

บทที่ 4
ผลการวิจัย



4.1 สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจวัดชนิดเฟลมไอออไนเซชัน ในการวิเคราะห์สารกลุ่มคาร์บาเมต

การหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ รุ่น Trace GC 2000 ของบริษัท Thermo finnigan ชนิดคอลัมน์ DB-5 ของบริษัท Vertical ความยาวคอลัมน์ 30 เมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร ความหนา 0.25 ไมครอน เพื่อใช้ในการวิเคราะห์สารกลุ่มคาร์บาเมต ผู้วิจัยได้ศึกษาพารามิเตอร์ต่างๆ ดังนี้

4.1.1 การศึกษาอุณหภูมิของคอลัมน์ที่เหมาะสมในการแยกสารกลุ่มคาร์บาเมต โดยฉีดสารละลายมาตรฐานผสมของเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต แต่ละชนิดมีความเข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร และสารมาตรฐานภายในเทอร์เชียรีบิวทานอลเข้มข้น 2.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่ผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน เข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่ตั้งอุณหภูมิของส่วนฉีดสาร 150 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิของตัวตรวจวัดชนิดเฟลมไอออไนเซชัน 250 องศาเซลเซียส พบว่าอุณหภูมิของคอลัมน์ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ถึง 100 องศาเซลเซียส และอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 8 องศาเซลเซียสต่อนาที สามารถแยกสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต รวมทั้งสารมาตรฐานภายในได้อย่างมีประสิทธิภาพ ดังแสดงผลในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลของอุณหภูมิคอลัมน์ต่อการแยกสารกลุ่มคาร์บาเมตและสารมาตรฐานภายใน

สาร	เวลาการคงอยู่ (นาที)			
	50-100°C	50-150°C	50-200°C	50-220°C
เมธิลคาร์บาเมต	6.11	3.85	3.87	3.90
เทอร์เชียรีบิวทานอล	6.41	4.03	4.05	4.10
เอธิลคาร์บาเมต	8.36	4.77	4.78	4.81

4.1.2 การศึกษาอัตราส่วนของ split/splitless โดยฉีดสารละลายมาตรฐานผสมของเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต แต่ละชนิดมีความเข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร และสารมาตรฐานภายในเทอร์เชียรีบิวทานอลเข้มข้น 2.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่ผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน เข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟฟีที่ตั้งอุณหภูมิของส่วนฉีดสาร 150 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิของตัวตรวจวัดชนิด เฟลมไอออไนเซชัน 250 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิของคอลัมน์ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ถึง 100 องศาเซลเซียส และอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 8 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าอัตราส่วนของ split ratio ที่อัตราส่วน 30:1 สามารถให้สัญญาณของสารมาตรฐานเมธิลคาร์บาเมต เอธิลคาร์บาเมต และสารมาตรฐานภายในได้สูงที่สุด ดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลของอัตราส่วน split/splitless ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟฟีที่มีต่ออัตราส่วนพื้นที่ได้พีค

สาร	อัตราส่วนพื้นที่ได้พีค		
	10:1	30:1	60:1
เมธิลคาร์บาเมต	0.03	1.86	1.56
เอธิลคาร์บาเมต	3.37	3.50	3.09

4.1.3 การศึกษาอัตราการไหล (flow rate) ของแก๊สพา โดยฉีดสารละลายมาตรฐานผสมของเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต แต่ละชนิดมีความเข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร และสารมาตรฐานภายในเทอร์เชียรีบิวทานอลเข้มข้น 2.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่ผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน เข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟฟีที่ตั้งอุณหภูมิของส่วนฉีดสาร 150 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิของตัวตรวจวัดชนิดเฟลมไอออไนเซชัน 250 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิของคอลัมน์ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ถึง 100 องศาเซลเซียส และอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 8 องศาเซลเซียสต่อนาที พบว่าแก๊สพาที่อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที สามารถแยกสารมาตรฐานเมธิลคาร์บาเมต เอธิลคาร์บาเมต และสารมาตรฐานภายในได้ประสิทธิภาพดีที่สุด ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลของอัตราการไหลของแก๊สพาที่มีต่อเวลาการคงอยู่ของสารมาตรฐานคาร์บาเมต และสารมาตรฐานภายใน

สารประกอบ	เวลาการคงอยู่ (นาที)			
	เมื่อใช้อัตราการไหลของแก๊สพาต่างกัน (มิลลิลิตร/นาที)			
	1.0	1.5	2.0	2.5
เมธิลคาร์บาเมต	6.11	4.73	3.84	3.27
เทอร์เชียรีบิวทานอล	6.41	4.95	4.05	3.46
เอธิลคาร์บาเมต	8.36	7.10	6.20	5.48

จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์สารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต สามารถสรุปสภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจวัดแบบเฟลมไอออไนเซชันได้ดัง ตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 สภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟที่มีตัวตรวจวัดแบบเฟลมไอออไนเซชัน

