

การประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการ ผ่านการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตในมันฝรั่ง

รัตติยากร ศรีโคตร ภรพรรณ ส่งศรี และ วีรวิทย์ วิทยานันท์

สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ถนนพหลโยธิน 11000

บทคัดย่อ สารกลุ่มควอต ได้แก่ paraquat, diquat, chlormequat และ mepiquat เป็นสารกำจัดวัชพืชประเภทไม่เลือกทำลายที่นิยมนำมาใช้กันอย่างกว้างขวาง การวิเคราะห์สารตกค้างเหล่านี้ในอาหารจึงต้องได้รับการตรวจสอบโดยห้องปฏิบัติการที่มีความสามารถ ในปี พ.ศ. 2568 สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร ได้ดำเนินการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตในมันฝรั่ง โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อประเมินความสามารถในการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตในผักและผลไม้ของห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐและเอกชน โดยจัดหามันฝรั่งที่ตรวจไม่พบสารตกค้างนำมาเติมสารมาตรฐาน 2 ชนิด ได้แก่ paraquat และ chlormequat แบ่งตัวอย่างออกเป็น 2 ชุด คือ test sample 1 และ test sample 2 แต่ละชุดนำมาเติมสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นแตกต่างกันใช้เป็นตัวอย่างทดสอบ ทำการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันก่อนการจัดส่งให้กับสมาชิก การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการใช้การทดสอบทางสถิติตาม ISO 13528:2022 สำหรับ paraquat ใช้ค่ากำหนดที่เป็นค่าพ้องของสมาชิก ส่วน chlormequat ใช้ผลวิเคราะห์จากห้องปฏิบัติการเดียว ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ คำนวณจาก Horwitz's equation modified by Thompson ศึกษาความคงตัวของตัวอย่างทดสอบที่ 2 สภาวะโดยเก็บตัวอย่างที่อุณหภูมิ ≤ -15 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิ 2-8 องศาเซลเซียส นาน 3 วัน พบว่าตัวอย่างมีความคงตัวเหมาะสม ผลวิเคราะห์จากห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วม 11 แห่ง ถูกประเมินด้วยค่า z-scores หรือ z'-scores เพื่อแสดงความสามารถของห้องปฏิบัติการ ผลวิเคราะห์ paraquat จำนวน 14 ค่า และ chlormequat จำนวน 7 ค่า พบว่าผลการประเมินอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้คิดเป็นร้อยละ 92.9 และ 85.7 ตามลำดับ บ่งชี้ว่าโดยรวมแล้วห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมในครั้งนี้มีความสามารถในการวัดและให้ผลวิเคราะห์ที่มีความน่าเชื่อถือ

คำสำคัญ: การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ, สารกำจัดวัชพืช, สารกลุ่มควอต, มันฝรั่ง

Corresponding author E-mail: srikoterattiyakorn@gmail.com

Received: 28 August 2025

Revised: 14 November 2025

Accepted: 17 November 2025

บทนำ

สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอต (Quaternary ammonium compounds หรือ Quats) เป็นสารกำจัดวัชพืชแบบสัมผัส (contact herbicide)⁽¹⁾ ที่มีคุณสมบัติในการกำจัดวัชพืชได้อย่างรวดเร็วและมีประสิทธิภาพสูง โดยทำลายเนื้อเยื่อพืชโดยตรง นิยมใช้กำจัดวัชพืชในพื้นที่การเกษตร เช่น พืชสวน พืชไร่ หรือพื้นที่รกร้าง การใช้สารในกลุ่มนี้อาจมีอันตรายต่อสุขภาพและสิ่งแวดล้อม ในอดีตมีการนำเข้าสู่สารในกลุ่มนี้เป็นจำนวนมาก จากข้อมูลสถิติของกรมวิชาการเกษตร ปี พ.ศ. 2560 มีรายงานสรุปการนำเข้าสาร paraquat ซึ่งเป็นวัตถุอันตรายทางการเกษตร ปริมาณนำเข้าสูงถึง 44,501 ตัน⁽²⁾ แม้ในปัจจุบันได้ถูกยกเลิกการใช้งานในประเทศไทยแล้ว แต่ยังสามารถตกค้างในสิ่งแวดล้อมได้ โดยสารในกลุ่มนี้จะถูกดูดซับในดินอย่างรวดเร็ว และสามารถตกค้างและย่อยสลายได้ช้ามาก โดยมีค่าครึ่งชีวิตยาวนานกว่า 10 ปี⁽³⁾ แม้สารเคมีเหล่านี้เป็นสารที่ระเหยเป็นไอได้ยาก แต่สามารถลอยอยู่ในอากาศในลักษณะอนุภาค และอาจถูกฝนชะล้างลงสู่พื้นดินหรือแหล่งน้ำได้ สามารถตรวจพบได้ทั้งในน้ำผิวดิน น้ำตื้น และน้ำใต้ดิน ซึ่งอาจส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตในแหล่งน้ำได้ การตกค้างของสารเคมีในดินและน้ำจะเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตในระบบนิเวศ เช่น ทำลายคลอโรฟิลล์ในพืชน้ำ และเป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำ สารในกลุ่มนี้มีพิษร้ายแรงหากสัมผัสทางผิวหนังอาจทำให้เกิดการระคายเคือง แต่หากเข้าสู่ร่างกายโดยการกลืนกินหรือสูดดม⁽⁴⁾ จะส่งผลกระทบต่อระบบทางเดินหายใจ ตับ ไต และหัวใจ อาจทำให้เสียชีวิตได้ การใช้สารเคมีกลุ่มนี้โดยไม่มีอุปกรณ์ป้องกันที่เหมาะสม ทำให้เกษตรกรมีความเสี่ยงสูงที่จะได้รับสารพิษเข้าสู่ร่างกาย paraquat เป็นสารเคมีที่ถูกห้ามในการผลิต⁽⁵⁾ นำเข้า ส่งออก นำผ่าน หรือมีไว้ครอบครอง และจำหน่ายในประเทศไทยตั้งแต่วันที่ 1 มิถุนายน พ.ศ. 2563 เนื่องจากพิษร้ายแรงและอันตรายต่อสุขภาพและสิ่งแวดล้อม อย่างไรก็ตามสารในกลุ่มควอตอื่นๆ เช่น chlormequat ยังคงมีการใช้อยู่ภายใต้การควบคุมที่เข้มงวด การตรวจวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตควรต้องดำเนินการโดยห้องปฏิบัติการที่มีมาตรฐานและมีความน่าเชื่อถือ เพื่อให้ผลการตรวจวิเคราะห์มีความ

แม่นยำและสามารถใช้ในการตัดสินใจได้อย่างถูกต้อง ห้องปฏิบัติการที่ได้การรับรองมาตรฐาน เช่น ISO/IEC 17025 แสดงให้เห็นว่ามีระบบการจัดการคุณภาพและความสามารถทางเทคนิคในการทดสอบที่ถูกต้องตามหลักสากล การเลือกใช้เทคนิค ห้องปฏิบัติการที่ได้มาตรฐานจะใช้เทคนิคการวิเคราะห์ขั้นสูงและมีความจำเพาะเจาะจงสูง เช่น เทคนิค Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS/MS) หรือ Liquid Chromatography-Mass Spectrometry (LC-MS/MS) เพื่อให้สามารถตรวจสอบสารตกค้างได้ในระดับน้อยมาก (trace level) และมีความแม่นยำสูง สอดรับกับการบังคับใช้กฎหมายที่หน่วยงานกำกับดูแลภาครัฐ รวมถึงหน่วยงานต่างประเทศ สามารถใช้เป็นหลักฐานทางกฎหมายในการบังคับใช้มาตรฐานความปลอดภัยของอาหาร เพื่อการพัฒนาและปรับปรุงคุณภาพการตรวจวิเคราะห์ที่แม่นยำของห้องปฏิบัติการให้ได้มาตรฐาน ในการป้องกันภัยสุขภาพของผู้บริโภค

การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ (Interlaboratory comparison; ILC)⁽⁶⁾ คือการประเมินความสามารถและประเมินผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการตั้งแต่ 2 แห่ง หรือมากกว่า ในการทดสอบตัวอย่างเดียวกันตามสภาวะที่กำหนดไว้ เป็นการยืนยันว่าผลวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการต่างๆ สามารถนำมาเปรียบเทียบกันได้อย่างเท่าเทียม หากห้องปฏิบัติการทดสอบ (testing laboratory) ต้องการให้ผลการวิเคราะห์ที่มีความน่าเชื่อถือและเป็นที่ยอมรับ จำเป็นต้องมีระบบคุณภาพที่สอดคล้องกับมาตรฐานที่กำหนดไว้ในระบบคุณภาพ ISO/IEC 17025⁽⁷⁾ ซึ่งเป็นมาตรฐานสากล และได้การรับรองความสามารถจากหน่วยรับรองห้องปฏิบัติการ (accreditation body) เพื่อประกันความสามารถของห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์ ผู้จัดการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ (provider) จะจัดส่งตัวอย่างที่แบ่งมาจากตัวอย่างเดียวกัน ไปยังห้องปฏิบัติการสมาชิกในเวลาเดียวกัน เพื่อให้สมาชิกทำการวิเคราะห์และส่งผลภายในเวลาที่กำหนด การเข้าร่วมการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการเป็นกระบวนการควบคุมคุณภาพการตรวจวิเคราะห์ภายนอก จึงเป็นปัจจัยชี้บ่งถึงความสามารถหรือ

ปัญหาในการวิเคราะห์ที่ได้ระดับหนึ่งว่านอกเหนือจากการเลือกใช้วิธีวิเคราะห์ที่มีการทดสอบความใช้ได้ของวิธีและยืนยันความเหมาะสม (validated method) การเลือกใช้เครื่องมือวัดที่ผ่านการสอบเทียบ (calibrated equipment) และการควบคุมคุณภาพภายใน (internal quality control) อีกทั้งต้องมีการควบคุมคุณภาพจากภายนอก (external quality control) โดยเข้าร่วมการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ เพื่อตรวจสอบหรือเฝ้าระวังความสามารถในการวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการและให้เป็นไปตามข้อกำหนดของหน่วยงานที่ให้การรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการ การตรวจวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตมีความซับซ้อนและต้องใช้เทคนิควิเคราะห์ที่มีความจำเพาะเจาะจงและแม่นยำสูง หน่วยงานที่เป็นผู้จัดการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการนอกจากจะต้องมีความสามารถในการบริหารจัดการและดำเนินงานภายใต้ระบบคุณภาพ ISO/IEC 17043:2023 แล้ว ยังต้องมีความสามารถในการวิเคราะห์มีประสบการณ์ ทักษะ และทราบเทคนิคการวิเคราะห์เป็นอย่างดี สามารถระบุปัญหาและสิ่งที่ต้องปรับปรุงในกระบวนการวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมได้ เป็นการส่งเสริมการพัฒนาและยกระดับคุณภาพของห้องปฏิบัติการในประเทศไทยให้มีคุณภาพเป็นไปตามมาตรฐานสากล สร้างความเชื่อมั่นให้กับผู้บริโภคด้านความปลอดภัยของผักและผลไม้ และส่งเสริมความเข้มแข็งของระบบเฝ้าระวังความปลอดภัยในการคุ้มครองผู้บริโภคของประเทศ อีกทั้งเป็นการแลกเปลี่ยนเรียนรู้ระหว่างห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมซึ่งเป็นภารกิจหนึ่งของกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ในการประกันคุณภาพผลการวิเคราะห์ โดยเป็นผู้ดำเนินการทดสอบความชำนาญด้านการวิเคราะห์ เพื่อศึกษาความเท่าเทียมกันของผลการวิเคราะห์ และลดค่าใช้จ่ายในการเข้าร่วมทดสอบความชำนาญกับต่างประเทศ

ห้องปฏิบัติการสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร เป็นหน่วยงานที่ได้รับการรับรองความสามารถผู้จัดโปรแกรมทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17043 เวอร์ชัน 2010 และ 2023 จากกองบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ ตั้งแต่ปี พ.ศ. 2555 โดยให้บริการทดสอบความชำนาญในขอบข่ายการวิเคราะห์สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชรวม 3 แผน ในตัวอย่างต่างๆ ได้แก่ กัญชา กัญชงและผลิตภัณฑ์ ผักและผลไม้ และไขมันสัตว์ แต่เนื่องจากสารกำจัดวัชพืชหลายชนิดเป็นสารที่ต้องมีการวิเคราะห์แบบ single residue analysis จึงไม่สามารถรวมอยู่ในขอบข่ายที่ให้บริการได้ รวมทั้งปัจจุบันประเทศไทยยังไม่มีหน่วยงานที่ให้บริการทดสอบความชำนาญการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชในผักและผลไม้ แม้จะมีการให้บริการจากหน่วยงานในต่างประเทศ เช่น Food Analysis Performance Assessment Scheme (FAPAS)⁽⁸⁾ ซึ่งเป็นโปรแกรมทดสอบความชำนาญ (proficiency testing; PT) สำหรับห้องปฏิบัติการทดสอบอาหารของสหราชอาณาจักร เป็นรายการทดสอบสารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตในผัก ผลไม้ และธัญพืช แต่ยังคงมีค่าใช้จ่ายในการเข้าร่วมค่อนข้างสูง รวมทั้งมีการร้องขอจากห้องปฏิบัติการจากหลายหน่วยงานในประเทศให้กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์เป็นผู้ดำเนินการทดสอบความชำนาญหรือการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ ดังนั้นในปีงบประมาณ พ.ศ. 2568 สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร จึงได้ดำเนินการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตในมันฝรั่ง รหัสแผน BQSF ILC 01-68 ระหว่างเดือนกันยายน พ.ศ. 2567 ถึง เดือนมีนาคม พ.ศ. 2568 โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อประเมินความสามารถทางเทคนิคของห้องปฏิบัติการทั้งภาครัฐและเอกชนที่ทำการวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอต โดยมีขอบข่ายเป็นสาร 4 ชนิด ได้แก่ paraquat, diquat, chlormequat และ mepiquat ในผักและผลไม้ ซึ่งมีชนิดตัวอย่างเป็นมันฝรั่ง ผลที่ได้จากการดำเนินงานจะสามารถระบุความแตกต่างของผลที่อาจเกิดจากวิธีวิเคราะห์และสภาวะต่างๆ ที่แตกต่างกัน ใช้เป็นแนวทางในการพัฒนาความสามารถห้องปฏิบัติการให้มีผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำ และมีความน่าเชื่อถือเพิ่มมากขึ้น โดยสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหารเป็นผู้เตรียมตัวอย่าง กำหนดค่า assigned value และประเมินผลการเปรียบเทียบระหว่างห้องปฏิบัติการ รวมถึงการจัดทำรายงานให้ห้องปฏิบัติการสมาชิกที่เข้าร่วมการทดสอบความชำนาญ

วัสดุและวิธีการ

สารเคมีและสารมาตรฐาน

สารเคมี: acetonitrile HPLC grade (HPLC, Merck, South Korea), methanol HPLC grade (Supelco, USA), formic acid (AR, Fisher Scientific, UK), ammonium formate AR grade (Sigma-Aldrich, India) และ น้ำ RO Type I มีค่า resistivity ระหว่าง 10-18 มิลลิโอห์ม-เซนติเมตร

สารมาตรฐาน: paraquat และ chlormequat เกรดวัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material; CRM) (Dr. Ehrenstorfer, Germany) เป็นสารมาตรฐานในรูปแบบเกลือคลอไรด์ paraquat dichloride ความบริสุทธิ์ 81.57% ค่าความไม่แน่นอน 1.63% และ chlormequat chloride ความบริสุทธิ์ 98.19% ค่าความไม่แน่นอน 2.33% ก่อนนำไปวิเคราะห์คำนวณความเข้มข้นให้อยู่ในรูปแบบ paraquat cation และ chlormequat cation

เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่อง Liquid Chromatography Mass Spectrometer (LC-MS/MS) สำหรับตรวจวิเคราะห์ ชนิดและปริมาณ LC รุ่น 1260 series (Agilent, Singapore), MS/MS รุ่น 5500 QTRAP (AB Sciex, Canada) analytical column: Atlantis[®]HILIC Silica, (2.1 มิลลิเมตร × 150 มิลลิเมตร, 3 ไมโครเมตร), column oven: 35 องศาเซลเซียส, 0.3 มิลลิลิตรต่อนาที, volume inject: 10 ไมโครลิตร, mobile phase A:B (20 มิลลิโมลาร์ ammonium formate: acetonitrile)

เครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียด 0.001 กรัม สำหรับชั่งตัวอย่าง และเครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียด 0.01 มิลลิกรัม (Sartorius, Germany) สำหรับชั่งสารมาตรฐาน, เครื่องปั่นตัวอย่าง (Ronic, France), เครื่องปั่นตกตะกอน (centrifuge) (Thermo Fisher, Germany) ความเร็วรอบ 9,000 รอบต่อนาที, เครื่องหมุนปั่นผสมสารละลาย (Vortex-2 Genie, USA), volumetric flask ชนิด polypropylene (Isolab, Germany) ขนาด 10, 25 และ 50 มิลลิลิตร, micropipette (Eppendorf, Germany) ขนาด 20-200 ไมโครลิตร และขนาด 1-10 มิลลิลิตร, screw cap centrifuge

tube ชนิด polypropylene (Vertical, Thailand) ขนาด 50 มิลลิลิตร, micro-spin filters ชนิด nylon (Vertical, Thailand) ขนาด 0.2 ไมครอน, vial สีขาว ชนิด polypropylene (Biofil, China) ขนาด 1.5 มิลลิลิตร และ syringe ขนาด 6 มิลลิลิตร พร้อม SPE adapter

ตัวอย่างและการเตรียมตัวอย่าง

การศึกษานี้ใช้มันฝรั่งสดเป็นตัวแทนตัวอย่าง ผักและผลไม้ โดยซื้อจากตลาดค้าส่งน้ำหนัก 5 กิโลกรัม นำมาล้างทำความสะอาด ปอกเปลือก หั่นเป็นชิ้นขนาดเล็ก และบดให้ละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน นำมาตรวจวิเคราะห์เบื้องต้นตรวจไม่พบสารตกค้างของสารกำจัดวัชพืชใน ขอบข่ายจากนั้นนำตัวอย่างที่บดละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน แบ่งออกเป็น 2 ส่วน ส่วนที่หนึ่งน้ำหนักประมาณ 1.5 กิโลกรัม ใช้เป็น blank sample และส่วนที่สองน้ำหนัก ประมาณ 3.5 กิโลกรัม สำหรับเตรียม ILC samples ได้แก่ test sample 1 เติมสารมาตรฐาน paraquat และ chlormequat ที่ระดับความเข้มข้นชนิดละ 100 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม และ test sample 2 เติม สารมาตรฐาน paraquat และ chlormequat ที่ระดับ ความเข้มข้น 50 และ 200 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ จากนั้นกวนผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันในหม้อสแตนเลส ขนาดบรรจุ 10 ลิตร สุ่มตัวอย่าง blank sample, test sample 1 และ test sample 2 ทำการสุ่มตัวอย่างที่ 3 ตำแหน่งในภาชนะ (บน กลาง ล่าง) ตำแหน่งละ 10 กรัม เพื่อทดสอบเบื้องต้นก่อนแบ่งบรรจุให้สมาชิกผลการ ทดสอบเบื้องต้นกำหนดให้ปริมาณสารที่ตรวจพบ ทั้ง 3 ตำแหน่ง ต้องมีค่า %RSD น้อยกว่า 25%⁽⁶⁾ จึงนำมาแบ่งบรรจุได้ แบ่งบรรจุตัวอย่างโดยชั่ง ILC sample น้ำหนักขวดละ 100 กรัม ปิดฝาแล้วพันทับด้วย แผ่น parafilm ติดฉลากรหัสตัวอย่าง test sample 1, test sample 2 จำนวนตัวอย่างละ 30 ขวด ด้วยรหัส PA1 001 - PA1 030, PA2 001 - PA2 030 และ blank sample จำนวน 15 ขวด ด้วยรหัส PB 001 - PB 015 ดังแสดงในตารางที่ 1 เก็บรักษาในตู้แช่เยือกแข็ง (อุณหภูมิ ≤ -15 องศาเซลเซียส) (Cooling Line Innovation Co., Ltd., Thailand)

ตารางที่ 1 ความเข้มข้นเป้าหมายของสารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตใน ILC sample

ตัวอย่าง	รหัสตัวอย่าง	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)	
		paraquat	chlormequat
test sample 1	PA1 001 - PA1 030	100	100
test sample 2	PA2 001 - PA2 030	50	200
blank sample	PB 001 - PB 015	0	0

การวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอต

วิธีที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ใช้วิธี EURL-SRM (QuPPE-PO-Method); Version 10.1 (2019)⁽⁹⁾ ซึ่งตัวอย่างผักและผลไม้ 10.0 กรัม ลงใน centrifuge tube ขนาด 50 ml เติมน้ำให้ครบ 100% ของตัวอย่าง โดยคำนวณปริมาตรน้ำกลั่นที่เติมตามความชื้นของแต่ละชนิดตัวอย่าง พิจารณาความชื้น (%water) จากตารางแสดงคุณค่าทางโภชนาการของอาหารไทย กรมอนามัย (2018) ปั่นด้วย vortex mixer นาน 1 นาที เติมน้ำ acidified methanol (1% formic acid ใน MeOH) 10 มิลลิลิตร ปั่นด้วย vortex mixer นาน 1 นาที เชย่ต่อเนืองใน water bath (WB 22, Memmert, Germany) ที่อุณหภูมิ 80±2 องศาเซลเซียส นาน 15 นาที วางทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง หมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 3,000 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส นาน 10 นาที ดูดสารละลาย ส่วนใส ประมาณ 1 มิลลิลิตร ใส่หลอด micro-spin filter 0.45 ไมโครเมตร ชนิด nylon หมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 9,000 รอบต่อนาที 4 องศาเซลเซียส นาน 10 นาที เทสารละลายที่กรองได้ใส่ขวดพลาสติกสีขาว ขนาด 1.5 มิลลิลิตร นำไปตรวจวัดปริมาณด้วยเครื่อง LC-MS/MS (1260-5500 QTRAP, AB Sciex, Canada) โดยมี LOD = 0.005 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และ LOQ = 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม วิธีผ่านการทดสอบความใช้ได้ของวิธี และเป็นวิธีมาตรฐานที่ใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอต ในตัวอย่างผักและผลไม้ของสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร รวมทั้งได้รับการรับรองความสามารถตามระบบคุณภาพมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2017 ของสำนักมาตรฐานห้องปฏิบัติการ มีการควบคุมคุณภาพการตรวจวิเคราะห์ทั้งภายในและการควบคุมคุณภาพภายนอก

การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity test)⁽¹⁰⁾

ตัวอย่าง ILC sample จำนวน 10 ชุด ถูกสุ่มแบบอิสระ (random sampling) แล้วนำมาวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตในผักและผลไม้ ด้วยวิธี EURL-SRM (QuPPE-PO-Method); Version 10.1 (2019) ที่ได้รับการรับรองความสามารถตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2017 โดยทำการวิเคราะห์ชุดละ 2 ซ้ำ แบบ random แล้วคำนวณผลทางสถิติโดยใช้ Cochran's test เพื่อทดสอบ within sample variation จากนั้นทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันตาม ISO 13528:2022 คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (between samples standard deviation; S_s) ถ้าพบว่า S_s ของทุกรายการวิเคราะห์มีค่าน้อยกว่า 0.3 ของค่า standard deviation; σ ของ ILC (σ_{ILC}) สรุปได้ว่าตัวอย่างที่เตรียมขึ้นมีความเป็นเนื้อเดียวกันเหมาะสม (adequately homogenous)

การทดสอบความคงตัว (Stability test)⁽¹⁰⁾

ความคงตัวของปริมาณสารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอต ในตัวอย่างทดสอบ ดำเนินการที่ 2 สภาวะ ได้แก่ สภาวะเลียนแบบการขนส่ง โดยสุ่ม ILC sample แบบอิสระจำนวน 3 ชุด ใส่ในกล่องโฟมวางไว้ในตู้เย็นที่มีการควบคุมอุณหภูมิที่ 2-8 องศาเซลเซียส ในตู้เย็น (Hitachi รุ่น R-Z380VX, Thailand) นาน 3 วัน แล้วเก็บตัวอย่างไว้ในตู้แช่แข็งและสภาวะควบคุมอุณหภูมิที่ตู้แช่แข็ง โดยสุ่ม ILC sample แบบอิสระจำนวน 3 ชุด ที่เก็บรักษาในตู้แช่แข็งอุณหภูมิ ≤ -15 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำมาวิเคราะห์ชุดละ 2 ซ้ำ หลังจากวันที่กำหนดส่งผลด้วยวิธีวิเคราะห์ EURL-SRM (QuPPE-PO-

