Technologies ประเทศสหรัฐอเมริกา

สารมาตรฐาน: สารมาตรฐานทั้งหมดเป็นผลิตภัณฑ์จากประเทศเยอรมนี เป็นชนิดเดี่ยว (single standard)

กลุ่มออร์กาโนคลอรีน (organochlorine compounds) OCs จำนวน 21 สาร ได้แก่ aldrin, α -BHC, α -chlordane, chlorothalonil, γ -chlordane, oxy-chlordane, p,p'-DDE, p,p'-TDE, DDT-p,p', dicofol, dieldrin, endrin, α -endosulfan, β -endosulfan, endosulfan sulfate, heptachlor, heptachlor epoxide, hexachlorobenzene, lindane, methoxychlor และ tetradifon กลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ (synthetic pyrethroids) SPs จำนวน 8 ชนิด ได้แก่ bifenthrin, fepropathrin, cyfluthrin, cyhalothrin, permethrin, cypermethrin, fenvalerate และ deltamethrin กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส (organophosphorus compounds) OPs จำนวน 24 สาร ได้แก่ acephate, azinphos-methyl, chlorpyrifos, dichlorvos, diazinon, dicrotophos, dimethoate, EPN, ethion, fenitrothion, malathion, methamidophos, methidathion, mevinphos, monocrotophos, omethoate, parathion, parathion-methyl, phosalone, pirimiphos-methyl, profenofos, propargite, prothiophos, และ triazophos

เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง สำหรับชั่งตัวอย่าง ยี่ห้อ Sartorius ประเทศเยอรมัน เครื่องระเหยสารด้วยแก๊สไนโตรเจน ยี่ห้อ Organomation ประเทศสหรัฐอเมริกา เครื่องปั่นตกตะกอน ความเร็วรอบ 3,500 – 4,000 รอบต่อนาที (round per minute, rpm) ยี่ห้อ Hettich Zentrifugen ประเทศเยอรมัน เครื่องหมุนปั่นผสมสารละลาย (vortex mixer) ยี่ห้อ Scientific Industries ประเทศสหรัฐอเมริกา เครื่องปั่นตัวอย่าง ตู้แช่แข็ง -15 ถึง -22 °C ยี่ห้อ Electrolux ประเทศสวีเดน หลอดเซนติฟิวก์พลาสติก ขนาด 15 และ 50 mL

เครื่องมือตรวจวัดชนิดและปริมาณ

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ: GC- μ ECD Agilent Technologies 6890 ชนิด โดยใช้คอลัมน์แยกชนิด DB-5MS (30 m x 0.25 mm id, 0.25 μ m film thickness) เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ: GC-FPD Agilent Technologies 6890 โดยใช้คอลัมน์แยกชนิด DB-1701 (30 m

x 0.25 mm id, 0.25 μ m film thickness)

วิธีเตรียมสารละลายมาตรฐาน

เตรียมสารละลาย stock standard solution ของสารละลายผสมของสารมาตรฐานของ OCs จำนวน 21 ชนิด ความเข้มข้น $200 \mu\text{g mL}^{-1}$ ใน n-hexane เตรียมเป็น Intermediate ที่ความเข้มข้น $10 \mu\text{g mL}^{-1}$ เตรียมโดยปิเปต stock solution ของสารมาตรฐานแต่ละชนิดชนิดละ 2.50 mL ลงใน volumetric flask ขนาด 50 mL ปรับปริมาตรด้วย n-hexane intermediate ที่ความเข้มข้น $2 \mu\text{g mL}^{-1}$ โดยปิเปต intermediate ความเข้มข้น $10 \mu\text{g mL}^{-1}$ ปริมาตร 10.0 mL ลงใน volumetric flask ขนาด 50 mL ปรับปริมาตรด้วย n-hexane และเตรียม working mixed standard solution

เตรียม stock standard solution ของสารละลายผสมของสารมาตรฐานของ SPs จำนวน 8 ชนิด ความเข้มข้น $200 \mu\text{g mL}^{-1}$ ใน n-hexane เตรียมเป็น intermediate mixed standard solution สารละลายผสมของสารมาตรฐานทั้ง 8 ชนิด intermediate ความเข้มข้น $10 \mu\text{g mL}^{-1}$ ปิเปต stock solution สารมาตรฐาน แต่ละชนิดๆ ปริมาตร 2.50 mL ลงใน volumetric flask ขนาด 50 mL ปรับปริมาตรด้วย n-hexane และเตรียม working mixed standard solution

เตรียม stock standard solution ของสารละลายผสมของสารมาตรฐานของ OPs จำนวน 24 ชนิด ของสารมาตรฐานแต่ละชนิดความเข้มข้น $200 \mu\text{g mL}^{-1}$ ใน n-hexane เตรียมเป็น intermediate ที่ความเข้มข้น $10 \mu\text{g mL}^{-1}$ โดยปิเปต stock solution สารมาตรฐานแต่ละชนิดๆ ปริมาตร 2.50 mL ลงใน volumetric flask ขนาด 50 mL ปรับปริมาตรด้วย acetone และเตรียม working mixed standard solution

