

แบบรายงานเรื่องเต็มผลการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2558

1. **ชุดโครงการ :** วิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
2. **โครงการวิจัย :** การพัฒนาการตรวจวิเคราะห์สารพาทค้ำของวัตถุอันตรายทางการเกษตรให้ถูกต้องแม่นยำตามมาตรฐานสากล

กิจกรรมที่ 2. การพัฒนาสมรรถนะการให้บริการของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง

3. **ชื่อการทดลอง :** การจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายในสำหรับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม Organophosphorus, Pyrethroid และ Carbamate ในผลไม้ และการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ

ชื่อการทดลอง : Sample Preparation of Organophosphorus, Pyrethroid and Carbamate in Fruits for QC Sample and Proficiency Test.

4. คณะผู้ดำเนินการ

หัวหน้าโครงการ : นางสาวพนิดา ไชยยันต์บุรณ์ กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

หัวหน้าการทดลอง : นายบุญทวีศักดิ์ บุญทวี กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

ผู้ร่วมงาน : นางสาวพนิดา ไชยยันต์บุรณ์ กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

นางสาวจินตนา ภู่มงกุชชัย กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

5. บทคัดย่อ :

การทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ โปรแกรมการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผลไม้ : DOA-PRL-01-15 โดยห้องปฏิบัติการ กลุ่มวิจัยวัตถุพิษทางการเกษตร กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร ได้ดำเนินการในช่วง สิงหาคม - กันยายน 2558 ตัวอย่างทดสอบประกอบด้วย มะละกอ 2 ตัวอย่าง ได้แก่ sample blank (BL-PPY) และ spiked sample (S2) สารพิษตกค้างในขอบข่ายประกอบด้วยสาร 4 กลุ่ม ได้แก่ กลุ่มออร์กาโนคลอรีน 3 ชนิด กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 23 ชนิด กลุ่มไพรีทรอยด์ 7 ชนิด และกลุ่มคาร์บาเมท 7 ชนิด รวมทั้งสิ้น 40 ชนิด ใช้ตัวอย่างมะละกอ เป็นตัวอย่างทดสอบ มีห้องปฏิบัติการตอบรับเข้าร่วมการทดสอบ จำนวน 22 ห้องปฏิบัติการ

เตรียมตัวอย่าง fortified sample โดยเติมสาร carbaryl , deltamethrin และ profenofos ที่ความเข้มข้น 0.10, 0.3 และ 0.20 mg/kg ตามลำดับ และ เติมสาร methomyl ที่ความเข้มข้น 0.10 mg/kg เพื่อประเมินความคงทน (stability) ของสารในตัวอย่าง การประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน ของตัวอย่าง โดยใช้สถิติ โดยใช้สถิติ ISO 13528 (2005) และสถิติ IUPAC (2006) ในการประเมิน พบว่าตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ส่วนการทดสอบความคงตัวของสารตกค้างในตัวอย่าง โดยศึกษาที่อุณหภูมิห้อง ที่ 3, 5 และ 7 วัน นับจากวันส่งตัวอย่าง และที่อุณหภูมิ freezer ที่ 30 วัน (วันรายงานผล) พบว่าสารที่เติมในตัวอย่าง มีความคงทนในระยะเวลาที่ศึกษา ยกเว้น methomyl

ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ ได้รายงานผลการทดสอบตามเวลาที่กำหนด และมี 2 ห้องปฏิบัติการรายงานผล 2 รายงานตามเทคนิควิธีการตรวจวิเคราะห์ ผลการทดสอบที่คาดหวังรวมทั้งสิ้น 72 ข้อมูล มีการรายงานผลทั้งสิ้น 57 ข้อมูลคิดเป็น 79.2 % ของผลการทดสอบที่คาดหวัง สารที่มีการรายงานผลมากที่สุด ได้แก่ profenofos สารที่มีการรายงานผลน้อยที่สุด ได้แก่ carbaryl สารที่รายงานเป็น false negative ได้แก่ deltamethrin ผลการประเมินค่า z-Score พบว่าผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าพอใจ 69.0 % ($|z\text{-Score}| \leq 2$) ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย 15.5 % ($2 < |z\text{-Score}| < 3$) และผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ 15.5 % ($|z\text{-Score}| \geq 3$)

Abstract :

Inter laboratory proficiency testing program for pesticide residues in fruit: DOA-PRL-01-15 by pesticide residue research group, agricultural production science research and development division, department of agriculture was conducted during August - September 2015. Testing scope of pesticide residues was : organochlorines, organophosphorus, pyrethroids and carbamates , in total of 40 pesticide residues. The test sample was papaya. Twenty-two Laboratories responded participating in this program.

Fortified sample was prepared by fortifying carbaryl, deltamethrin and profenofos, concentration 0.10, 0.30, 0.20 mg/kg respectively and methomyl ,concentration 0.10 mg/kg for check the residue stability. The sample was considered homogeneity according to ISO 13528 (2005) and IUPAC (2006). Stability testing of pesticide residues in sample studied at room temperature at 3, 5 and 7 days (from sample shipment date) and freezer at 30 days (reported date). The fortified residues in sample were considered stable for the studied period excepted methomyl.

Participant laboratories have reported the test results by the due date. Two laboratories reported two results by differential method of analysis. The expected test results in total of 72 data, participant laboratories have reported 79.2% of expected test results. The most results have been reported was profenofos , the least results reporting was carbaryl and pesticide reported as a false negative result was deltamethrin. Z-score

evaluation showed that 69.0 % were satisfactory ($|Z\text{-score}| \leq 2$), 15.5% were questionable ($2 < |Z\text{-score}| < 3$) and 15.5% were unsatisfactory ($|Z\text{-score}| \geq 3$).