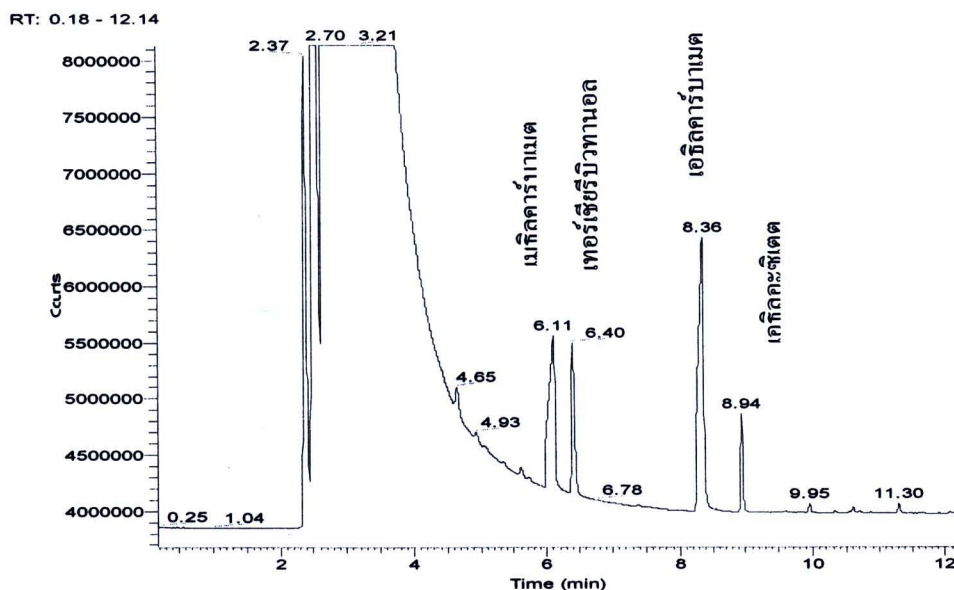
พารามิเตอร์	สภาวะการทดลอง
อุณหภูมิของคอลัมน์	50-100 °C (rate 8 °C/min)
อุณหภูมิตัวตรวจวัด	250 °C
ระบบการฉีดสารตัวอย่าง	split mode: split ratio 30:1
อุณหภูมิระบบฉีดสาร	150 °C
ปริมาตรการฉีด	1.0 µL
ชนิดของแก๊สพา	แก๊สฮีเลียม
ชนิดของแก๊สเติมเต็ม (make up gas)	แก๊สไนโตรเจน
อัตราการไหลของแก๊สพา	1 mL/min

จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ เมื่อทำการฉีดสารมาตรฐานผสมของเมธิลคาร์บาเมต เอธิลคาร์บาเมต และสารมาตรฐานภายในเทอร์เชียรีบิวทานอลเข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟในสภาวะที่เหมาะสมดังตารางที่ 4.4 เพื่อศึกษาเวลาการคงอยู่ (retention time) ของสารกลุ่มคาร์บาเมต พบว่าสภาวะดังกล่าวสามารถแยกสารกลุ่มคาร์บาเมต และสารมาตรฐานภายใน ใช้เวลาในการวิเคราะห์ 12.25 นาที โดยเวลาในการคงอยู่ของสารมาตรฐานแต่ละชนิดแสดงดังตารางที่ 4.5

เนื่องจากระหว่างขั้นตอนการทดลองมีการเติมสารละลายเอธิลอะซิเตตลงไปจำนวนเล็กน้อย เพื่อรักษาเสถียรภาพของตัวทำละลาย (Ma et al., 1995) จึงมีผลให้โครมาโทแกรมที่ได้จากเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟแสดงเวลาการคงอยู่ของสารละลายเอธิลอะซิเตตที่เวลา 8.94 นาที แต่ที่เวลาดังกล่าวไม่มีผลต่อการศึกษาปริมาณสารกลุ่มคาร์บาเมตแต่อย่างใด เมื่อพิจารณาจากโครมาโทแกรมของการฉีดสารมาตรฐานผสมคาร์บาเมตและสารมาตรฐานภายในที่อุณหภูมิคอลัมน์ 50 - 100 องศาเซลเซียส และอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 8 องศาเซลเซียสต่อนาที พบการแยกของโครมาโทแกรมแสดงดังภาพที่ 4.1

ตารางที่ 4.5 เวลาการคงอยู่ของสารกลุ่มคาร์บาเมตและสารมาตรฐานภายใน

เวลาการคงอยู่ของสารในคอลัมน์	
สาร	(นาที)
เมธิลคาร์บาเมต	6.11
เทอร์เชียรีบิวทานอล	6.41
เอธิลคาร์บาเมต	8.36
เอธิลอะซิเตต	8.94