การเตรียมตัวอย่าง

นำตัวอย่างข้าวสาร 1 kg คลุกผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันและบดละเอียดด้วยเครื่องบดปั่นอาหาร ซึ่งตัวอย่าง 5 g เพื่อเป็นส่วนที่ไว้ใช้สำหรับการวิเคราะห์ และตัวอย่างส่วนที่เหลือเก็บโดยบรรจุในถุงปิดสนิทพร้อมทั้งจัดเก็บรักษา

ในตู้แช่แข็งที่อุณหภูมิต่ำกว่า -15°C หรือต่ำกว่า

วิธีการสกัดตัวอย่าง

ซึ่งตัวอย่างน้ำหนัก 5 g ลงในหลอดเซนต์ปีฟักพลาสติก ขนาด 50 mL เติมน้ำกลั่นปริมาตร 5 mL เขย่าอย่างแรง 1 นาที และวางทิ้งไว้ 30 นาที หลังจากนั้นเติมสารละลาย 1% acetic acid ใน acetonitrile ปริมาตร 10 mL เขย่าอย่างแรง เติมน้ำของแข็งผสมที่ประกอบด้วย magnesium sulfate anhydrous จำนวน 4 g และ sodium acetate จำนวน 2 g เขย่าอย่างแรงเป็นเวลา 1 นาที นำไปหมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 4000 rpm เป็นเวลา 5 นาที ปิเปตสารละลายส่วนใสที่ได้ปริมาตร 5 mL ใส่ในหลอดเซนต์ปีฟักพลาสติก ขนาด 15 mL แล้วทำให้บริสุทธิ์ด้วยตัวดูดซับของแบบกระจายด้วย dispersive SPE ที่ประกอบด้วย MgSO_4 150 mg และ 50 mg PSA นำไปหมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 4000 rpm เป็นเวลา 5 นาที แบ่งสารสกัดส่วนใสที่ได้ 2 mL ใส่ใน amber vial ระเหยลดปริมาตรจนเกือบแห้งด้วยเครื่องระเหยสารด้วยแก๊สไนโตรเจน ปรับปริมาตรด้วยสารละลายผสม n-hexane:ethyl acetate (3:1) จนครบ 2 mL ดูดสารละลายที่ได้ใส่ใน Vial สีชา ขนาด 2 mL และวิเคราะห์ด้วย GC- μ ECD- FPD ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม

การคำนวณ

ปริมาณสารที่ตรวจพบ (mg/kg) = ปริมาณสารที่ตรวจพบในตัวอย่างที่อ่านจากกราฟ ($\mu\text{g mL}^{-1}$) $\div$ ความเข้มข้นสุดท้ายในตัวอย่าง (g mL^{-1})

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์

ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเครื่อง GC-FPD สำหรับวิเคราะห์กลุ่ม OPs 24 ชนิด สำหรับเครื่อง GC- μ ECD ใช้วิเคราะห์กลุ่ม OCs 21 ชนิดและ SPs 8 ชนิด เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพที่ดีที่สุดสำหรับวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงทั้ง 53 ชนิด และการศึกษาวิธีการสกัดด้วยวิธี QuEChERS โดยใช้ dispersive-SPE ในการกำจัดตัวรบกวนให้ได้วิธีที่ให้ค่าความแม่นยำ (accuracy) และความเที่ยง (precision) อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ตามเกณฑ์ของ AOAC ⁽⁶⁾

การวิเคราะห์ Matrix blank

สกัดตัวอย่างตามวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นจำนวน 10 ซ้ำ โดยใช้ตัวอย่างข้าวสารที่ไม่มีการตกค้างของสารที่สนใจวิเคราะห์และตรวจวิเคราะห์ด้วย GC- μ ECD-FPD เพื่อยืนยันว่าไม่มี peak ที่รบกวนตรงกับตำแหน่งของสารมาตรฐาน

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

การทดสอบความเป็นเส้นตรงและช่วงการวิเคราะห์ (linearity and working range)

สารมาตรฐานกลุ่ม OCs เตรียมที่ความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.25 และ 1.00 $\mu\text{g mL}^{-1}$ และสารมาตรฐานกลุ่ม SPs เตรียมที่ความเข้มข้น 0.05, 0.20, 0.80 และ 2.00 $\mu\text{g mL}^{-1}$ นำสารละลายวิเคราะห์ด้วย GC- μ ECD สารมาตรฐานกลุ่ม OPs เตรียมที่ความเข้มข้น 0.05, 0.20, 0.80 และ 2.00 $\mu\text{g mL}^{-1}$ ใน matrix blank นำสารละลายวิเคราะห์ด้วย GC-FPD โดยวิเคราะห์ระดับละ 5 ซ้ำ สร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่ใต้พีค คำนวณค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (coefficient of determination, R^2)