6. คำนำ :

การประเมินคุณภาพการตรวจวิเคราะห์ หรือการทดสอบความชำนาญการตรวจวิเคราะห์ คือการประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ โดยเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ ซึ่งผู้จัดทำแผนการทดสอบความชำนาญจะจัดส่งตัวอย่างที่แบ่งมาจากตัวอย่างเดียวกัน ไปยังห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมในการทดสอบความชำนาญ เพื่อทำการวิเคราะห์ และส่งผลภายในเวลาที่กำหนด การเข้าร่วมโครงการทดสอบความชำนาญ ซึ่งจัดว่าเป็นระบบการควบคุมจากภายนอก สามารถช่วยให้นักวิเคราะห์ มีความมั่นใจในคุณภาพ ของการวิเคราะห์ และข้อมูลที่ได้ยังช่วยชี้ให้เห็นถึงปัญหา ซึ่งนำไปสู่การปรับปรุงคุณภาพการวิเคราะห์ และสร้างความเชื่อมั่นให้กับลูกค้า ของห้องปฏิบัติการ

ในการทดสอบนี้ ได้จัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายใน สำหรับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างซึ่งมีสารที่อยู่ในขอบข่ายของการตรวจวิเคราะห์กลุ่ม Organophosphorus กลุ่ม Organochlorine กลุ่ม Pyrethroid และกลุ่ม Carbamate ในตัวอย่างผลไม้ ซึ่งใช้ มะละกอ เป็นตัวแทน เพื่อใช้ในการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ จุดมุ่งหมายก็เพื่อให้ได้ข้อมูล การจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายใน และทดสอบความสามารถของห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ ซึ่งห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมโดยเฉพาะห้องปฏิบัติการ ที่สังกัดกรมวิชาการเกษตร สามารถนำข้อมูลที่ได้ ไปใช้ในการปรับปรุงคุณภาพของการตรวจวิเคราะห์ และเป็นการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการ เมื่อเทียบกับห้องปฏิบัติการอื่นๆ และห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยวัตถุที่มีพิษการเกษตร จะได้นำข้อมูลเกี่ยวกับสภาพตัวอย่าง ไปใช้ในการปรับปรุงการทำตัวอย่างอ้างอิงภายใน และปรับปรุงรูปแบบวิธีการจัดส่งตัวอย่าง ให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบให้มีความเหมาะสมในโอกาสต่อไป

7. วิธีดำเนินการ :

1. อุปกรณ์

- 1.1 ตู้อบ และเตาเผา
- 1.2 centrifuge tubes ขนาด 15,50 มิลลิเมตร
- 1.3 autosampler vials for GC,HPLC ขนาด 1.8 มิลลิเมตร
- 1.4 เครื่องชั่งไฟฟ้าชนิดทศนิยม 2 ตำแหน่ง และ 5 ตำแหน่ง
- 1.5 เครื่องบดสับตัวอย่าง (food processor)
- 1.6 เครื่องผสมตัวอย่าง (Stephan)
- 1.7 เครื่องผสมตัวอย่าง (vortex mixer)
- 1.8 เครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge)
- 1.9 อุปกรณ์ดูด-จ่ายสารละลาย (auto pipette) ขนาด 10-100 ไมโครลิตร , 20-200 ไมโครลิตร 100-1000 ไมโครลิตร

- 1.10 อุปกรณ์ดูดจ่ายสารเคมีจากขวด (dispenser) ขนาด 100 มิลลิเมตร
- 1.11 เครื่องแก้วชนิดและขนาดต่างๆ เช่น volumetric flask, beaker, cylinder
- 1.12 เครื่องชั่งไฟฟ้าชนิดทศนิยม 2 ตำแหน่ง และ 5 ตำแหน่ง
- 1.13 เครื่องตรวจวิเคราะห์ชนิด และปริมาณสารพิษตกค้าง Gas Chromatography (GC) Agilent technologies รุ่น 6890 ซึ่งมีหัวตรวจวัดชนิด Flame Photometric Detector (FPD) และ micro Electron Capture Detector (μ ECD)
- 1.14 เครื่องลดปริมาตรโดยการเป่าด้วยแก๊สไนโตรเจน (nitrogen evaporator)
- 1.15 เครื่องตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างชนิด LC-MS/MS
- 1.16 มะละกอ

2. สารเคมี

- 2.1 สารมาตรฐานของ สารมาตรฐานของ Carbaryl 98.9%, Deltamethrin 99.5%, Profenofos 98.5%
- 2.3 Acetonitrile, Methanol และ Toluene ชนิด Pesticide grade (J.T baker)
- 2.4 Water HPLC grade
- 2.5 Anhydrous Magnesium sulfate (ACS powder-Fisher) เผาที่ 500°C นาน 5 ชั่วโมง
- 2.6 Sodium chloride ชนิด Analytical grade (Merck)
- 2.7 SPE sorbent ชนิด Primary-Secondary-Amine (PSA varian)
- 2.8 Sodium Hydroxide
- 2.9 Di Sodium Hydrogen Citrate
- 2.10 Tri Sodium Citrate Dihydrate
- 2.12 Sodium tetra Borate
- 2.14 Graphite Carbon black (GCB)
- 2.15 Formic acid

3. วิธีการ

3.1 ขั้นตอนและระยะเวลาดำเนินการ

การจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายในสำหรับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม Organophosphorus, Organochlorine และ Carbamate ในผลไม้ และการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ มีการดำเนินการดังนี้

- 3.1.1 แจ้งขอเชิญเข้าร่วมการทดสอบในวันที่ 27 สิงหาคม 2558 รวม 24 ห้องปฏิบัติการ
- 3.1.2 กำหนดการตอบรับเข้าร่วมการทดสอบ ภายในวันที่ 4 กันยายน 2558 มีห้องปฏิบัติการตอบรับเข้าร่วมการทดสอบ จำนวน 22 ห้องปฏิบัติการ (ภาคผนวก) ได้จัดส่งตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมการทดสอบ ตัวอย่างละ 80 g จำนวน 2 ตัวอย่าง โดยจัดส่งทางไปรษณีย์
- 3.1.3 กำหนดการรายงานผลการทดสอบ ส่งผลภายใน วันที่ 30 กันยายน 2558