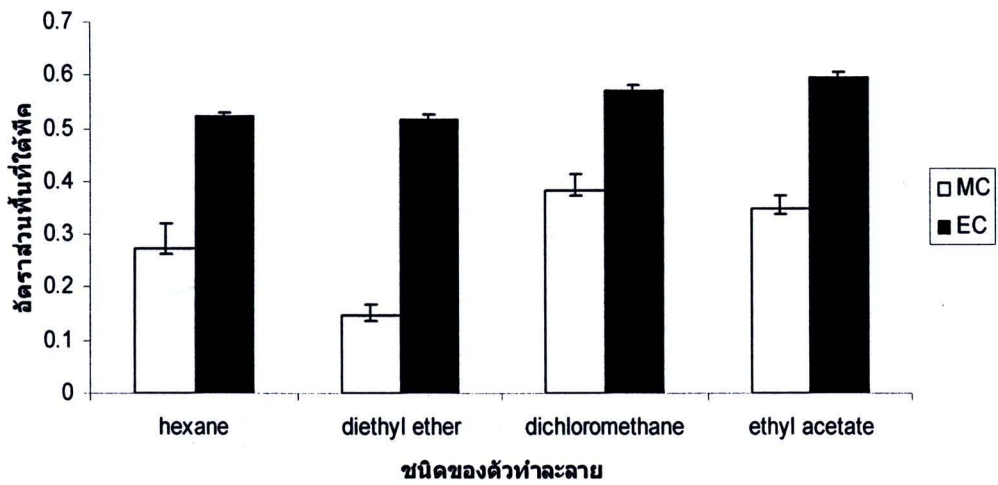


ภาพที่ 4.1 โครมาโทแกรมของสารเมธิลคาร์บาเมต เอธิลคาร์บาเมต และ สารมาตรฐานภายในที่อุณหภูมิคอลัมน์ 50-100 °C

4.2 สภาพที่เหมาะสมของการสกัดสารกลุ่มคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน้ำพื้นบ้าน

4.2.1 การศึกษาชนิดของตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัดสารตัวอย่าง

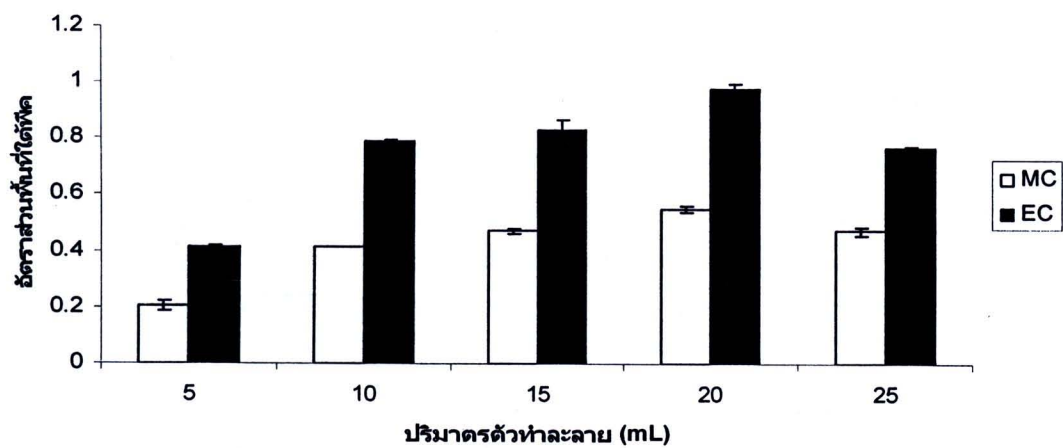
จากการศึกษาชนิดของตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดสารตัวอย่าง ได้แก่ เฮกเซน ไดเอทิลอีเทอร์ ไดคลอโรมีเทน และเอทิลอะซิเตต พบว่าไดคลอโรมีเทนและเอทิลอะซิเตตให้สัญญาณอัตราส่วนพื้นที่ได้พิกที่ใกล้เคียงกัน แต่เนื่องจากไดคลอโรมีเทนให้สัญญาณของสารเมธิลคาร์บาเมตที่สูงกว่า ดังนั้นจึงเลือกใช้ตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนเป็นตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัดสารตัวอย่าง ซึ่งให้ผลการศึกษาแสดงดังภาพที่ 4.2



ภาพที่ 4.2 ผลการศึกษาชนิดของตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัดสารเมธิลคาร์บาเมตและเอทิลคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์