การหาขีดจำกัดของการตรวจพบ (Limit of detection, LOD)

ทดสอบโดยการเติมสารมาตรฐานกลุ่ม OCs, OPs และ SPs ลงใน matrix blank แล้ววิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC- μ ECD-FPD แล้วตรวจสอบค่า signal-to-noise (S/N) ของสารแต่ละชนิด จากนั้นยืนยันค่า LOD โดยเติมสารมาตรฐานลงในตัวอย่างข้าวสารผ่านกระบวนการสกัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC- μ ECD-FPD จำนวน 10 ซ้ำ คำนวณค่า S/N โดยค่า LOD มี S/N มากกว่า 3

การหาขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ)

ทดสอบโดยการเติมสารมาตรฐานกลุ่ม OCs, OPs และ SPs โดยใช้ข้อมูลค่าความแม่นยำและความเที่ยงของการวิเคราะห์ ที่ระดับความเข้มข้น 0.10 mg kg^{-1} ในตัวอย่างข้าวสาร แล้ววิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC- μ ECD-FPD จำนวน 10 ซ้ำ และคำนวณ %recovery, %RSD และ Horwitz ratio (HORRAT) ซึ่งค่า recovery ที่ยอมรับ

ได้อยู่ระหว่าง 80–110%⁽⁶⁾ และมีค่า HORRAT ≤ 2

ความแม่นยำและความเที่ยง

ทดสอบความแม่นยำและความเที่ยงโดยเติมสารมาตรฐานกลุ่ม OCs, OPs และ SPs ในตัวอย่างข้าวสารที่ 3 ระดับความเข้มข้น คือ 0.25, 1.00 และ 4.00 mg kg^{-1} วิเคราะห์ระดับละ 10 ซ้ำ คำนวณเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานแล้วคำนวณ %recovery, %RSD และ HORRAT ความแม่นยำกำหนดเกณฑ์ยอมรับโดย recovery อยู่ในช่วง 80–110% ความเที่ยงเกณฑ์การยอมรับโดยใช้ HORRAT (Horwitz ratio) ซึ่ง Codex และ EU กำหนดไว้ที่ ≤ 2 ซึ่ง HORRAT (Horwitz ratio) คำนวณจาก

$$\text{HORRAT} = \frac{\text{Experimental RSD}_r}{\text{Predicted RSD}_r}$$

การประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัด

การประเมินค่าโดยคำนึงถึงแหล่งของความไม่แน่นอนจากทุกแหล่ง⁽⁷⁾ ได้แก่ น้ำหนัก ปริมาตร กราฟมาตรฐาน ความเที่ยง และความแม่นยำ และใช้ในการคำนวณค่าความไม่แน่นอนขยายที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ($k = 2$) เพื่อประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวิเคราะห์ตามวิธีทดสอบ

ผลการศึกษา

สภาวะที่เหมาะสมของการวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลง 53 ชนิด ด้วยเครื่อง GC- μ ECD-FPD

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟสำหรับ OCs และ SPs: GC- μ ECD Agilent Technologies 6890 คอลัมน์แยกชนิด DB-5MS (ความยาว 30 m เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 mm ความหนาของฟิล์ม 0.25 μm) ปริมาตรการฉีด 1 μL ตัวตรวจวัดชนิด μ ECD อุณหภูมิ 300 $^{\circ}\text{C}$ อัตราการไหลของแก๊สฮีเลียม (carrier gas) 1.5 mL min^{-1} แก๊สไนโตรเจน (make up) 60 mL min^{-1} ตั้งอุณหภูมิส่วนฉีดตัวอย่าง 250 $^{\circ}\text{C}$ ในระบบ Splitless ตั้งอุณหภูมิการแยกสารคอลัมน์ (Oven ramp) ตั้งอุณหภูมิเริ่มต้น 80 $^{\circ}\text{C}$ อุณหภูมิสุดท้าย คงไว้ 1 นาที อุณหภูมิ

เริ่มต้น 80 °C ถึงอุณหภูมิสุดท้าย 170 °C อัตราการเพิ่ม 25 °C min⁻¹ อุณหภูมิเริ่มต้น 170 °C ถึงอุณหภูมิสุดท้าย 185 °C อัตราการเพิ่ม 2 °C min⁻¹ คงไว้ 4 นาที อุณหภูมิเริ่มต้น 185 °C ถึงอุณหภูมิสุดท้าย 210 °C อัตราการเพิ่ม 3 °C min⁻¹ อุณหภูมิเริ่มต้น 210 °C ถึงอุณหภูมิสุดท้าย 265 °C อัตราการเพิ่ม 25 °C min⁻¹ คงไว้ 20 นาที