Method); Version 10.1 (2019) ที่ได้รับการรับรองความสามารถตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2017 จากสำนักมาตรฐานห้องปฏิบัติการ กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์แล้ว นำค่ามาเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์ก่อนส่งตัวอย่าง (\bar{y}_1) ซึ่งได้จากผลการวิเคราะห์ความเป็นเนื้อเดียวกันกับค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์ที่ได้หลังจากวันที่กำหนดให้สมาชิกตอบผล (\bar{y}_2) ถ้าพบว่ามีค่าแตกต่างระหว่าง \bar{y}_1 และ \bar{y}_2 ($|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$) น้อยกว่า 0.3 ของค่า σ ของ ILC (σ_{ILC}) จึงสรุปได้ว่าตัวอย่างมีความคงตัวเหมาะสม (adequately stable)

การหาค่ากำหนด (x_{ILC}) และการประเมินผล

ค่ากำหนด (assigned value: x_{ILC}) ใช้ค่า x^* (robust average) จากผลการวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการสมาชิกที่เข้าร่วมทั้งหมด โดยพิจารณาตัด blunder ที่มีค่ามากกว่า 10 เท่าของค่ากำหนด คำนวณโดยใช้ robust analysis: Algorithm A ตาม ISO 13528:2022⁽¹⁰⁾ ในกรณีที่มีจำนวนข้อมูลน้อยกว่า 12 ค่า จึงใช้ค่ากำหนดที่ได้จากห้องปฏิบัติการ สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร โดยใช้ค่า grand mean ที่ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneity test)

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ (standard deviation for interlaboratory comparison assessment; σ_{ILC}) ประเมินผลการวิเคราะห์ในตัวอย่างทดสอบที่รายงานจากห้องปฏิบัติการสมาชิก สำหรับการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการนี้ได้เลือกใช้ general model จาก Horwitz's equation modified by Thompson เพื่อคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเป้าหมายสำหรับความเข้มข้นตั้งแต่ 120 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัมขึ้นไป คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจากสมการที่ 1

$$\sigma_{ILC} = 0.02c^{0.8495} \quad (1)$$

สำหรับความเข้มข้น น้อยกว่า 120 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจากสมการที่ 2

$$\sigma_{ILC} = 0.02c \quad (2)$$

โดย c คือ ค่า assigned value แสดงในรูป concentration ratio

ค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่า assigned value (standard uncertainty of the assigned value, $u(x_{ILC})$) สาร paraquat ใช้การประมาณค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนดที่เป็นค่าพ้องของสมาชิก (consensus value) จาก robust algorithm A โดยคำนวณจากสมการที่ 3

$$u(x_{ILC}) = \frac{1.25 \times S^*}{\sqrt{p}} \quad (3)$$

โดย S^* คือ robust standard deviation คำนวณโดยใช้ robust algorithm: Algorithm A

p คือ จำนวนข้อมูล

สำหรับสารที่จำนวนข้อมูลน้อยกว่า 12 ค่า ใช้การประมาณค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนดที่ได้มาจากห้องปฏิบัติการสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร ตามวิธี ISO GUM⁽¹¹⁾

การประเมินผลสมาชิกจะใช้ค่า z-score หรือ z'-score ดังนี้

z-score ของห้องปฏิบัติการสมาชิก คำนวณจากสมการที่ 4

$$Z = \frac{x_i - x_{ILC}}{\sigma_{ILC}} \quad (4)$$

z'-score ของห้องปฏิบัติการสมาชิก คำนวณจากสมการที่ 5

$$z' = \frac{x_i - x_{ILC}}{\sqrt{\sigma_{ILC}^2 + u^2(x_{ILC})}} ; \text{เมื่อ } u(x_{ILC}) > 0.3 \sigma_{ILC} \quad (5)$$

x_i คือ reported result

x_{ILC} คือ assigned value

σ_{ILC} คือ standard deviation for ILC assessment

$u(x_{ILC})$ คือ standard uncertainty of assigned value

$\sqrt{\sigma_{ILC}^2 + u^2(x_{ILC})}$ คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจาก Horwitz's equation รวมกับค่าความไม่แน่นอนของค่ากำหนด

โดยเกณฑ์การประเมินผลสมาชิก พิจารณาดังนี้

$|z|$ หรือ $|z'| \leq 2.0$ แสดงว่าผลวิเคราะห์สามารถยอมรับได้ (acceptable)

$2.0 < |z|$ หรือ $|z'| < 3.0$ แสดงว่าผลวิเคราะห์น่าสงสัย (questionable)

$|z|$ หรือ $|z'| \geq 3.0$ แสดงว่าผลวิเคราะห์ที่ไม่สามารถยอมรับได้ (unacceptable)

ผล

ในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเมื่อน้ำมันฝรั่งที่บดละเอียดและผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันแล้วมาตรวจวิเคราะห์เบื้องต้น พบว่าตรวจไม่พบการตกค้างของสารกลุ่มควอตที่อยู่ในขอบข่ายการวิเคราะห์ทั้ง 4 ชนิด ดังนั้นสามารถนำมาใช้เป็นตัวอย่าง blank sample ได้นำตัวอย่าง blank sample แบ่งเป็น 2 ส่วน แต่ละส่วนเติมสารมาตรฐาน ดังนี้ test sample 1 เติมสาร paraquat และ chlormequat ระดับความเข้มข้นชนิดละ 100

ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม และ test sample 2 เติมสาร paraquat และ chlormequat ระดับความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม และ 200 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ ทำการสุ่มตัวอย่าง test sample 1 จำนวน 10 ขวด หมายเลข PA1 004, 007, 008, 011, 014, 019, 020, 023, 028 และ 030 และสุ่มตัวอย่าง test sample 2 หมายเลข PA2 001, 006, 008, 012, 015, 019, 020, 024, 027 และ 030 ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ นำผลการวิเคราะห์มาคำนวณทางสถิติโดยใช้ Cochran's test เพื่อทดสอบ within sample variation ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันตาม ISO 13528:2022 คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (between samples standard deviation; S_s)⁽¹⁰⁾ พบว่า S_s ของทุกรายการวิเคราะห์มีค่าน้อยกว่า 0.3 ของค่า standard deviation (σ_{LC}) ดังนั้นตัวอย่างที่เตรียมขึ้นนี้มีความเป็นเนื้อเดียวกันเหมาะสม (adequately homogenous) ดังแสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของน้ำมันฝรั่ง test sample 1 และ test sample 2

รหัสตัวอย่าง	test sample 1 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)				รหัสตัวอย่าง	test sample 2 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)			
	paraquat		chlormequat			paraquat		chlormequat	
	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2		replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2
PA1 004	106.7	113.5	109.5	102.4	PA2 001	50.6	49.2	203.9	211.5
PA1 007	101.3	111.4	103.7	110.5	PA2 006	53.9	57.1	215.7	213.8
PA1 008	109.6	104.2	108.3	105.7	PA2 008	53.7	50.0	204.0	208.3
PA1 011	104.9	107.5	102.5	104.4	PA2 012	51.5	52.1	200.8	205.7
PA1 014	104.4	106.3	100.1	103.6	PA2 015	52.4	52.8	205.2	214.3
PA1 019	106.3	107.8	111.3	111.4	PA2 019	52.7	58.4	216.1	206.1
PA1 020	103.3	106.3	106.0	107.7	PA2 020	50.0	48.6	215.4	206.1
PA1 023	111.1	106.8	111.8	108.2	PA2 024	50.9	50.4	205.0	204.9
PA1 028	104.0	107.6	107.1	108.0	PA2 027	54.2	49.6	205.5	201.7
PA1 030	110.3	110.9	105.4	104.1	PA2 030	55.4	49.1	204.4	200.2

ตารางที่ 2 ผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของมันฝรั่ง test sample 1 และ test sample 2 (ต่อ)