4.2.2 การศึกษาปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดสารตัวอย่าง

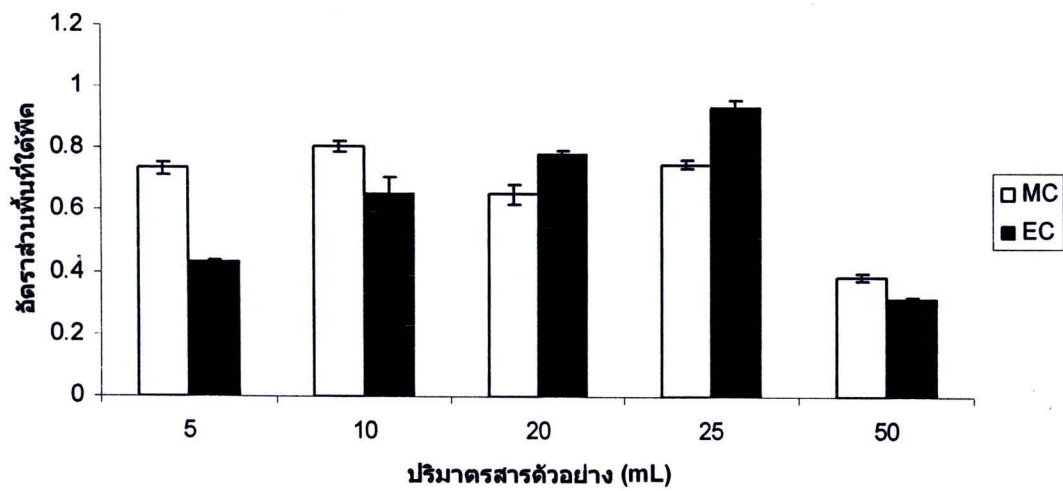
จากการศึกษาปริมาตรของไดคลอโรมีเทนซึ่งใช้ในการสกัดสารตัวอย่างที่แตกต่างกัน ได้แก่ 5, 10, 15, 20 และ 25 มิลลิลิตร พบว่าไดคลอโรมีเทนที่ปริมาตร 20 มิลลิลิตรให้สัญญาณอัตราส่วนพื้นที่ที่พบของสารเมธิลคาร์บาเมตและเอทิลคาร์บาเมตมากที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับไดคลอโรมีเทนที่ปริมาตรอื่นๆ ดังนั้นจึงเลือกใช้สารละลายไดคลอโรมีเทนที่ปริมาตร 20 มิลลิลิตร เป็นปริมาตรที่เหมาะสมในการสกัดตัวอย่างไวน์ ซึ่งผลการศึกษาแสดงดังภาพที่ 4.3



ภาพที่ 4.3 ผลการศึกษาปริมาณของตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัดสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์

4.2.3 การศึกษาปริมาณสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์

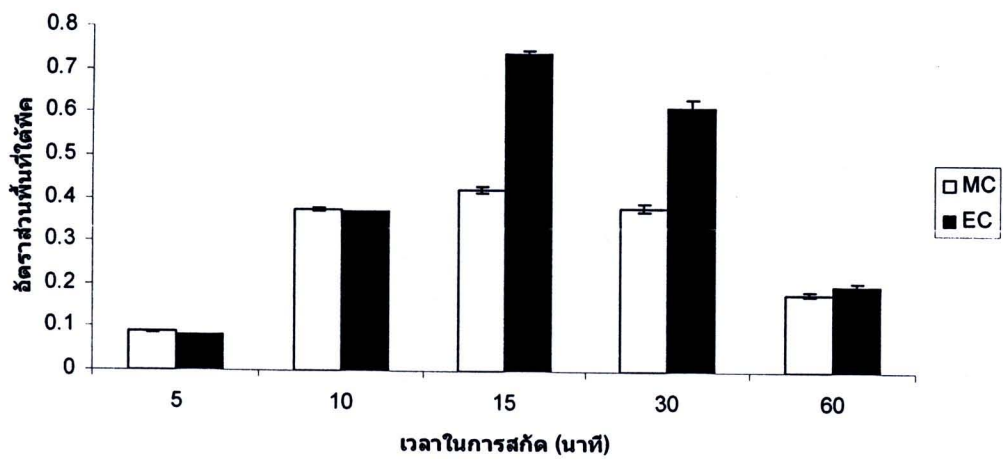
จากการศึกษาปริมาณของตัวอย่างไวน์ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ในปริมาณที่แตกต่างกัน ได้แก่ 5, 10, 20, 25 และ 50 มิลลิลิตร พบว่าตัวอย่างไวน์ที่ปริมาตร 25 มิลลิลิตรให้สัญญาณอัตราส่วนพื้นที่ที่ได้พบของสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตมากที่สุด ดังนั้นจึงเลือกใช้ตัวอย่างไวน์ปริมาตร 25 มิลลิลิตรเป็นปริมาตรที่เหมาะสมของสารตัวอย่างเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ ซึ่งผลการศึกษาแสดงดังภาพที่ 4.4



ภาพที่ 4.4 ผลการศึกษาปริมาณของสารตัวอย่างที่เหมาะสมในการสกัดสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต

4.2.4 การศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดสารตัวอย่าง

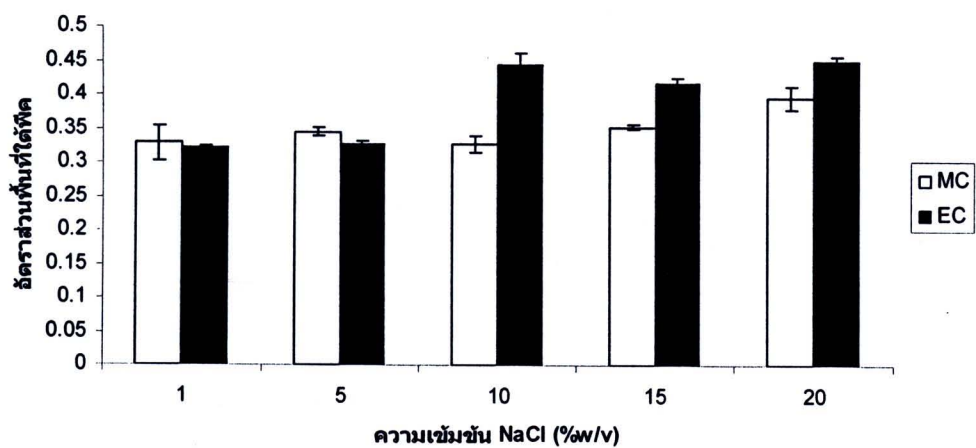
จากการศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดตัวอย่างไวน์สำหรับใช้เวลาในการสกัดที่ต่างกัน ได้แก่ 5, 10, 15, 30 และ 60 นาที พบว่าในการสกัดตัวอย่างไวน์ปริมาตร 25 มิลลิลิตร โดยใช้ตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนปริมาตร 20 มิลลิลิตรเป็นตัวทำละลายในการสกัด และทำการสกัดเป็นเวลานาน 15 นาที ให้สัญญาณอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตมากที่สุด ดังนั้นจึงเลือกใช้เวลาในการสกัดนาน 15 นาทีเป็นเวลาที่เหมาะสมในการสกัดตัวอย่างไวน์ ซึ่งผลการศึกษาแสดงดังภาพที่ 4.5



ภาพที่ 4.5 ผลการศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์

4.2.5 ศึกษาความเข้มข้นของเกลือที่ใช้ในการแยกชั้นของสารตัวอย่าง

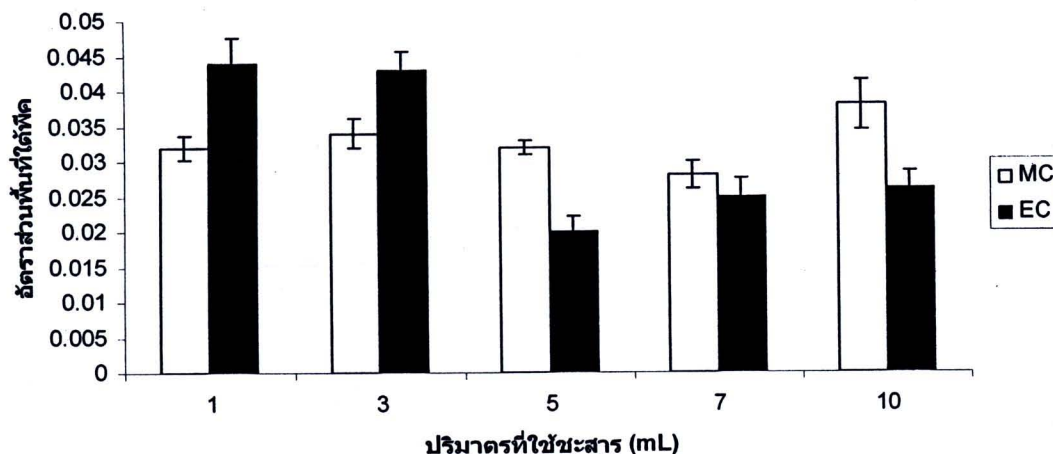
จากการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของเกลือ NaCl ที่ใช้ในการสกัดเพื่อช่วยในการแยกชั้นระหว่างสารตัวอย่างกับตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนโดยใช้เกลือ NaCl ในความเข้มข้นที่ต่างกัน ดังนี้ 1, 5, 10, 15 และ 20 (ร้อยละโดยมวลต่อปริมาตร) พบว่าเกลือ NaCl ที่เติมลงไประหว่างขั้นตอนการทดลองที่ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยมวลต่อปริมาตร ให้ค่าสัญญาณอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตมากที่สุด จึงมีความเหมาะสมในการเติมลงไประหว่างขั้นตอนการสกัดตัวอย่างไวน์ ซึ่งผลการศึกษาแสดงดังภาพที่ 4.6



ภาพที่ 4.6 ผลการศึกษาความเข้มข้นของเกลือ NaCl ที่เหมาะสมในการสกัดสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์