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟสำหรับ OPs: GC-FPD Agilent Technologies 6890 คอลัมน์แยกชนิด DB-1701 (ความยาว 30 m เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 mm ความหนาของฟิล์ม 0.25 µm) ปริมาตรการฉีด 2 µL ตัวตรวจวัดชนิด FPD อุณหภูมิ 220 °C อัตราการไหลของแก๊สฮีเลียม (carrier gas) 1.5 mL min⁻¹ แก๊สไฮโดรเจน 60 mL min⁻¹ air 60 mL min⁻¹ แก๊สไนโตรเจน (make up) 60 mL min⁻¹ ตั้งอุณหภูมิส่วนฉีดตัวอย่าง 250 °C ในระบบ Splitless ตั้งอุณหภูมิการแยกสาร คอลัมน์ (Oven ramp) ดังนี้

- อุณหภูมิเริ่มต้น 80 °C อุณหภูมิสุดท้าย คงไว้ 1 นาที
- อุณหภูมิเริ่มต้น 80 °C ถึงอุณหภูมิสุดท้าย 170 °C

อัตราการเพิ่ม 25 °C min⁻¹

- อุณหภูมิเริ่มต้น 170 °C ถึงอุณหภูมิสุดท้าย 185 °C อัตราการเพิ่ม 2 °C min⁻¹ คงไว้ 4 นาที
- อุณหภูมิเริ่มต้น 185 °C ถึงอุณหภูมิสุดท้าย 210 °C อัตราการเพิ่ม 3 °C min⁻¹
- อุณหภูมิเริ่มต้น 210 °C ถึงอุณหภูมิสุดท้าย 265 °C อัตราการเพิ่ม 25 °C min⁻¹ คงไว้ 20 นาที

ผลศึกษาการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสาร

ผลการทดสอบ retention time ของสารกลุ่ม OCs, OPS และ SPs (ตารางที่ 1-3) วิเคราะห์ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม พบว่า สารทุกชนิดมีค่า Retention time ที่ไม่ซ้อนทับกันแยกออกจากกันได้ดี (ภาพที่ 1) จึงแสดงให้เห็นว่าวิธีวิเคราะห์มีความจำเพาะเจาะจงกับสารเคมีกำจัดแมลง 53 ชนิด

ความเป็นเส้นตรงและช่วงการวิเคราะห์ (linearity range and working range)

ผลการทดสอบความเป็นเส้นตรงของสารกลุ่ม OCs 21 ชนิด พบว่า วิธีการวิเคราะห์ให้ความเป็นเส้นตรงและช่วงการวิเคราะห์ระหว่าง 0.01 ถึง 1.0 µg mL⁻¹ สำหรับสารกลุ่ม SPs 8 ชนิด และกลุ่ม OPs 24 ชนิด ได้ช่วงการ

ตารางที่ 1 ค่า retention time ของสารกลุ่ม OCs จำนวน 21 ชนิด

ลำดับ	ชื่อสาร	ค่าประมาณของ retention time (min)	ลำดับ	ชื่อสาร	ค่าประมาณของ retention time (min)
1	Alpha-BHC	9.62	12	Oxy-chlordane	18.96
2	hexachlorobenzene	9.75	13	Heptachlor	19.18
3	Lindane	10.77	14	Gamma-Chlordane	20.53
4	Chlorothalonil	11.39	15	Alpha-endosulfan	21.36
5	Heptachlor epoxide	14.04	16	Alpha-Chlordane	21.97
6	Aldrin	16.21	17	p,p'-DDE	22.53
7	Dicofol	17.30	18	Dieldrin	23.22
8	Endrin*	24.47, 25.64, 27.33	19	p,p'-DDT	26.51
9	Beta-endosulfan	25.07	20	Methoxychlor	27.79
10	p,p'-TDE	26.49	21	Tetradifon	28.24
11	Endosulfan Sulfate	26.31			

วิธีตรวจวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงตกค้าง 53 ชนิดในข้าวสาร

ตารางที่ 2 ค่า retention time ของสารกลุ่ม OPs จำนวน 24 ชนิด

ลำดับ	ชื่อสาร	ค่าประมาณของ retention time (min)	ลำดับ	ชื่อสาร	ค่าประมาณของ retention time (min)
1	Dichlorvos	5.71	13	Methidathion	26.08
2	Methamidophos	6.60	14	Profenophos	26.13
3	Mevinphos*	7.77, 7.97	15	Ethion	27.45
4	Acephate	9.91	16	Triazophos	28.63
5	Omethoate	13.25	17	Dimethoate	17.44
6	Diazinon	13.36	18	Pirimiphos-methyl	19.2
7	Dicrotophos	13.93	19	Chlorpyrifos	20.29
8	Monocrotophos	17.1	20	Parathion-methyl	20.58
9	Malathion	21.91	21	Propargite	28.92
10	Fenitrothion	22.08	22	EPN	30.32
11	Parathion	23.34	23	Prosalone	31.97
12	Prothionphos	25.47	24	Azinphos-methyl	32.27