ประกอบด้วย ข้อมูลสภาพตัวอย่าง รายงานผลการทดสอบ วิธีทดสอบและเครื่องมือตรวจวิเคราะห์ที่ใช้มีห้องปฏิบัติการส่งผลการทดสอบรวมทั้งสิ้น 22 ห้องปฏิบัติการ

3.1.4 ห้องปฏิบัติการ กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร ประเมินผล จัดทำและจัดส่งรายงานฉบับสมบูรณ์ ใน เดือนกุมภาพันธ์ 2559

3.2 ชนิดของวัตถุมีพิษและชนิดของตัวอย่างทดสอบ

รายชื่อวัตถุมีพิษ ที่ทดสอบ ได้แก่ สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน 3 ชนิด สารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 23 ชนิด สารกลุ่มไพรีทรอยด์ 7 ชนิด และสารกลุ่มคาร์บาเมท 7 ชนิด รวมทั้งสิ้น 40 ชนิด มีรายละเอียดดังนี้

3.2.1 สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน ได้แก่ α -endosulfan, β -endosulfan, endosulfan-sulphate

3.2.2 สารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ได้แก่ Azinphos ethyl, Chlorpyrifos, Diazinon, DDVP, Dicrotophos, Dimethoate, Ethion, EPN, Fenitrothion, Malathion, Methamidophos, Methidathion Methyl- Parathion, Mevinphos, Monocrotophos, Omethoate, Parathion, Triazophos, Pirimiphos ethyl, Pirimiphos- methyl, Profenofos, Prothiophos, Phosalone

3.2.3 สารกลุ่มไพรีทรอยด์ ได้แก่ Bifenthrin, Cyfluthrin, Cypermethrin, Fenvalerate, Deltamethrin, Lambda – Cyhalothrin, Permethrin

3.2.4 สารกลุ่มคาร์บาเมท ได้แก่ Aldicarb, Methomyl, Carbofuran, Fenobucarb, Isoprocarb, Methiocarb, Carbaryl, Promecarb

3.3 ชนิดของตัวอย่างทดสอบ

ตัวอย่างผลไม้ใช้ มะละกอ ที่ไม่มีการเติมวัตถุมีพิษลงในตัวอย่าง (sample blank) 1 ตัวอย่าง รหัสตัวอย่าง BL-PPY และ ตัวอย่างมะละกอที่มีการเติมวัตถุมีพิษที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนลงในตัวอย่าง (fortified sample) จำนวน 1 ตัวอย่าง รหัสตัวอย่าง S2

3.4 การเตรียมตัวอย่าง

นำตัวอย่างมะละกอ ที่ตรวจวิเคราะห์ไม่พบสารพิษตกค้างในรายชื่อสารที่ทดสอบ (ข้อ 4.1) โดยตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ด้วยวิธีการตามข้อ 6.3 ผลการตรวจวิเคราะห์ดังตารางที่ 1 เตรียมตัวอย่างมะละกอโดยเอาเมล็ดออก หั่นตัวอย่างเป็นชิ้นเล็กๆ ซึ่งน้ำหนักให้ได้ ประมาณ 15 kg ปั่นตัวอย่างกับ dry ice ให้ละเอียด เก็บไว้ในตู้แช่อุณหภูมิประมาณ -20°C เป็นเวลามากกว่า 12 ชั่วโมง ทำการเตรียมตัวอย่างเพื่อจัดส่งให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ ดังนี้

3.4.1 Blank sample รหัสตัวอย่าง BL-PPY เตรียมโดย ชั่งตัวอย่าง ปั่นละเอียดแล้ว ประมาณ 7 kg กวนผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แบ่งตัวอย่างใส่ขวด ตัวอย่างละ 80 g ตัดป้าย ปิดฝาขวดเก็บไว้ในตู้แช่ -20°C แล้วนำมาเตรียมเพื่อจัดส่งให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ

3.4.2 Fortified sample รหัสตัวอย่าง S2 เตรียมโดย แบ่งตัวอย่างที่ปั่นละเอียดแล้ว ตัวอย่างละ 7 kg เติมสารละลายวัตถุมีพิษ ให้มีความเข้มข้นของสาร ดังตารางที่ 2 กวนผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แบ่งใส่ขวด ตัวอย่างละ 80 g ตัดป้าย ปิดฝาขวดเก็บไว้ในตู้แช่ -20 °C

ตารางที่ 1 ผลการตรวจวิเคราะห์ ตัวอย่างมะละกอ (BL-PPY) ก่อนการเติมวัตถุมีพิษลงในตัวอย่าง

Sample	Sample code	Residue concentration (mg/kg)			
		Orgaochlorine	Organophosphate	Pyrethriod	Carbamate
Papaya	BL-G	ND	ND	ND	ND

หมายเหตุ : ND -Not detectable

ตารางที่ 2 รายชื่อวัตถุมีพิษที่เติมลงในตัวอย่างและความเข้มข้นของสารในตัวอย่าง

Sample	Sample code	Pesticide	Spiked concentration (mg/kg)
Papaya	S2	carbaryl	0.10
		deltamethrin	0.30
		profonofos	0.20
		methomyl*	0.10

3.5 วิธีวิเคราะห์

ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในตัวอย่าง ก่อนนำมาเตรียมตัวอย่างเพื่อส่งให้กับห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ การทดสอบ homogeneity และ การทดสอบ stability ใช้วิธี QuEChERS method (EN 15662, 2008) ตรวจวิเคราะห์สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน และไพรีทรอยด์ ด้วยเครื่อง GC-ECD สารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ด้วยเครื่อง GC-FPD และสารกลุ่มคาร์บาเมทด้วยเครื่อง HPLC post column derivatization และ LC-MS/MS