4.2.6 การศึกษาปริมาตรตัวทำละลายอินทรีย์ที่ใช้ในการชะสารตัวอย่างในเฟสของแข็ง

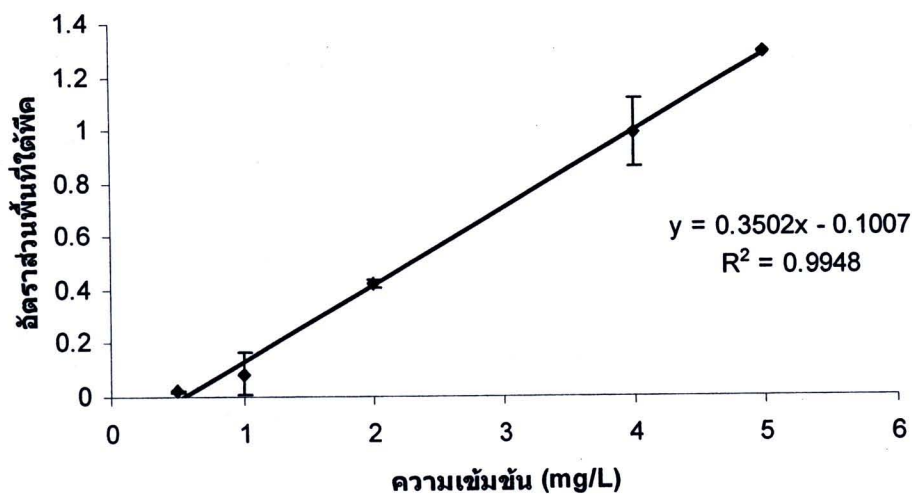
จากการศึกษาปริมาตรของตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนที่เหมาะสมในการชะสารตัวอย่างออกจากส่วนเฟสของแข็งโดยใช้ปริมาตรที่ต่างกัน ได้แก่ 1, 3, 5, 7 และ 10 มิลลิลิตร พบว่าสัญญาณอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตเมื่อชะด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนที่ปริมาตร 3 มิลลิลิตรและที่ปริมาตร 1 มิลลิลิตรให้สัญญาณที่ใกล้เคียงกัน แต่เนื่องจากที่ปริมาตร 1 มิลลิลิตรมีค่าความคลาดเคลื่อนสูงรวมทั้งยังให้สัญญาณของสารเมธิลคาร์บาเมตน้อยกว่าที่ปริมาตร 3 มิลลิลิตร ดังนั้นจึงเลือกใช้ตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนที่ปริมาตร 3 มิลลิลิตรเป็นปริมาตรที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการชะสารตัวอย่างในส่วนของการสกัดแบบเฟสของแข็ง ผลการศึกษาแสดงดังภาพที่ 4.7



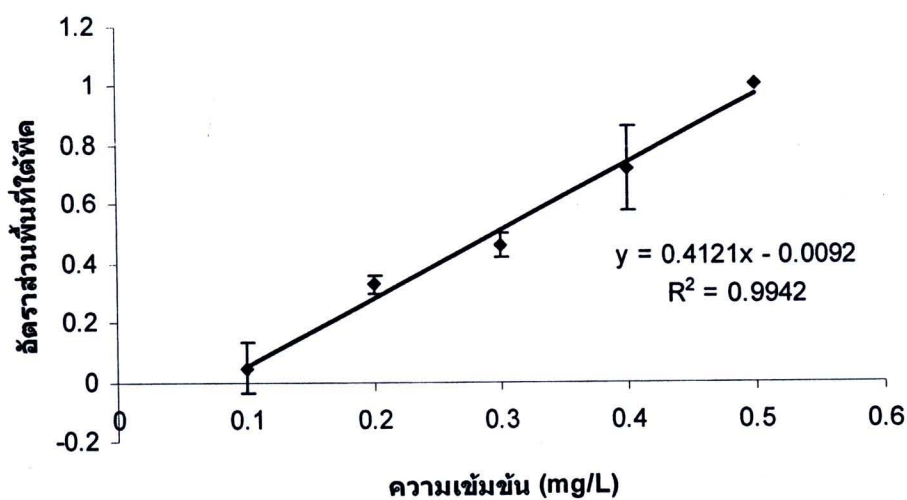
ภาพที่ 4.7 ผลการศึกษาปริมาณของตัวทำละลายที่เหมาะสมในการชะสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตในส่วนการสกัดด้วยเฟสของแข็ง

4.3 การศึกษาช่วงความเข้มข้นสารมาตรฐานที่ให้กราฟเส้นตรง

ในการวิเคราะห์ปริมาณสารกลุ่มคาร์บาเมตต้องสร้างกราฟมาตรฐานของสารแต่ละชนิดเพื่อนำสมการเส้นตรงที่ได้จากกราฟมาคำนวณหาปริมาณของสารในตัวอย่างไว้ ซึ่งทำได้โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานผสมที่ความเข้มข้นต่างๆ ไปสกัดด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน แล้ววิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ นำอัตราส่วนพื้นที่ที่ได้พีคของสารแต่ละชนิดกับความเข้มข้นที่เตรียมขึ้นในการสร้างกราฟมาตรฐานของเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตดังภาพที่ 4.8 และภาพที่ 4.9 ตามลำดับ โดยมีสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์และสมการเส้นตรงการถดถอยของกราฟมาตรฐานที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.6



ภาพที่ 4.8 กราฟมาตรฐานของสารเมธิลคาร์บาเมตช่วงความเข้มข้น 0.5 – 5 mg/L



ภาพที่ 4.9 กราฟมาตรฐานของสารเมธิลคาร์บาเมตช่วงความเข้มข้น 0.1 – 0.5 mg/L

ตารางที่ 4.6 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์และสมการเส้นตรงการถดถอยของกราฟมาตรฐานของสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต

ชนิด	ช่วงความเป็นเส้นตรง (mg/L)	ค่าสัมประสิทธิ์ สหสัมพันธ์	สมการเส้นตรงการถดถอย ของกราฟมาตรฐาน
เมธิลคาร์บาเมต	0.5 – 50	0.9948	$y = 0.3502x - 0.1007$
เอธิลคาร์บาเมต	0.1 – 20	0.9942	$y = 0.4121x - 0.0092$

4.4 การศึกษาความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดสัญญาณได้และความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณ

ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้หรือค่า LOD เป็นค่าที่ได้จากการนำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์สารกลุ่มคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์มาคำนวณความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจหาสัญญาณได้เมื่อเติมสารมาตรฐานเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต 200 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยใช้สัญญาณสามเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของเบลงค์ พบค่า LOD ของสารเอธิลคาร์บาเมตอยู่ที่ 3.33 ไมโครกรัมต่อลิตร และเมธิลคาร์บาเมตอยู่ที่ 11.1 ไมโครกรัมต่อลิตร ดังแสดงในตารางที่ 4.7

ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้ในการวิเคราะห์หรือค่า LOQ เป็นค่าความเข้มข้นน้อยที่สุดที่สามารถนำมาใช้วิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง การหาค่า LOQ คำนวณโดยใช้สัญญาณสิบเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเบลงค์ พบค่า LOQ ของเอธิลคาร์บาเมตอยู่ที่ 16.67 ไมโครกรัมต่อลิตร และเมธิลคาร์บาเมตอยู่ที่ 55.56 ไมโครกรัมต่อลิตร ดังแสดงในตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 ค่า LOD และ LOQ ของสารมาตรฐานเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์

สารคาร์บาเมต	ค่า LOD (µg/L)	ค่า LOQ (µg/L)
เมธิลคาร์บาเมต	11.11	55.56
เอธิลคาร์บาเมต	3.33	16.67

4.5 การวิเคราะห์หาความแม่นยำและความเที่ยงตรงของวิธีวิเคราะห์ในตัวอย่างไวน์

งานวิจัยชิ้นนี้ได้พัฒนาวิธีการสกัด และการเพิ่มความเข้มข้นของสารกลุ่มคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์และวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี ซึ่งได้ทดลองวิเคราะห์หาความแม่นยำและความเที่ยงตรงของวิธีวิเคราะห์ เมื่อเติมสารมาตรฐานเมธิลคาร์บาเมตและเอทิลคาร์บาเมตที่เข้มข้น 200 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยการคำนวณหาค่าร้อยละการกลับคืนและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ดังนี้

4.5.1 ความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์สารกลุ่มคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์

การหาความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้น สามารถแสดงได้ด้วยร้อยละการกลับคืน โดยนำตัวอย่างไวน์ที่มีสารเมธิลคาร์บาเมตและเอทิลคาร์บาเมตที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนไปผ่านการสกัดในสภาวะที่เหมาะสมและเพิ่มความเข้มข้นด้วยเฟสของแข็ง จากนั้นนำมาฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีจำนวน 3 ครั้ง แล้วนำอัตราส่วนพื้นที่ได้พีคเฉลี่ยที่ได้ไปคำนวณหาค่าร้อยละการกลับคืนเมื่อเติมสารมาตรฐานเมธิลคาร์บาเมตและเอทิลคาร์บาเมตที่เข้มข้น 200 ไมโครกรัมต่อลิตร ดังแสดงตัวอย่างการคำนวณในภาคผนวก ข พบว่าค่าร้อยละการกลับคืนมากกว่า 80% ดังแสดงในตารางที่ 4.8

4.5.2 ความเที่ยงตรงของวิธีวิเคราะห์สารกลุ่มคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์

ความเที่ยงตรงของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นนี้ พิจารณาจากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ โดยนำตัวอย่างไวน์จำนวน 10 ตัวอย่าง ดังแสดงในภาคผนวก ค มาวิเคราะห์สารเมธิลคาร์บาเมตและเอทิลคาร์บาเมต ด้วยการสกัดในสภาวะที่เหมาะสม จากนั้นนำมาเพิ่มความเข้มข้นด้วยเฟสของแข็ง และฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีเมื่อเติมสารมาตรฐานเมธิลคาร์บาเมตและเอทิลคาร์บาเมตที่เข้มข้น 200 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยทำการทดลองฉีด 10 ซ้ำ ในวันเดียวกัน (intraday) และต่างวันกัน (interday) ได้โครมาโทแกรมดังแสดงในภาคผนวก ง แล้วนำไปวิเคราะห์ปริมาณสารทั้งสองชนิด นำปริมาณสารที่ตรวจพบเฉลี่ยที่ได้ไปคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ดังแสดงตัวอย่างวิธีการคำนวณในภาคผนวก ข พบว่าวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นนี้มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ต่ำกว่า 10 ซึ่งเป็นค่าที่ยอมรับได้ว่าวิธีนี้มีความเที่ยงตรงดี ดังแสดงในตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.8 ร้อยละการได้กลับคืนของสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต เมื่อเติมสารมาตรฐานผสมที่ความเข้มข้น 200 ไมโครกรัมต่อลิตร (Mean ± RSD)