ตารางที่ 3 ค่า retention time ของสารกลุ่ม SPs จำนวน 8 ชนิด

ลำดับ	ชื่อสาร	ค่าประมาณของ retention time (min)
1	Bifenthrin	27.72
2	Fenpropathrin	27.91
3	Cyhalothrin	29.04
4	Permethrin*	30.02, 30.53
5	Cyfluthrin*	31.37, 31.59, 31.72, 31.82
6	Cypermethrin*	32.08, 32.23, 32.34, 32.46
7	Fenvalerate*	34.44, 35.13
8	Deltamethrin	37.09

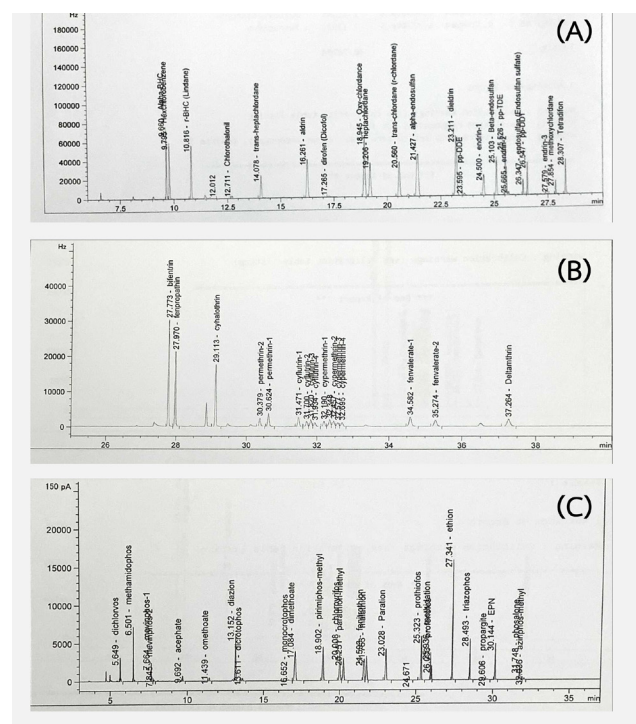
* คือ สารที่มีหลายไอโซเมอร์จึงมี retention time มากกว่า 1 ค่า

วิเคราะห์ระหว่าง 0.05 ถึง 2.0 $\mu\text{g mL}^{-1}$ ซึ่งสารทั้ง 53 ชนิด ได้ค่า R^2 ระหว่าง 0.9929 ถึง 0.9985 มีความเป็นเส้นตรงผ่านเกณฑ์ยอมรับ คือ มากกว่า 0.9900

ความแม่นยำและความเที่ยง (Accuracy and Precision) ของวิธี

ผลการวิเคราะห์สารกลุ่ม OCs 21 ชนิด กลุ่ม SPs 8 ชนิด และ OPs 24 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.25, 1.00

ภาพที่ 1 โครมาโทแกรมของสารกำจัดแมลงของสารมาตรฐาน 53 ชนิดสาร ได้แก่ (A) สารกลุ่ม OCs 21 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.25 $\mu\text{g mL}^{-1}$ (B) สารกลุ่ม SPs 8 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.20 $\mu\text{g mL}^{-1}$ (C) สารกลุ่ม OPs 24 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.20 $\mu\text{g mL}^{-1}$



และ 4.00 mg/kg ในตัวอย่างข้าว วิเคราะห์ระดับละ 10 ซ้ำ (n=10) (repeatability) แสดงความแม่นยำ (%recovery) อยู่ระหว่าง 83 ถึง 109 และมีค่าความเที่ยงแสดงด้วยค่า HORRAT เท่ากับ 1.10 - 1.80 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ (เกณฑ์ยอมรับ recovery: 80-110%, HORRAT ≤ 2 (AOAC))

ผลการทดสอบขีดจำกัดของการตรวจพบ (LOD) และขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ (LOQ)

ค่า LOD และ LOQ ของกลุ่ม OCs, OPs และ SPs ผลการยืนยันค่า LOD ที่ระดับความเข้มข้น 0.03 mg/kg ของกลุ่ม OCs และ 0.05 mg/kg ของกลุ่ม OPs และกลุ่ม SPs โดยวิเคราะห์ที่ระดับ LOD จำนวน 8 ซ้ำ ตรวจพบทุกสารโดยให้ค่าสัญญาณ S/N สูงกว่า 3 เท่า และวิเคราะห์ที่ระดับ LOQ 0.10 mg/kg ของกลุ่ม OCs, OPs และ SPs ได้ค่า %recovery 87- 103 และ HORRAT 0.12 - 1.26