3.5.1 วิธี QuEChERS method (EN 15662, 2008) มีขั้นตอนดังนี้

3.5.1.1 ชั่งตัวอย่าง 10 กรัม ใส่ centrifuge tubes ขนาด 50 มิลลิลิตร

3.5.1.2 เติม acetonitrile ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ปิดฝาเขย่าด้วย vortex mixer นาน 1 นาที

3.5.1.3 เติม sodium chloride 1.0 กรัม และ magnesium sulfate 4 กรัม Di Sodium Hydrogen Citrate 0.5 กรัม Tri Sodium Citrate Dihydrate 1 กรัม ปิดฝาแล้ว เขย่าด้วย vortex mixer นาน 1 นาที

3.5.1.4 นำไป centrifuge ที่ความเร็วรอบ 4,000 rpm นาน 5 นาที

3.5.1.5 ใช้ auto pipette ดูดสารละลายส่วนบน 5 มิลลิลิตร ใส่ centrifuge tube ขนาด 15 มิลลิลิตร ที่ใส่ PSA 0.125 กรัม และ magnesium sulfate 0.750 กรัม Graphite Carbon black (GCB) 0.050 กรัม ไว้แล้ว เขย่าด้วย vortex mixer นาน 1 นาที นำไป centrifuge ที่ความเร็วรอบ 4,000 rpm นาน 5 นาที

3.5.1.6 ดูดสารละลายส่วนบน ปริมาตร 1.8 มิลลิลิตร ใส่ autosampler vials เติม 5% Formic acid 18 ไมโครลิตร นำไปตรวจวิเคราะห์ สารกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส ด้วยเครื่อง Gas Chromatography (GC) Flame Photometric Detector (FPD) สารกลุ่มคาร์บาเมท ด้วยเครื่อง LC-MS/MS

3.5.1.7 ดูดสารละลายส่วนบน ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ใส่ autosampler vials นำไปแปลปริมาณด้วยแก๊สไนโตรเจนจนแห้งปรับปริมาตรด้วย hexane 1 มิลลิลิตร นำไปตรวจวิเคราะห์ สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน และสารกลุ่มไพรีทรอยด์ ด้วยเครื่อง GC- μ ECD

3.5.2 การตั้งค่าสถานะของเครื่อง Gas Chromatograph Flame Photometric Detector (FPD) และ Micro Electron Capture Detector (μ ECD)

3.5.2.1 Capillary Column ชนิด DB 1701P ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.32 มิลลิเมตร ความยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม (stationary phase) ที่ใช้เคลือบในคอลัมน์ 0.25 ไมโครเมตร (GC-FPD)

3.5.2.2 Capillary Column ชนิด Ultra-1 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.32 มิลลิเมตร ความยาว 25 เมตร ความหนาของฟิล์ม (stationary phase) ที่ใช้เคลือบในคอลัมน์ 0.17 ไมโครเมตร (GC- μ ECD)

3.5.2.3 การตั้งค่าอุณหภูมิ Oven

Oven Ramp	Rate ($^{\circ}$ C/min)	Temp ($^{\circ}$ C)	Hold (min)	Run Time (min)
Initial		70	3.00	3.00
Ramp 1	15	120	1.00	7.33
Ramp 2	15	250	6.33	22.33
Ramp 3	15	260	10.00	33.33
Post Run				33.33

3.5.2.4 อุณหภูมิ injector 250° C

3.5.2.5 ฉีดแบบ splitless mode

3.5.2.6 constant flow 2.2 mL/min

3.5.2.7 อุณหภูมิ Detector μ ECD 300° C , Detector FPD 250° C

3.5.2.8 H₂ Flow 150 มิลลิลิตร/นาที

3.5.2.9 Air Flow 100 มิลลิลิตร/นาที

3.5.2.10 N₂ (Makeup Flow) 60 มิลลิลิตร/นาที

3.5.2.11 volume inject 1 ไมโครลิตร

3.5.3 การตั้งสภาวะของเครื่อง LC-MS/MS: Agilent 1200HPLC และ Agilent 6410 Triple Quadrupole LC/MS/MS

3.5.3.1 Column: Kinetex™ 2.6 µm XB-C18 100 A°, LC Column 100 x 2.1 mm

3.5.3.2 Mobile phase : 5mM Ammonium formate in Water, Acetonitrile

3.5.3.3 Flow rate 0.4 ml/min

3.5.3.4 Injection Volume 2 µL

3.5.3.5 ESI, Positive mode

3.5.3.6 Gas temperature 350 °C, Gas flow 12 L/min

3.5.3.7 Nebilizer 40 PSI, Capillary 4000 V ใช้ MRM

8. ผลการทดลอง

1. Homogeneity Test

สุ่มตัวอย่าง fortified sample จำนวน 10 ขวด นำมาตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างตามวิธีวิเคราะห์ (ข้อ 3.5.1) ขวดละ 2 ซ้ำ (จำนวนข้อมูล (n) =20) หาปริมาณสารพิษตกค้างด้วยเครื่อง GC-FPD และ LC-MS/MS โดยใช้ calibration curve แบบ matrix-matched standards นำผลการตรวจวิเคราะห์มาประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้สถิติ ISO 13528 (2005) (ตารางที่ 3) พบว่า ค่า S_s น้อยกว่า ค่า $0.3*SD_p$ แสดงว่าตัวอย่าง มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และจากการใช้สถิติ IUPAC (2006) ในการประเมิน พบว่าค่า S^2sam น้อยกว่าค่า C แสดงว่า ตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน

ตารางที่ 3 ผลการทดสอบ Homogeneity test

Homogeneity test	Papaya (S2)			
	carbaryl	deltamethri n	profonofos	methomyl*
Mean,mg/kg	0.118970	0.311743	0.213139	0.089290
ISO 13528 (2005)				
S_s ,mg/kg	0.000648	0.001131	0.003108	0.000309
SD_p	0.026873	0.059656	0.043440	0.020199
$0.3*SD_p$	0.008062	0.017897	0.013032	0.006060
Pass/Failed	Pass	Pass	Pass	Pass
IUPAC (2006)				
S^2sam	4.20E-07	1.28E-06	9.66E-06	9.53E-08
C	0.000128	0.000983	0.000369	0.000073