ชนิด	ร้อยละการได้กลับคืน (% recovery)	
	เมธิลคาร์บาเมต (n = 3)	เอธิลคาร์บาเมต (n = 3)
ไวน์แดง		
ไวน์อ่อนแดง	83.77±2.15	85.13±3.56
ไวน์หมากเม่า	90.76±3.27	95.24±4.86
ไวน์กระชายดำ	89.96±4.11	92.88±5.47
ไวน์กระเจี๊ยบ	91.23±3.76	82.44±4.96
ไวน์สตรอเบอรี่	86.16±4.76	87.15±5.32
ไวน์ขาว		
ไวน์อ่อนเขียว	88.69±4.89	82.77±5.50
ไวน์ข้าว	89.48±1.11	95.24±5.61
ไวน์ลิ้นจี่	82.19±2.65	93.89±2.24
ไวน์ใบเตย	89.65±4.58	92.88±4.91
ไวน์สัปปะรด	87.58±1.75	83.78±4.88

ตารางที่ 4.9 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมต เมื่อทำการวิเคราะห์ในแบบ intraday และ interday

ชนิด	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD)			
	Intraday (n = 10)		Interday (n = 3x10)	
	เวลาคงอยู่ (นาท)	อัตราส่วนพื้นที่ที่ได้ฟีด	เวลาคงอยู่ (นาท)	อัตราส่วนพื้นที่ที่ได้ฟีด
เมธิลคาร์บาเมต	0.45	6.72	0.49	6.92
เอธิลคาร์บาเมต	0.28	8.76	0.49	8.29

4.6 การวิเคราะห์สารกลุ่มคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน้ำพื้นบ้าน

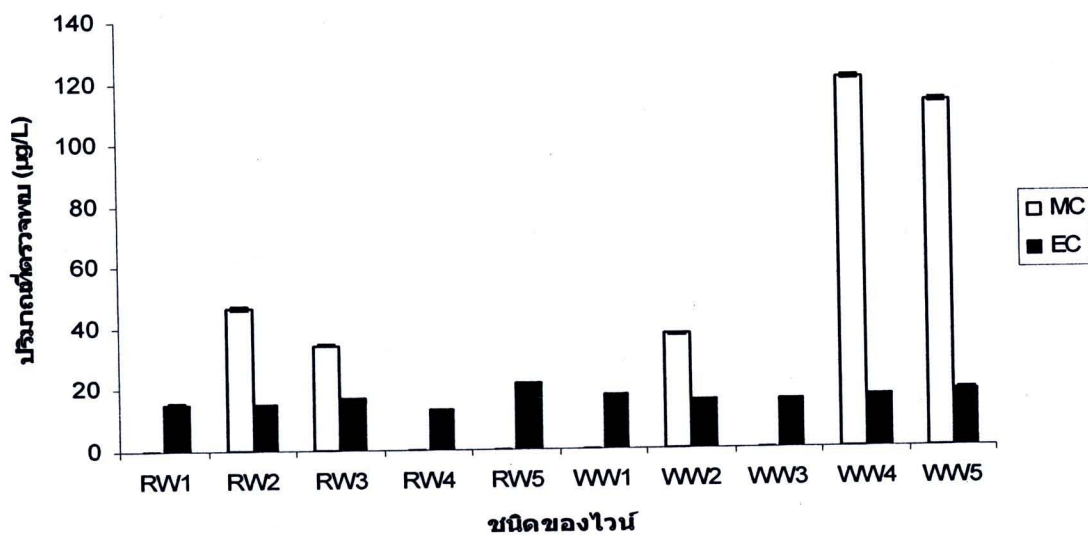
จากการสกัดสารคาร์บาเมตในไวน้ำพื้นบ้านจำนวน 10 ตัวอย่างด้วยตัวทำละลายและเพิ่มความเข้มข้นสารตัวอย่างด้วยเฟสของแข็ง พบว่าสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน้ำแสดงดังตารางที่ 4.10 และภาพที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์สารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน้ำพื้นบ้าน

ชนิดของไวน้ำ	เมธิลคาร์บาเมต (µg/L)	เอธิลคาร์บาเมต (µg/L)
ไวน้ำแดง		
ไวน้ำอุ่นแดง (RW1)	N.D.	15.3±0.124
ไวน้ำหมากเม่า (RW2)	46.4±0.694	15.3±0.047
ไวน้ำกระชายดำ (RW3)	34.3±0.418	16.8±0.047
ไวน้ำกระเจี๊ยบ (RW4)	N.D.	12.9±0.337
ไวน้ำสตรอเบอรี่ (RW5)	N.D.	21.5±0.383
ไวน้ำขาว		
ไวน้ำอุ่นเขียว (WW1)	N.D.	17.5±0.140
ไวน้ำข้าว (WW2)	37.1±0.303	15.6±0.284
ไวน้ำลิ้นจี่ (WW3)	N.D.	15.5±0.162
ไวน้ำใบเตย (WW4)	120.3±0.461	16.9±0.093
ไวน้ำสับปะรด (WW5)	112.4±0.552	18.2±0.612

(Mean ± SD); n = 3

N.D. : ตรวจไม่พบ



ภาพที่ 4.10 การเปรียบเทียบปริมาณสารเมธิลคาร์บาเมตและเอธิลคาร์บาเมตในตัวอย่างไวน์
พื้นที่นำมาวิเคราะห์ประกอบด้วยไวน์แดงและไวน์ขาว ตัวอย่างละ 5 ชนิด