รหัสตัวอย่าง	test sample 1 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)				รหัสตัวอย่าง	test sample 2 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)			
	paraquat		chlormequat			paraquat		chlormequat	
	replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2		replicate 1	replicate 2	replicate 1	replicate 2
Mean _{homo} (\bar{Y}_1)		107.2		106.6	Mean _{homo} (\bar{Y}_1)		52.1		207.4
Cochran _{crit}		0.602		0.602	Cochran _{crit}		0.602		0.602
Cochran _{cal}		0.442		0.366	Cochran _{cal}		0.325		0.247
X_{ILC}		91.5		106.6	X_{ILC}		47.8		207.4
σ_{ILC}		20.1		23.5	σ_{ILC}		10.5		42.0
S_s		0 ^a		2.1	S_s		1.1		2.6
0.3 σ_{ILC}		6.0		7.0	0.3 σ_{ILC}		3.2		12.6
$S_S < 0.3 \sigma_{ILC}$		Passed		Passed	$S_S < 0.3 \sigma_{ILC}$		Passed		Passed

หมายเหตุ: ^aMean Square Between (MSB) < Mean Square Within (MSW)

Mean_{homo} (\bar{Y}_1) คือ ค่าเฉลี่ยจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

Cochran_{crit} คือ Cochran critical value at 95% confidence level ($p = 0.05$)

Cochran_{cal} คือ Cochran critical value จากการคำนวณ

จากนั้นทำการส่งตัวอย่างทดสอบไปให้ห้องปฏิบัติการ (sample distribution) มีห้องปฏิบัติการที่แจ้งความประสงค์ขอสมัครเข้าร่วมทดสอบการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตินมันฝรั่ง จำนวน 11 ห้องปฏิบัติการ ทำการสุ่มตัวอย่างที่ซั้งแล้ว สำหรับส่งให้สมาชิกที่เข้าร่วมและจัดส่งตัวอย่างพร้อมเอกสารที่เกี่ยวข้อง ได้แก่ รายการเอกสารที่ห้องปฏิบัติการได้รับ แบบตอบรับตัวอย่าง คำแนะนำแบบรายงานผลการวิเคราะห์ที่ให้กับห้องปฏิบัติการที่สมัครเข้าร่วมทดสอบความชำนาญ โดยการนำส่งบริการจัดส่งแบบรักษาอุณหภูมิที่ 2-8 องศาเซลเซียส ในวันที่ 13 มกราคม พ.ศ. 2568 และแจ้งกำหนดส่งผลกลับภายในวันที่ 31 มกราคม พ.ศ. 2568 ห้องปฏิบัติการสมาชิกทุกแห่งตอบรับและแจ้งว่าได้รับตัวอย่างที่อยู่ในสภาพเหมาะสมกับการวิเคราะห์

หลังจากห้องปฏิบัติการสมาชิกเข้าร่วมเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการรายงานผลการวิเคราะห์แล้ว นำตัวอย่างมาทดสอบความคงตัวภายใน 7 วัน หลังจากวันสุดท้ายที่กำหนดให้สมาชิกตอบผล โดยสุ่มตัวอย่าง

แบบอิสระ เพื่อทดสอบความคงตัวของตัวอย่างที่ 2 สภาวะสภาวะละ 3 ขวด ทำการวิเคราะห์ 2 ซ้ำ ในแต่ละตัวอย่างได้แก่ ที่สภาวะอุณหภูมิ 2-8 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 วัน เพื่อเลียนแบบสภาวะขนส่ง โดย test sample 1 สุ่มตัวอย่าง หมายเลข PA1 002, 016 และ 027 และ test sample 2 หมายเลข PA2 003, 011 และ 023 และที่สภาวะอุณหภูมิ ≤ -15 องศาเซลเซียส โดย test sample 1 สุ่มตัวอย่าง หมายเลข PA1 013, 022 และ 026 และ test sample 2 หมายเลข PA2 017, 018 และ 029 วิเคราะห์ด้วยวิธีเดียวกับการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำค่าที่วิเคราะห์ได้มาเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์ที่ก่อนส่งตัวอย่าง (\bar{y}_1) ซึ่งได้จากผลการวิเคราะห์ความเป็นเนื้อเดียวกันกับค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์ที่ได้หลังจากวันที่กำหนดให้สมาชิกตอบผล (\bar{y}_2) พบว่ามีค่าแตกต่างระหว่าง \bar{y}_1 และ \bar{y}_2 ($|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$) น้อยกว่า 0.3 ของค่า standard deviation ของ ILC (σ_{ILC}) ดังนั้นตัวอย่างมีความคงตัวเหมาะสม (adequately stable) ดังแสดงในตารางที่ 3 และ 4⁽¹⁰⁾

ตารางที่ 3 ผลการทดสอบความคงตัวของมันฝรั่ง test sample 1 และ test sample 2 ที่สภาวะอุณหภูมิ 2-8 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 วัน

รหัสตัวอย่าง	test sample 1 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)				รหัสตัวอย่าง	test sample 2 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)			
	paraquat		chlormequat			paraquat		chlormequat	
	replicate	replicate	replicate	replicate		replicate	replicate	replicate	replicate
	1	2	1	2		1	2	1	2
PA1 002	102.3	96.7	104.4	104.0	PA2 003	51.7	52.7	206.0	206.6
PA1 016	104.4	106.1	105.1	102.9	PA2 011	51.7	49.5	204.8	200.5
PA1 027	108.5	99.8	106.1	99.5	PA2 015	50.1	50.0	199.6	204.9
Mean _{sta} (\bar{y}_2)	102.2		102.6		Mean _{sta} (\bar{y}_2)	51.0		203.7	
Mean _{homo} (\bar{Y}_1)	107.2		106.6		Mean _{homo} (\bar{y}_2)	52.1		207.4	
σ_{ILC}	20.2		23.5		σ_{ILC}	10.5		42.0	
0.3 σ_{ILC}	6.1		7.0		0.3 σ_{ILC}	3.2		12.6	
$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $	5.1		4.0		$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $	1.1		3.7	
$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $	Passed		Passed		$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $	Passed		Passed	
$< 0.3 \sigma_{ILC}$					$< 0.3 \sigma_{ILC}$				

ตารางที่ 4 ผลการทดสอบความคงตัวของมันฝรั่ง test sample 1 และ test sample 2 ที่สภาวะอุณหภูมิ ≤ -15 องศาเซลเซียส

รหัสตัวอย่าง	test sample 1 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)				รหัสตัวอย่าง	test sample 2 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)			
	paraquat		chlormequat			paraquat		chlormequat	
	replicate	replicate	replicate	replicate		replicate	replicate	replicate	replicate
	1	2	1	2		1	2	1	2
PA1 013	101.3	99.7	103.4	101.0	PA2 017	51.7	52.7	202.0	202.6
PA1 022	103.4	101.1	106.1	99.9	PA2 018	51.7	49.5	199.8	200.6
PA1 026	107.5	99.9	105.4	99.6	PA2 029	50.1	50.0	199.9	203.9
Mean _{sta} (\bar{y}_2)	102.2		102.6		Mean _{sta} (\bar{y}_2)	51.0		201.5	
Mean _{homo} (\bar{Y}_1)	107.2		106.6		Mean _{homo} (\bar{y}_2)	52.1		207.4	
σ_{ILC}	20.2		23.5		σ_{ILC}	10.5		42.0	
0.3 σ_{ILC}	6.1		7.0		0.3 σ_{ILC}	3.2		12.6	
$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $	5.1		4.0		$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $	1.1		5.9	
$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $	Passed		Passed		$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $	Passed		Passed	
$< 0.3 \sigma_{ILC}$					$< 0.3 \sigma_{ILC}$				

การเข้าร่วมการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ ในครั้งนี้มีห้องปฏิบัติการเข้าร่วม จำนวน 11 แห่ง และตอบผลกลับมาทั้ง 11 แห่ง รายการทดสอบสาร paraquat ใน test sample 1 และ test sample 2 มีห้องปฏิบัติการ

รายงานผลการทดสอบทุกแห่ง โดยห้องปฏิบัติการ รหัส 00004 รายงานผลวิเคราะห์ จำนวน 2 ค่า และห้องปฏิบัติการ รหัส 00011 รายงานผลวิเคราะห์ จำนวน 3 ค่า ทำให้มีจำนวนข้อมูลจากห้องปฏิบัติสมาชิก