Pass/Failed	Pass	Pass	Pass	Pass
-------------	------	------	------	------

2. Stability Test

สุ่มตัวอย่าง fortified sample มาทำการทดสอบความคงตัวของสารตกค้างในตัวอย่าง ที่ระยะเวลาและอุณหภูมิต่างๆ ดังนี้ ศึกษาที่ อุณหภูมิห้อง (25 ± 5 °C) ที่ 3, 5 และ 7 วัน นับจากวันส่งตัวอย่าง และ ที่อุณหภูมิ freezer (ไม่น้อยกว่า -18 °C) ที่ 30 วัน (วันรายงานผล) นับจากวันส่งตัวอย่าง โดยทำการตรวจวิเคราะห์วันละ 5 ซ้ำ (n=5) ผลการตรวจวิเคราะห์ที่ได้แก่ ความเข้มข้นเฉลี่ย และ % recovery ที่อุณหภูมิและระยะเวลาต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4 และ เปรียบเทียบความแตกต่าง (%RPD : Relative Percent Difference) ของผลการทดสอบที่ระยะเวลาต่างๆ กับผลการทดสอบที่ 0 วัน (ข้อมูลจากการทดสอบ Homogeneity) โดย % RPD เป็นค่าลบ (-) แสดงว่ามีการลดลงของสาร และทำการศึกษาเปอร์เซ็นต์ของปริมาณสารเทียบความเข้มข้นที่ 0 วัน เมื่อคิดความเข้มข้นที่ 0 วันเป็น 100 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 5) ผลการศึกษาสรุปได้ดังนี้

พบว่า % recovery ของการตรวจวิเคราะห์ อยู่ในช่วง 91-117 ผลการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่ระยะเวลาและ อุณหภูมิ ต่างๆ ที่เก็บรักษาตัวอย่าง เมื่อเทียบกับ ปริมาณสารพิษตกค้างที่ 0 วัน พบว่าสารที่เดิมในตัวอย่างทุกสารยกเว้น methomyl มีความคงทน ที่ 0-7 วัน เมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องและตู้เย็น และมีความคงทนที่ 30 วันเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิ freezer โดยระยะเวลาการเก็บรักษา 0-7 วัน ที่อุณหภูมิห้องที่มี % RPD มีค่าอยู่ในช่วง -0.2 ถึง 4.4 ที่อุณหภูมิตู้เย็น มี % RPD อยู่ในช่วง -2.8 ถึง 1.5 และ ระยะเวลาการเก็บรักษา 30 วัน ที่อุณหภูมิ freezer มี % RPD อยู่ในช่วง -5.5 ถึง 2.5 อย่างไรก็ตามการส่งตัวอย่าง ห้องปฏิบัติการจะได้รับตัวอย่างภายใน 3 วันจึงไม่มีผลต่อการทดสอบ ส่วน เปอร์เซ็นต์ของปริมาณสารเทียบความเข้มข้นที่ 0 วัน เมื่อคิดความเข้มข้นที่ 0 วันเป็น 100 เปอร์เซ็นต์ พบว่าในช่วงระยะเวลาการเก็บรักษา มีความแตกต่างของปริมาณสาร - 10.6 ถึง 19.1 % ส่วน methomyl ไม่มีความคงทน ที่ 0-7 วัน เมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องและตู้เย็น และมีแนวโน้มไม่มีความคงทนที่ 30 วันเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิ freezer

ตารางที่ 4 ความเข้มข้นเฉลี่ย (5ซ้ำ) และ % recovery ที่อุณหภูมิและระยะเวลา ต่างๆ

Temp.	Day	Papaya (S2)							
		carbaryl		deltamethrin		profonofos		methomyl*	
		Conc. (mg/kg)	% Rec.	Conc. (mg/kg)	% Rec.	Conc. (mg/kg)	% Rec.	Conc. (mg/kg)	% Rec.
Room temp.	0	0.1190	105	0.3117	99	0.2131	92	0.0893	91
	3	0.1196	109	0.3260	117	0.2355	110	<0.01	91
	5	0.1129	102	0.3535	111	0.2062	119	<0.01	97
	7	0.1179	106	0.3712	106	0.2350	107	<0.01	95

Refrigerator	0	0.1190	105	0.3117	99	0.2131	92	0.0893	91
	3	0.1162	109	0.3238	117	0.2259	110	0.0654	91
	5	0.1178	102	0.3107	111	0.2245	119	0.0423	97
	7	0.1208	106	0.3331	106	0.1905	107	0.0328	95
Freezer	0	0.1190	105	0.3117	99	0.2131	92	0.0893	91
	30	0.1159	101	0.3450	99	0.2121	99	0.0716	102

หมายเหตุ : methomyl* อยู่ใน Target Pesticide List เติมเพื่อประเมิน stability ของสารในตัวอย่างและไม่ใช่ในการประเมินผล

ตารางที่ 5 การเปรียบเทียบความแตกต่าง (%RPD) และเปอร์เซ็นต์การลดลงของสารที่ความเข้มข้นเฉลี่ย ที่ระยะเวลาต่างๆ เทียบกับความเข้มข้นเฉลี่ยที่ 0 วัน

การเปรียบเทียบความแตกต่าง (%RPD) เทียบกับความเข้มข้นเฉลี่ยที่ 0 วัน

Temp.	Day	Papaya (S2)			
		carbaryl	deltamethrin	profonofos	methomyl*
		%RPD			
Room temp.	0	0.0	0.0	0.0	0.0
	3	0.1	1.1	2.5	-
	5	-1.3	3.1	-0.8	-
	7	-0.2	4.4	2.4	-
	0	0.0	0.0	0.0	0.0
Refrigerator	3	-0.6	0.9	1.5	-7.7
	5	-0.2	-0.1	1.3	-17.9
	7	0.4	1.7	-2.8	-23.1
Freezer	0	0.0	0.0	0.0	0.0
	30	-0.7	2.5	-0.1	-5.5