ผลการประมาณค่าความแน่นอนของการวัด

จากการประมาณค่าความแน่นอนของการวิเคราะห์ตามวิธีที่ได้ทดสอบ โดยการวิเคราะห์สารคลอร์ไพริฟอส ในตัวอย่างข้าวสารเป็นตัวแทน เนื่องจากเป็นสารคลอร์ไพริฟอสมีการควบคุมการใช้ในข้าวสารตามประกาศมาตรฐานสินค้าเกษตร มกษ. 9002-2559 สารพิษตกค้าง: ปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด จากพิจารณาแหล่งที่มาของความไม่แน่นอนของการวัด ได้แก่ ค่าเบี่ยงเบนจากค่าจริง การชั่งน้ำหนักตัวอย่าง เครื่องแก้ววัดปริมาตรที่ใช้ ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้จากกราฟมาตรฐาน จากการเตรียมสารมาตรฐาน และความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ คำนวณความไม่แน่นอนของคลอร์ไพริฟอส พบว่า มีค่า 0.989 ± 0.082 mg/kg

วิจารณ์

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์และการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงได้ 53 ชนิดในข้าวสาร ประกอบด้วยสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน (OCs) 21 ชนิด กลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ (SPs) 8 ชนิด และกลุ่ม

ออร์กาโนฟอสฟอรัส (OPs) 24 ชนิด ด้วยวิธี GC- μ ECD-FPD ในขั้นตอนการหาสถานะที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์สารกำจัดแมลง 53 ชนิด มีความจำเป็น เนื่องจากทำให้ได้สถานะที่เหมาะสมต่อการวิเคราะห์สารหลายชนิดพร้อมกัน โดยให้ค่าการแยกและความไววิเคราะห์ที่ดี การเตรียมตัวอย่างโดยใช้วิธี QuEChERS สำหรับตัวอย่างข้าวสารที่เป็นกลุ่มตัวอย่างของแห้งที่มีความชื้นต่ำ ซึ่งมีผลจากตัวรบกวนจากแป้ง โปรตีนและไขมัน และสารที่สนใจวิเคราะห์มีระดับความเข้มข้นต่ำ ดังนั้น ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างจึงจำเป็น โดยใช้ dispersive SPE เพื่อกำจัดตัวรบกวนและช่วยยืดอายุการใช้งานคอลัมน์ จากการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์มีความแม่นยำแสดงด้วยค่า %recovery อยู่ในช่วง 83 ถึง 109 และความเที่ยงแสดงด้วยค่า HORRAT เท่ากับ 1.10 - 1.80 ผ่านการทดสอบทุกพารามิเตอร์ตามเกณฑ์ที่ยอมรับ คือ %recovery 80-110 และ HORRAT น้อยกว่า 2 วิธีนี้มี LOD สามารถตรวจวัดสารเคมีกำจัดแมลง OCs 21 ชนิด มีค่าเท่ากับ 0.03 mg/kg และ OPs 24 ชนิด และ SPs 8 ชนิด มีค่าเท่ากับ 0.05 mg/kg มีความเป็นเส้นตรงกลุ่ม OCs 0.01-1.00, กลุ่ม OPs และ SPs 0.05 -2.0 μ g/mL ($R^2 > 0.9900$)

จากงานวิจัยของธรรณิศวรรค์และวีรวุฒิ⁽¹⁰⁾ ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้างจำนวน 122 ชนิด ในข้าวและถั่วเหลือง โดย GC-MS/MS โดยใช้วิธี QuEChERS พบว่า ให้ค่า LOD เท่ากับ 0.02 mg/kg ซึ่งมีค่าต่ำกว่า LOD ของวิธีที่พัฒนาขึ้น อย่างไรก็ตามวิธีที่พัฒนาขึ้นโดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ GC- μ ECD-FPD มีค่า LOD ที่ต่ำกว่าค่า MRL ในข้าวสารตามประกาศของกระทรวงสาธารณสุข เลขที่ 387 พ.ศ. 2560 เรื่องอาหารที่มีสารพิษตกค้าง และได้เข้าร่วมโครงการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการการวิเคราะห์สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชในข้าว พบว่า ผลการประเมินอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ ในปี 2563 และได้รับการรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2017 จากสำนักมาตรฐานห้องปฏิบัติการ กรม-

วิทยาศาสตร์การแพทย์ แสดงให้เห็นว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้มีความเหมาะสมในการวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลง 53 ชนิด ด้วยเทคนิค GC- μ ECD-FPD

จากการประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัดเปรียบเทียบสัดส่วนความไม่แน่นอนของการวัดจากแหล่งความไม่แน่นอน ที่มีผลต่อปริมาณสารจากมากไปน้อย ได้แก่ ความเบี่ยงเบนจากค่าจริง สารมาตรฐาน ปริมาณการเตรียมสารมาตรฐาน กราฟมาตรฐาน และความเที่ยงตามลำดับ ซึ่งวิธีนี้มีค่าความไม่แน่นอนของการวัดที่มีผลต่อปริมาณสารคิดเป็นร้อยละของค่าความไม่แน่นอนขยายมีค่า ± 8.29 และเมื่อพิจารณาความเหมาะสมของค่าความไม่แน่นอนของการวัด โดยใช้เกณฑ์จากการคำนวณ 2 เท่าของค่า predicted Horwitz's RSD ได้ค่าที่เหมาะสมไม่เกิน $\pm 3.2\%$ ⁽⁸⁾ ดังนั้น ค่าความไม่แน่นอนของวิธีวิเคราะห์มีค่าที่เหมาะสม

เพื่อการคุ้มครองผู้บริโภคจึงได้เก็บข้าวสาร 45 ตัวอย่าง ที่จำหน่ายในจังหวัดอุบลราชธานี วิเคราะห์หาชนิดและปริมาณสารเคมีกำจัดแมลงตกค้าง ระหว่างเดือนกุมภาพันธ์ ถึงเมษายน 2563 ทุกตัวอย่างผ่านเกณฑ์ตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข เลขที่ 387 พ.ศ. 2560 เรื่องอาหารที่มีสารพิษตกค้าง ดังนั้น ข้าวสารที่ผลิตในจังหวัดอุบลราชธานีซึ่งเป็นจังหวัดที่มีพื้นที่เพาะปลูกข้าวสารเป็นอันดับหนึ่งของประเทศไทย⁽¹¹⁾ แสดงให้เห็นว่าเป็นข้าวสารมีคุณภาพและได้มาตรฐานมีความปลอดภัยต่อผู้บริโภคซึ่งสอดคล้องกับรายงานสรุปผลการดำเนินงานโครงการบูรณาการด้านอาหาร (Food Safety) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2560 โครงการการศึกษาคุณภาพและความปลอดภัยข้าวสารของประเทศไทยในตัวอย่างข้าวแบบบรรจุถุงและแบบตักขายไม่พบการปริมาณการตกค้างสารกำจัดศัตรูพืช⁽¹²⁾

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ ดร.กมล ฝอยหิรัญ ผู้อำนวยการศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 10 อุบลราชธานี ผู้บริหารที่ให้โอกาสในการทำงานด้านการพัฒนาศักยภาพของห้อง-

ปฏิบัติการของการตรวจวิเคราะห์สารเคมีกำจัดแมลงเจ้าหน้าที่ฝ่ายเคมี สารเคมีป้องกันศัตรูพืช สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร ซึ่งเป็นบุคลากรที่มีความเชี่ยวชาญ ที่ให้คำปรึกษา และข้อเสนอแนะทางวิชาการเจ้าหน้าที่ของกลุ่มงานอาหาร ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 10 อุบลราชธานี ทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

1. สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. ข้าวนาปี: ร้อยละและปริมาณผลผลิตจากการเก็บเกี่ยวรายเดือนเป็นรายภาค และรายจังหวัด ปีเพาะปลูก 2565/61. 2566 [อินเทอร์เน็ต]. [สืบค้นเมื่อ 30 พ.ย. 2566]. แหล่งข้อมูล: <https://www.oae.go.th/assets/portals/1/fileups/prcaidata/files/percent%20rice%20product%2065.pdf>
2. สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. พันธุ์ข้าวนาปี: เนื้อที่เพาะปลูกผลผลิตและผลผลิตต่อไร่รายจังหวัด ปีเพาะปลูก 2565/65 [อินเทอร์เน็ต]. [สืบค้นเมื่อ 30 พ.ย. 2566]. แหล่งข้อมูล: [https://www.oae.go.th/assets/portals/1/fileups/prcaidata/files/major%20rice%2065\(1\).pdf](https://www.oae.go.th/assets/portals/1/fileups/prcaidata/files/major%20rice%2065(1).pdf)
3. ดารารัตน์ มณีจันทร์, รัตนวรรณ จันทร์ศศิธร, ผกามาตวงศ์เตย์, รัตติกาล อินทมา, ภัทรศยา สายยี่ด, นฤมล เสือแดง, และคณะ. การวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผลผลิตข้าวและสำรวจการใช้สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูข้าวของเกษตรกรจังหวัดสุพรรณบุรีและกาญจนบุรี. วารสารวิชาการข้าว 2564; 12(2):107-16.
4. ผกามาตวงศ์เตย์, ดารารัตน์ มณีจันทร์, รัตนวรรณ จันทร์ศศิธร, ชัยรัตน์ จันทร์หนู, กฤษณ์กมล เปาทอง, พยอมโคเบลล์. การตกค้างของสารเคมีป้องกันกำจัดแมลงศัตรูและโรคข้าวในผลผลิตข้าวจากพื้นที่ปลูกข้าวภาคกลาง ประเทศไทย. วารสารแก่นเกษตร 2566; 51(6):1098-112.
5. พระราชบัญญัติอาหาร พ.ศ. 2522 ประกาศของกระทรวงสาธารณสุข เลขที่ 387 พ.ศ. 2560 เรื่อง อาหารที่มีสารพิษตกค้าง. ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 134 ตอนพิเศษ 228 ง (ลงวันที่ 18 กันยายน 2560).

6. สำนักงานมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ. มาตรฐานสินค้าเกษตร มกษ 9002-2559 สารพิษตกค้าง: ปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด. ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 199, ตอนพิเศษ 228 ง (วันที่ 13 ธันวาคม 2559).
7. Official Method of Analysis of AOAC International 21st ed, Rockville, Maryland: AOAC International. AOAC Official Method 2007.01 Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate [Internet]. 2019. [cited 2023 Nov 30]. Available from: https://nucleus.iaea.org/sites/fcris/Shared%20Documents/SOP/AOAC_2007_01.pdf
8. AOAC guideline for single laboratory validation of chemical method for dietary supplements and botanicals [Internet]. 2002. [cited 2022 Nov 20]. Available from: https://s27415.pcdn.co/wp-content/uploads/2020/01/64ER20-7/Validation_Methods/d-AOAC_Guidelines_For_Single_Laboratory_Validation_Dietary_Supplements_and_Botanicals.pdf
9. สุวรรณ จารุณช, ทิพวรรณ นิ่งน้อย, นวพร อนันตสินกุล, สมชัย พันธุ์อนุกุล, วันทนีย์ ขำเลิศ, อรพิน ทนันทิต, และคณะ. แนวปฏิบัติการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดทางเคมี. กรุงเทพมหานคร: วิพลัสกรุ๊ป (ไทยแลนด์); 2550.
10. ธรณิศวรร ไซยมงคล, วีรวุฒิ วิทยานันท์. การพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้างในธัญพืชและถั่วเมล็ด โดย GC-MS/MS. วารสารกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ 2564;63(3);571-94.
11. สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. ชนิดข้าวนาปี: เนื้อที่เพาะปลูก ผลผลิต และผลผลิตต่อไร่ รายจังหวัด ปีเพาะปลูก 2563/64. 2563 [อินเทอร์เน็ต]. [สืบค้นเมื่อ 28 ก.ย. 2563]. แหล่งข้อมูล: <https://www.oae.go.th/assets/portals/1/fileups/prcaidata/files/ร้อยละเนื้อที่เพาะปลูก%252063.pdf>
12. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข. รายงานสรุปผลการดำเนินงานโครงการบูรณาการ อาหารปลอดภัย (Food Safety) ประจำปีงบประมาณ 2560. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร: สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร; 2561.

Analytical Method for 53 Insecticide Residues in Rice Samples

Charinrat Siritham, Ph.D.*; Patcharabhorn Kiatnitiprawat, M.P.H.*; Atichart Silawanich, M.Sc.**;
Arunee Siripee, B.Sc.*

* Regional Medical Sciences Center 10 Ubon ratchathani, Department of Medical Sciences; ** Regional
Medical Sciences Center 1 Chiang Mai, Department of Medical Sciences, Thailand
Journal of Health Science of Thailand 2025;34(2):365-75.

Corresponding author: Charinrat Siritham, Email: charinrat.s@dmsc.mail.go.th

Abstract: Rice is one of the major agricultural exports of Thailand. In the year 2017–2022 the average total rice produced was 25.6 million tons in the year. There are important parameters that determine the quality of rice. One important factor is the setting of the maximum contamination limit of insecticide in rice. Thus, reliable analysis method is required for insecticide residual determination in rice. The objective of this study was to develop and validate of analytical method for the determination 53 insecticide residues in rice using Gas chromatography coupled with μ ECD and FPD detector. This method was needed in order to fulfill the ISO/IEC 17025:2017 requirement. The method was developed during October 2019 and February 2020 for 53 insecticide residues in rice including organochlorine, organophosphorus and synthetic pyrethroids. The QuEChERS method as a dispersive solid phase extraction method was used in the extraction step before analysis with the GC– μ ECD–FPD. The method showed linearity in the range of 10–100 ng/mL for OCs and 50–200 ng/mL for OPs and SPs, respectively ($R^2 > 0.9900$). The limit of detection for OCs was 0.03 mg/kg and 0.05 mg/kg for OPs and SPs; and the limit of quantitation was 0.10 mg/kg for all three groups of insecticides. The accuracy (%recovery) showed in the range from 83 to 109 and with precision as Horwitz ratio (HORRAT) in the acceptable range. Therefore, the developed method for detection of 53 insecticide residues was very accurate, precise, reliable and was as per the accreditation by ISO/IEC 17025:2017. The developed and validated method was applied for testing rice samples at Regional Medical Science Center 10, Ubon Ratchathani.

Keywords: validation method; insecticide; rice; Gas chromatography– μ ECD; Gas chromatography–FPD