ที่ใช้ประเมินทั้งสิ้นรวม 14 ค่า ในรายการทดสอบสาร chlormequat มีห้องปฏิบัติการเข้าร่วมรายงานผลการทดสอบเพียง 5 แห่ง และห้องปฏิบัติการ รหัส 00011 รายงานผลวิเคราะห์ จำนวน 3 ค่า ทำให้มีจำนวนผลจากห้องปฏิบัติสมาชิกที่ใช้ประเมินทั้งสิ้นรวม 7 ค่า ดังแสดงในตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์มันฝรั่ง test sample 1 และ test sample 2 ของสมาชิกที่เข้าร่วมการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ

รหัสห้องปฏิบัติการ	test sample 1 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)		test sample 2 (ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม)	
	paraquat	chlormequat	paraquat	chlormequat
00001	68.90	NT	38.05	NT
00002	91.15	95.45	47.75	197.14
00003	83.69	59.07	51.24	113.20
00004A	98.80	NT	53.30	NT
00004B	97.69	100.26	51.04	204.52
00005	89.90	52.79	46.60	92.83
00006	4162.12	NT	4086.82	NT
00007	89.29	NT	42.66	NT
00008	58.23	NT	31.99	NT
00009	81.30	NT	40.60	NT
00010	121.35	NT	61.55	NT
00011A	100.10	98.58	52.16	201.89
00011B	100.94	100.00	49.27	196.56
00011C	104.48	98.44	53.46	207.26

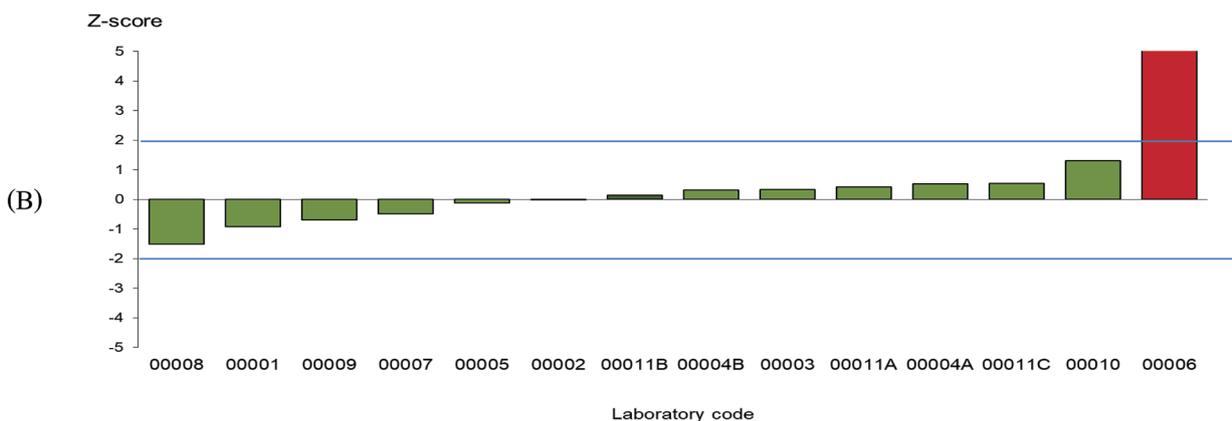
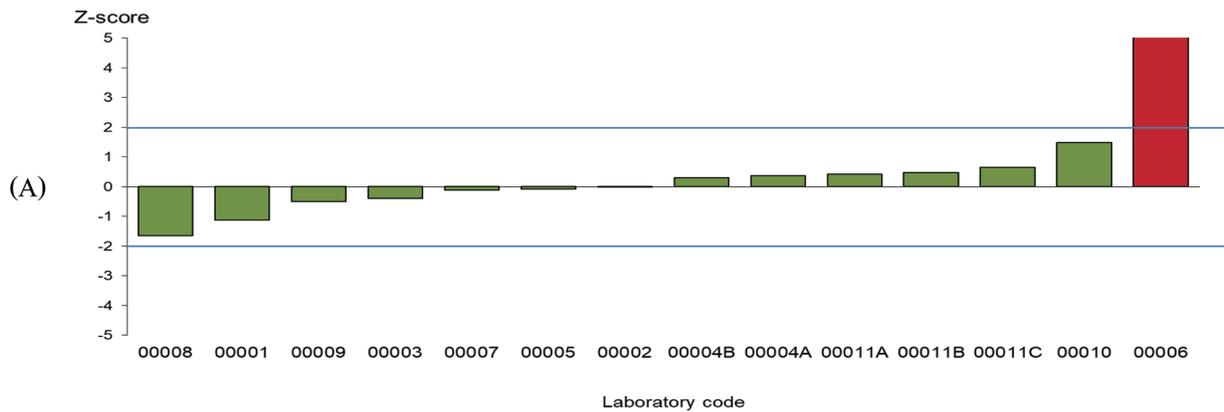
หมายเหตุ: NT คือ not test

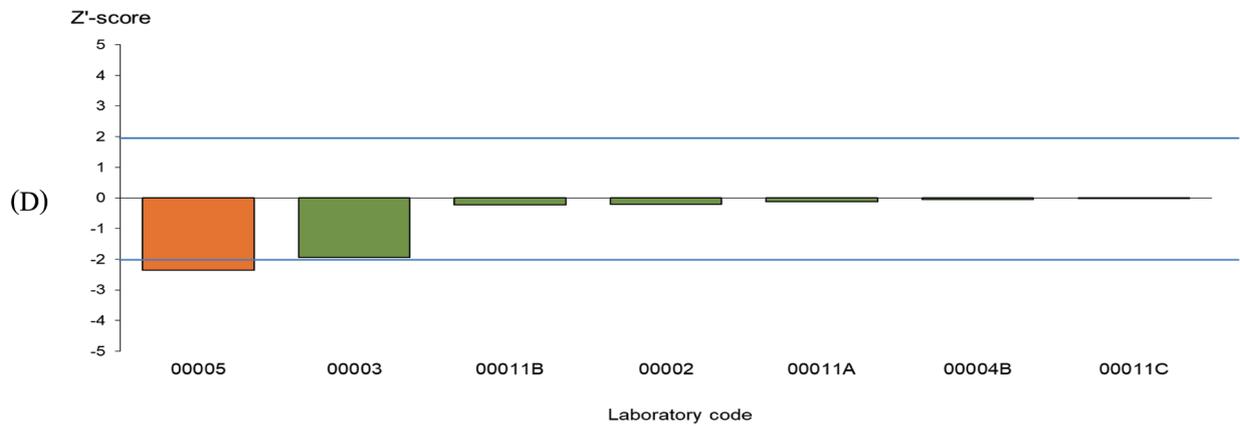
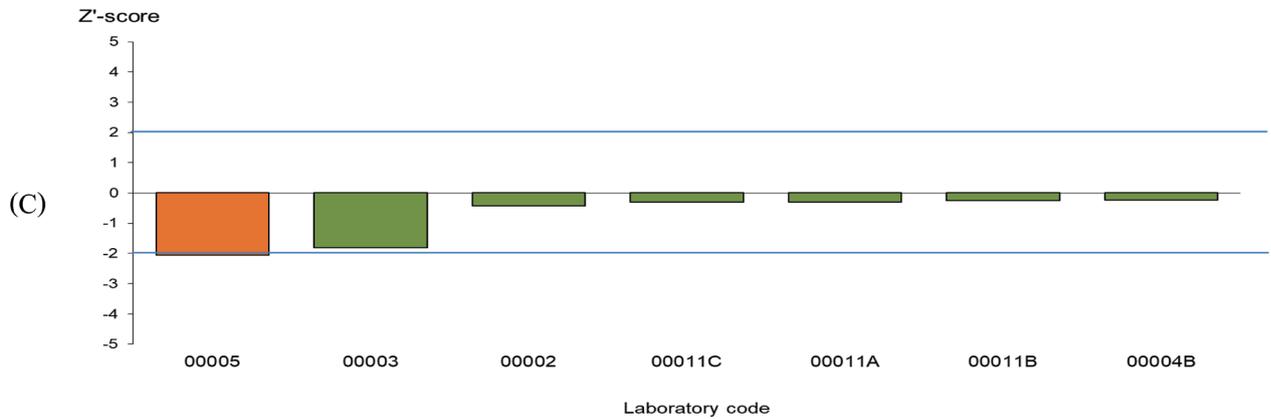
รายการทดสอบ paraquat ในตัวอย่าง test sample 1 และ test sample 2 มีค่ากำหนด (X_{ILC}) เป็น 91.5 และ 47.8 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ และ standard deviation ของ ILC (σ_{ILC}) มีค่าเป็น 20.1 และ 10.5 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ จำนวนค่าที่รายงานจากห้องปฏิบัติสมาชิก มีจำนวน 14 ค่า มีผลการประเมินอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ 13 ค่า คิดเป็นร้อยละ 92.9 และอยู่ในเกณฑ์ไม่สามารถยอมรับได้ 1 ค่า คิดเป็นร้อยละ 7.1 ส่วนรายการทดสอบสาร chlormequat ในตัวอย่าง test sample 1 และ test sample 2 มีค่ากำหนด (X_{ILC}) เป็น 106.6 และ 207.4

ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ และ standard deviation ของ ILC (σ_{ILC}) รวมกับค่าความไม่แน่นอนของค่ากำหนด $u(x_{ILC})$ มีค่าเป็น 26.2 และ 48.7 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ มีจำนวนค่าที่รายงานจากห้องปฏิบัติสมาชิก จำนวน 7 ค่า ผลการประเมินอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ 6 ค่า คิดเป็นร้อยละ 85.7 อยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย 1 ค่า คิดเป็นร้อยละ 14.3 การประเมินผลสาร paraquat ทั้ง 2 ตัวอย่างประเมินโดยใช้ z-score และสาร chlormequat ประเมินโดยใช้ z'-score ดังแสดงในตารางที่ 6 และภาพที่ 1 และ 2

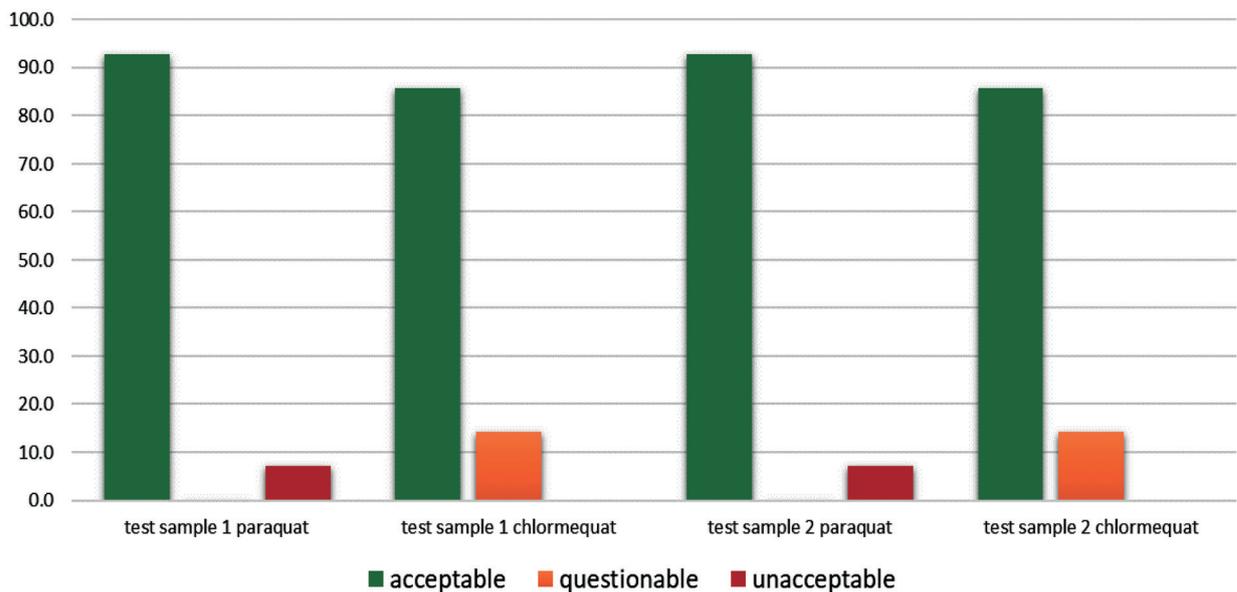
ตารางที่ 6 ค่า z-score และ z'-score ของสมาชิกที่เข้าร่วมทดสอบผลระหว่างห้องปฏิบัติการวิเคราะห์สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอตโนนัมน์ฝรั่ง

รหัส ห้องปฏิบัติการ	test sample 1		test sample 2	
	Paraquat	chlormequat	paraquat	chlormequat
	$x_{ILC} = 91.5$	$x_{ILC} = 106.6$	$x_{ILC} = 47.8$	$x_{ILC} = 207.4$
	$\sigma_{ILC} = 20.1$	$\sqrt{\sigma_{ILC}^2 + u^2(x_{ILC})} = 26.2$	$\sigma_{ILC} = 10.5$	$\sqrt{\sigma_{ILC}^2 + u^2(x_{ILC})} = 48.7$
Z-score	Z'-score	Z-score	Z'-score	
00001	-1.1	-	-0.9	-
00002	0.0	-0.4	0.0	-0.2
00003	-0.4	-1.8	0.3	-1.9
00004A	0.4	-	0.5	-
00004B	0.3	-0.2	0.3	-0.1
00005	-0.1	-2.1	-0.1	-2.4
00006	202.5	-	384.7	-
00007	-0.1	-	-0.5	-
00008	-1.7	-	-1.5	-
00009	-0.5	-	-0.7	-
00010	1.5	-	1.3	-
00011A	0.4	-0.3	0.4	-0.1
00011B	0.5	-0.3	0.1	-0.2
00011C	0.6	-0.3	0.5	0.0





ภาพที่ 1 z-score ของ paraquat ในมันฝรั่ง test sample 1 (A) และ test sample 2 (B) z'-score ของ chlormequat ในมันฝรั่ง test sample 1 (C) และ test sample 2 (D)



ภาพที่ 2 ร้อยละของค่า z-score ของสาร paraquat และ z'-score ของสาร chlormequat ใน test sample 1 และ test sample 2

วิจารณ์

การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการในครั้งนี้ ค่า assigned value จะไม่ถูกเปิดเผยแก่สมาชิกจนกว่าการประเมินผลจะแล้วเสร็จ ซึ่งเป็นการรักษาความลับของข้อมูลผลการทดสอบของแต่ละห้องปฏิบัติการ⁽¹⁾ สมาชิกแต่ละแห่งจะได้รับรหัสห้องปฏิบัติการเฉพาะ โดยการรายงานผลการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการจะไม่มี การระบุรหัสห้องปฏิบัติการพร้อมกับชื่อห้องปฏิบัติการ หากมีความจำเป็นในการนำผลหรือผลสรุปไปเผยแพร่ต่อสาธารณะ ผู้จัดจะไม่ระบุชื่อห้องปฏิบัติการใดๆ ในการเผยแพร่ นั้นๆ ในส่วนของห้องปฏิบัติการสมาชิกควรมีความรับผิดชอบในการรายงานผลด้วยความซื่อสัตย์ โดยไม่ควรเปิดเผยผลการวิเคราะห์ของตนเองหรือสอบถามคำตอบกับสมาชิกอื่น ทั้งนี้เพื่อให้สมาชิกสามารถใช้ประโยชน์จากการเข้าร่วมแผนทดสอบการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการได้ตรงตามวัตถุประสงค์และเกิดประโยชน์สูงสุด ในการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ ในครั้งนี้ กำหนดให้สาร paraquat เป็นสารเคมีเป้าหมายของการทดสอบ เนื่องจากในประเทศไทยมีการประกาศให้ paraquat เป็นสารห้ามใช้ตั้งแต่ปี พ.ศ. 2563⁽¹²⁾ แล้วนั้น ถึงแม้จะมีการยกเลิกการใช้งาน ยังคงมีข้อกังวลเรื่องการตกค้างในผักและผลไม้ รวมถึงสารกลุ่มควอดอื่นๆ เช่น chlormequat ซึ่งมีการกำหนดค่าดีฟอลต์ลิมิต (default limits) ที่ 0.1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไว้ในบัญชีหมายเลข 3⁽¹³⁾ ในประกาศกระทรวงสาธารณสุข (ฉบับที่ 460) พ.ศ. 2568 เรื่องอาหารที่มีสารพิษตกค้าง (ฉบับที่ 3) การตรวจวิเคราะห์สารเหล่านี้ในผักและผลไม้จึงมีความสำคัญอย่างยิ่งต่อความปลอดภัยของผู้บริโภค ตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบ คือ มันฝรั่งที่เป็น spiked sample เพื่อประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการในการวิเคราะห์นั้นเป็นตัวแทนผักผลไม้กลุ่ม root and tuber vegetables⁽¹⁴⁾ เนื่องจากขอบข่ายการวิเคราะห์เป็นสารกำจัดวัชพืช ซึ่งอาจมีการตกค้างในดินและมีโอกาสปนเปื้อนมายังพืชหัวที่อยู่ในดินได้ง่าย ทำให้ห้องปฏิบัติการสมาชิกมีโอกาส ทวนสอบประสิทธิภาพของการสกัด