เปอร์เซ็นต์ของสารเทียบกับความเข้มข้นเฉลี่ยที่ 0 วัน (โดยความเข้มข้นที่ 0 วันเท่ากับ 100 เปอร์เซ็นต์)

Temp.	Day	Papaya (S2)			
		carbaryl	deltamethrin	profonofos	methomyl*

		% Residue decreasing from day 0			
Room temp.	0	0.0	0.0	0.0	0.0
	3	0.5	4.6	10.5	-100.0
	5	-5.1	13.4	-3.2	-100.0
	7	-0.9	19.1	10.3	-100.0
Refrigerator	0	0.0	0.0	0.0	0.0
	3	-2.3	3.9	6.0	-26.8
	5	-1.0	-0.3	5.3	-52.6
	7	1.6	6.9	-10.6	-63.2
Freezer	0	0.0	0.0	0.0	0.0
	30	-2.6	10.7	-0.5	-19.8

3. การประเมินผลการทดสอบ

3.1 False Positive and False Negative

3.1.1 False positives

การรายงานผลทดสอบว่า ตรวจพบสารพิษตกค้าง ชนิดที่ ไม่มีการตรวจพบ โดยห้องปฏิบัติการผู้จัดเตรียมตัวอย่างและไม่มีการรายงานตรวจพบโดย ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่ที่เข้าร่วมทดสอบ และ ปริมาณสารที่รายงานตรวจพบมีปริมาณมากกว่าหรือเท่ากับค่าปริมาณต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ (LOQ) (DG-SANCO, 2010) พบว่ามีห้องปฏิบัติการรายงานผลเป็น false positives จำนวน 2 ห้องปฏิบัติการโดยรายงาน พบ β -endosulfan ในตัวอย่าง มะละกอ (BL-PPY) 1 ห้องปฏิบัติการ และตัวอย่าง มะละกอ (S2) 1 ห้องปฏิบัติการ ซึ่งปริมาณที่พบ สูงกว่าค่า LOQ (ตารางที่ 6)

ตารางที่ 6 การรายงานผลที่เป็น False positives

Sample No.	LAB Code	Pesticide	Result (mg/kg)	%Recovery	LOQ (mg/kg)
BL-PPY	21	β -endosulfan	0.008	15.4	-
S2	9A	β -endosulfan	0.08	70	0.005

	9B	β -endosulfan	0.07	72	0.005
--	----	---------------------	------	----	-------

3.1.2 False Negatives

เป็นผลการทดสอบที่รายงานว่า ไม่พบสารพิษตกค้าง ชนิดที่มีการเติมลงในตัวอย่าง (DG-SANCO, 2010) พบว่ามี ห้องปฏิบัติการรายงานผลเป็น false negative จำนวน 1 ห้องปฏิบัติการ รายงานว่าไม่พบสาร deltamethrin ในตัวอย่าง มะละกอ (S2) และ (ตารางที่ 7)

ตารางที่ 7 การรายงานผลที่เป็น False negatives

Sample No.	LAB Code	Pesticide
S2	15	deltamethrin

4. การประเมิน Assigned (consensus) Values

การคำนวณค่า assigned values ที่ใช้ในการประเมินผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ ตามแนวทางของ The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analysis Laboratories และ ISO 13528 (2005) โดยใช้ robust mean (X^*) ที่คำนวณจากผลการตรวจวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ ผลดังตารางที่ 7 จะเห็นว่าความเข้มข้นของ robust mean มีค่าใกล้เคียงกับค่า median ของความเข้มข้น ของผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ

ตารางที่ 8 Assigned Values (Robust mean(X^*)) ที่ใช้ในการเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ระหว่างห้องปฏิบัติการ (n : จำนวนข้อมูล)

Sample No.	Pesticide	Participants			Robust mean(X^*) (mg/kg)
		Mean (mg/kg)	Median (mg/kg)	n	
S2	carbaryl	0.095	0.099	17	0.10
	deltamethrin	0.249	0.250	19	0.22
	profonofos	0.192	0.180	21	0.16

5. การประเมิน Target Standard Deviation

ใช้ค่าของ Horwitz predicted SD (SDp) ที่คำนวณจากความเข้มข้นของสารที่เป็นค่า assigned values หรือค่า robust mean (X*) (ตารางที่ 8) โดยคำนวณ ตามสมการที่ 1 และ 2 (Horwitz and Albert, 2006) ผลการคำนวณดังตารางที่ 9 พบว่า ค่า % RSD ของผลการทดสอบจากห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ มีค่า สูงกว่า % RSDp จากการคำนวณ แต่เมื่อทำการตัด outline ของผลการทดสอบออก พบว่า % RSD จะมีค่าใกล้เคียงกับ % RSDp จึงใช้ค่า Horwitz predicted % RSDp โดยใช้สูตรการคำนวณสำหรับ reproducibility ดังสมการที่ 1 และหา Target Standard Deviation หรือ SDp สมการที่ 2

$$\text{สมการที่ 1} \quad \text{RSDp} = 2^{(1-0.5\log C)}$$

$$\text{สมการที่ 2} \quad \text{SDp} = (\text{RSDp} \times \text{mean}) / 100$$

ตารางที่ 9 ค่า Target Standard Deviation ที่ใช้ในการเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ระหว่างห้องปฏิบัติการ

Sample No.	Pesticide	Participants			Horwitz predicted	
		Mean (mg/kg)	SD (mg/kg)	%RSD	SDp	% RSDp
S2	carbaryl	0.095	0.099	29.3	0.023	22.6
	deltamethrin	0.249	0.250	62.7	0.044	20.1
	profonofos	0.192	0.180	63.5	0.034	21.1

6. z-scores

การประเมินผลการทดสอบ ที่ได้รับจากห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ โดยเปรียบเทียบกับค่า assigned value โดยใช้ z score ในการประเมินผล ตามสมการที่ 3

$$\text{สมการที่ 3} \quad z = \frac{(X - X^*)}{\sigma}$$

σ

X ผลวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ

X* assigned value ใช้ค่า robust mean ตามตารางที่ 6

σ target standard deviation .ใช้ค่า SDp ของแต่ละรายการวิเคราะห์ ตามตารางที่ 7

การประเมินผลค่า z-Scores ดังนี้

- |z| ≤ 2 ผลทดสอบเป็นที่น่าพอใจ (Satisfactory)
- 2 < |z| < 3 ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย (Questionable)
- |z| ≥ 3 ผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ (Unsatisfactory)

6. ผลการทดสอบและการประเมินผล

6.1 ผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการ

ห้องปฏิบัติการ ที่ตอบรับเข้าร่วมทดสอบทั้งสิ้น 22 ห้องปฏิบัติการ มีการส่งผลการทดสอบทั้งสิ้น 22 ห้องปฏิบัติการ โดย ห้องปฏิบัติการ LAB Code 1 และ 9 ได้ส่งรายงานผลการทดสอบ 2 ชุด โดยใช้วิธีการตรวจวิเคราะห์ที่แตกต่างกัน ห้องปฏิบัติการได้แจ้งชนิดของสารพิษตกค้างที่ไม่ได้อยู่ในรายการทดสอบ (NT-not tested)

6.2 การประเมินผล

6.2.1 การประเมินตัวอย่าง Blank sample

พบว่าห้องปฏิบัติการรายงานผลเป็น false positives จำนวน 1 ห้องปฏิบัติการ โดยพบสาร β -endosulfan ห้องปฏิบัติการอื่น รายงานไม่พบสารพิษตกค้าง สอดคล้องกับ ผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยสารพิษตกค้าง (ตารางที่ 1)

5.2.2 การประเมินตัวอย่าง Fortified sample

ประเมิน z-score โดยใช้ Assigned Values (ตารางที่ 7) และ ค่า Target Standard Deviation (ตารางที่ 8) คำนวณ z-score ตามสมการที่ 3

9. สรุปการจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายในและการประเมินความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ

การจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายในสำหรับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม Organophosphorus และ Carbamate ในผลไม้ และการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ ได้ดำเนินการในช่วง สิงหาคม - กันยายน 2558 โดยทดสอบสารพิษตกค้างใน ตัวอย่าง มะละกอ 2 ตัวอย่าง คือ มะละกอ sample blank 1 ตัวอย่าง คือ BL-PPY และ spiked sample คือ S2 สารพิษตกค้างในขอบข่าย 4 กลุ่ม ได้แก่ กลุ่มออร์กาโนคลอรีน 3 ชนิด กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 23 ชนิด กลุ่มไพรีทรอยด์ 7 ชนิด และกลุ่มคาร์บาเมท 7 ชนิด รวมทั้งสิ้น 40 ชนิด มีห้องปฏิบัติการตอบรับเข้าร่วมการทดสอบ รวม 22 ห้องปฏิบัติการ

การเตรียมตัวอย่าง fortified sample มีการเติมสาร เติมน้ำ carbyl , deltamethrin และ profonofos ที่ความเข้มข้น 0.10, 0.3 และ 0.20 mg/kg ตามลำดับ และ เติมน้ำ methomyl ที่ความเข้มข้น 0.10 mg/kg เพื่อประเมินความคงทน (stability) ของสารในตัวอย่าง และ ไม่ใช้ในการประเมินผล

การประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน ของตัวอย่าง โดยใช้สถิติ โดยใช้สถิติ ISO 13528 (2005) พบว่า ค่า S_p น้อยกว่า ค่า $0.3 \cdot SD_p$ แสดงว่าตัวอย่าง มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และจากการใช้สถิติ IUPAC (2006) ในการประเมิน พบว่าค่า S^2_{sam} น้อยกว่าค่า C แสดงว่า ตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน

การทดสอบความคงตัวของสารตกค้างในตัวอย่าง โดยศึกษาที่ อุณหภูมิห้อง (25 ± 5 °C) ที่ 3, 5 และ 7 วัน นับจากวันส่งตัวอย่าง และที่อุณหภูมิ freezer (ไม่น้อยกว่า -18 °C) ที่ 30 วัน (วันรายงานผล) นับจากวันส่งตัวอย่าง ทำการตรวจวิเคราะห์วันละ 5 ชั่วโมง เปรียบเทียบความแตกต่าง (%RPD) ของความเข้มข้นเฉลี่ยที่ระยะเวลาต่างๆ กับความเข้มข้นเฉลี่ยที่ 0 วัน และทำการศึกษาเปอร์เซ็นต์ของปริมาณสารเทียบความเข้มข้นที่ 0 วัน เมื่อคิดความเข้มข้นที่ 0 วันเป็น 100 เปอร์เซ็นต์ ผลการศึกษา พบว่าพบว่า % recovery ของการตรวจ

วิเคราะห์ อยู่ในช่วง 91-117 ผลการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างที่ระยะเวลาและ อุณหภูมิ ต่างๆ ที่เก็บรักษา ตัวอย่าง เมื่อเทียบกับ ปริมาณสารพิษตกค้างที่ 0 วัน พบว่าสารที่เติมในตัวอย่างทุกสารยกเว้น methomyl มีความคงทน ที่ 0-7 วัน เมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องและตู้เย็น และมีความคงทนที่ 30 วัน ส่วน เปอร์เซ็นต์ของ ปริมาณสารเทียบความเข้มข้นที่ 0 วัน เมื่อคิดความเข้มข้นที่ 0 วันเป็น 100 เปอร์เซ็นต์ พบว่าในช่วงระยะเวลา การเก็บรักษา มีความแตกต่างของปริมาณสาร -10.6ถึง 19.1 % ส่วน methomyl ไม่มีความคงทน ที่ 0-7 วัน เมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องและตู้เย็น และมีแนวโน้มไม่ความคงทนที่ 30 วันเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิ freeze ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ ได้รายงานผลการทดสอบตามวันเวลาที่กำหนดรวมทั้งสิ้น 22 ห้องปฏิบัติการ และมี 2 ห้องปฏิบัติการรายงานผล 2 รายงานตามเทคนิควิธีการตรวจวิเคราะห์ ผลการทดสอบที่คาดหวังรวมทั้งสิ้น 72 ข้อมูล มีการรายงานผลทั้งสิ้น 57 ข้อมูลคิดเป็น 79.2 % ของผลการทดสอบที่คาดหวัง พบว่า รายงาน เป็น false negative 1.39 % ชนิดสารไม่อยู่ในขอบข่ายของห้องปฏิบัติการ 19.4 % สารที่มีการรายงานผลมากที่สุด ได้แก่ profenofos มีการรายงานผล 87.5 % สารที่มีการรายงานผลน้อยที่สุด ได้แก่ carbaryl มีการ รายงานผล 70.8 % สารที่รายงานเป็น false negative ได้แก่ deltamethrin ข้อมูลสรุป ดังตารางที่ 10

ตารางที่ 10 ภาพรวมของการรายงานผลการทดสอบ และเปอร์เซ็นต์ผลการทดสอบสารแต่ละชนิด

Sample	Sample No.	Pesticide	Report	Not Tested	Not Participated	False Negative (Not Reported)	Total	% Result
Papaya	S2	carbaryl	17	7	0	0	24	70.8
		deltamethrin	19	4	0	1	24	79.2
		profonofos	21	3	0	0	24	87.5
Total			57	14	0	1	72	average
% of data			79.2	19.4	0	1.39	100	79.2

ผลการประเมินค่า z-Score พบว่าผลการทดสอบส่วนใหญ่อยู่ใน เกณฑ์น่าพอใจถึง 69 % โดยมีค่า $|z\text{-Score}| \leq 2$ พบว่า carbaryl และ profonofos มีค่า z-Score อยู่ในช่วงนี้ มากกว่า 80 % ผลทดสอบอยู่ใน เกณฑ์ น่าสงสัย 15.5 % โดยมีค่า $2 < |z\text{-Score}| < 3$ และผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ 15.5 % โดยมีค่า $|z\text{-Score}| \geq 3$ ผลการทดสอบ deltamethrin มีผลการทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจมากที่สุดคือ 35 % และได้มี การนำผลการทดลองที่เป็น false negative หรือ not reported ของ deltamethrin ประเมินค่า z-Score โดย ความเข้มข้นที่ใช้ในการประเมิน เท่ากับ 0.00 mg/kg ข้อมูลสรุป ดังตารางที่ 11

Sample	Sample Code	Pesticide	Reported data	$ z \leq 2$		$2 < z < 3$		$ z \geq 3$	
				Result	% Result	Result	% Result	Result	% Result
Papaya	S2	carbaryl	17	15	88.2	2	11.8	-	-
		deltamethrin*	20	8	40.0	5	25	7	35

	profonofos	21	17	81.0	2	9.5	2	9.5
sum of data		58	40	-	9	-	9	-
% of data		100	69.0	-	15.5	-	15.5	-

ตารางที่ 11 % ของผลการทดสอบ ที่มีค่า z-Score ในช่วงต่างๆ

หมายเหตุ * นำข้อมูลที่เป็น NR หรือ false negative มาคำนวณ z- score

$|z| \leq 2$ ผลทดสอบเป็นที่น่าพอใจ (Satisfactory)

$2 < |z| < 3$ ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย (Questionable)

$|z| \geq 3$ ผลทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ (Unsatisfactory)

10. การนำไปใช้ประโยชน์

1. ห้องปฏิบัติการที่ร่วมทดสอบความสารถ โดยเฉพาะที่สังกัดกรมวิชาการเกษตร ได้ทดสอบความสามารถของห้องปฏิบัติการเปรียบเทียบกับห้องปฏิบัติการอื่น และนำผลที่ได้ไปวิเคราะห์ถึงปัญหาที่มีผลต่อผลการตรวจวิเคราะห์และหาทางแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้น

2. ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ ใช้เพื่อสร้างความมั่นใจ ให้กับลูกค้าของห้องปฏิบัติการ เพื่อชี้ให้เห็นความแตกต่างของการเปรียบเทียบ ผลระหว่างห้องปฏิบัติการ

3. ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยวัตถุดิบพืชทางการเกษตร ได้ข้อมูลการเตรียมตัวอย่างอ้างอิง และนำไปพัฒนาการเตรียมตัวอย่างอ้างอิง และการจัดส่งตัวอย่างอ้างอิงในครั้งต่อไป

11. เอกสารอ้างอิง

DC-SANCO. 2010. General Protocol for EU Proficiency Tests for Pesticide Residues in Food and Feed. European Union, Health and Consumer Protection Directorate General.

EN 15662. 2008. Foods of plant origin - Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE - QuEChERS-method

Horwitz, W. and Alibert, R. 2006. The Horwitz ratio (Horrat) : a useful index of method performance with respect to precision. Journal of AOAC International. 89,4, 2006, 1095-1108.

ISO Guide 35. 2006. Reference materials- General and statistical principles for certification. International Organization for Standardization (ISO), Geneva, Switzerland.

ISO 13528. 2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

IUPAC. 2006. The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories . Pure Appl. Chem., 78, 1 : 145-196. (2006)

Steinwandter H. 1985. Universal 5 min on-line Method for Extracting and Isolating Pesticide Residue and Industrial Chemicals. Fresenius Z. Anal. Chem. No. 1155.

The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories . Pure Appl. Chem., 78, 1 : 145-196. (2006)