ในขั้นตอนการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันก่อนส่งตัวอย่างให้สมาชิกทดสอบ จำเป็นต้องทำการทดสอบเบื้องต้นในการควบคุมคุณภาพของตัวอย่าง ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างที่เตรียมขึ้นโดยห้องปฏิบัติการอ้างอิงที่มีความเชี่ยวชาญ โดยใช้วิธีตามห้องปฏิบัติการของสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร ด้วยวิธีวิเคราะห์ EURL-SRM (QuPPE-PO-Method); Version 10.1 (2019)⁽⁹⁾ ที่ได้รับการรับรองความสามารถตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2017 จากสำนักมาตรฐานห้องปฏิบัติการ กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ เพื่อยืนยันความถูกต้องของชนิดและปริมาณสารกำจัดวัชพืช และความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างก่อนแบ่งบรรจุตัวอย่าง โดยการสุ่มตัวอย่างมันฝรั่งที่บดละเอียดแล้ว เติมน้ำมาตรฐานและทำให้เป็นเนื้อเดียวกัน จำนวน 3 ตำแหน่งของภาชนะ (บน กลาง ล่าง) เพื่อทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันในการวิเคราะห์เบื้องต้น ผลที่ได้ต้องมีค่าใกล้เคียงกันจึงจะสามารถแบ่งบรรจุตัวอย่างทดสอบได้ (%RSD \leq 25%) ในขั้นตอนการทดสอบความคงตัว ทำการสุ่มตัวอย่างแบบอิสระ (random sampling) จำนวน 3 ขวด โดยจะนำตัวอย่างมาทดสอบความคงตัวภายใน 7 วัน⁽⁶⁾ หลังจากวันสุดท้ายที่กำหนดให้สมาชิกตอบผลวิเคราะห์หาปริมาณสารกำจัดวัชพืช วิเคราะห์ขวดละ 2 ซ้ำ ที่ 2 สภาวะ ได้แก่ ที่มีการควบคุมอุณหภูมิที่ 2-8 องศาเซลเซียส นาน 3 วัน และที่อุณหภูมิ \leq -15 องศาเซลเซียส นำผลวิเคราะห์มาคำนวณทางสถิติเพื่อพิจารณาความคงตัวของตัวอย่างที่เติมน้ำมาตรฐานอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้หรือไม่ จากการประเมินพบว่าตัวอย่างทั้ง 2 สภาวะ มีความคงตัว การทดสอบความคงตัวทำที่ 2 สภาวะ โดยสภาวะแรกเป็นการเลียนแบบการขนส่งจัดส่งตัวอย่างโดยบริการขนส่งพัสดุแบบแช่แข็ง ซึ่งบริษัทขนส่งรับประกันการควบคุมอุณหภูมิที่ \leq -15 องศาเซลเซียส และสภาวะที่ 2 ทดสอบที่สภาวะแช่เย็นที่ 2-8 องศาเซลเซียส เพื่อทดสอบในกรณีที่มีการควบคุมอุณหภูมิไม่เป็นไปตามมาตรฐาน อย่างไรก็ตามพบว่าทั้ง 2 สภาวะ สามารถเก็บรักษาตัวอย่างให้มีความคงตัวที่เหมาะสมได้

จากรายงานผลการวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการสมาชิกในการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการในครั้งนี้ สามารถชี้บ่งถึงปัจจัยหรือแนวโน้มของปัญหาการวิเคราะห์ สารกำจัดวัชพืชกลุ่มควอติน้ำมันฝรั่งของห้องปฏิบัติการ เนื่องจากห้องปฏิบัติการสมาชิกมีการใช้เทคนิคและวิธีการวิเคราะห์ที่แตกต่างกัน ดังนั้นผู้ดำเนินแผน จึงได้ศึกษาการกระจายตัวของข้อมูลผลวิเคราะห์ของสมาชิกของสาร paraquat โดยใช้วิธี kernel density plot พบว่าข้อมูลมีการกระจายแบบปกติ แสดงว่าเทคนิคที่ใช้และวิธีการวิเคราะห์ที่ต่างกัน ไม่มีผลต่อการประเมินทางสถิติ สามารถนำมาประเมินร่วมกันได้ สำหรับสาร chlormequat ไม่สามารถแสดงการกระจายตัวของข้อมูลได้ เนื่องจากมีจำนวนข้อมูลน้อยกว่า 8 ข้อมูล⁽¹⁰⁾ การจำแนกชนิดและปริมาณสารตกค้างสะท้อนความสามารถให้บริการในงานวิเคราะห์ประจำการประเมินความสามารถการวิเคราะห์ห้องปฏิบัติการสมาชิก สำหรับ paraquat ใช้ค่าอ้างอิงเป็นค่ากำหนดจากค่าพ้องของสมาชิก (consensus value) โดย robust analysis: Algorithm A⁽¹⁰⁾ แต่กรณีของ chlormequat มีจำนวนข้อมูล 7 ค่า ซึ่งน้อยกว่า 12 ค่า จึงใช้ค่ากำหนดที่ได้มาจากห้องปฏิบัติการเดียว ซึ่งเป็นค่าจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของห้องปฏิบัติการสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืช สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ค่าความไม่แน่นอนของค่ากำหนด $u(x_{ILC})$ ที่คำนวณโดยใช้ค่า relative expanded standard uncertainty ร้อยละ 23.8 (ค่าจากการทำ method validation ของรายการทดสอบ chlormequat)⁽¹¹⁾ ซึ่งน้อยกว่าเกณฑ์ยอมรับของ SANTE ที่ร้อยละ 50⁽¹⁵⁾ ห้องปฏิบัติการสมาชิกที่เข้าร่วมทดสอบการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการใช้วิธีการวิเคราะห์ที่อ้างอิงจาก 2 แหล่ง ได้แก่ Association of Official Analytical Chemists (AOAC) และห้องปฏิบัติการอ้างอิงของสหภาพยุโรป (EURLs) ซึ่งมีหลักการเดียวกัน คือ สารเคมีที่ใช้ในการสกัด มีการนำกรดเข้ามาทำปฏิกิริยาได้แก่ กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) หรือกรดฟอร์มิก (formic acid) เพื่อให้สารกลุ่มควอตแตกตัวเป็น cation และเครื่องมือที่ใช้ตรวจ

วิเคราะห์ คือ LC-MS/MS หรือ LC-MS ที่สามารถตรวจจับสัญญาณของ cation ของสารกลุ่มควอต แต่มีห้องปฏิบัติการ 1 แห่ง ที่การใช้เครื่อง HPLC ซึ่งเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่แตกต่างจากห้องปฏิบัติการอื่น โดยเครื่องมือต่างชนิดกันจะมีขีดจำกัดการตรวจวัดและความไวที่ต่างกัน อาจมีผลต่อปริมาณที่วิเคราะห์ได้ การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการในครั้งนี้ ห้องปฏิบัติการสมาชิกทุกแห่งรายงานชนิดสารได้ถูกต้อง แต่มีห้องปฏิบัติการ 1 แห่ง ที่รายงานปริมาณความเข้มข้นของ paraquat อยู่เหนือเกณฑ์ยอมรับ $|z| \geq 2$ ความเข้มข้นที่ห้องปฏิบัติการรายงานมีค่ามากกว่า 10 เท่าของค่ากำหนด ซึ่งถือเป็น blunder⁽⁶⁾ ของกลุ่มข้อมูล ได้มีการตัด blunder ออก ไม่นำมาคำนวณผลวิเคราะห์ทางสถิติ ห้องปฏิบัติการอาจมีการรายงานผลในหน่วยที่ผิดพลาดหรือมีวิธีการคำนวณผลไม่ถูกต้อง ดังนั้นห้องปฏิบัติการจึงควรทวนสอบกระบวนการวิเคราะห์ เตรียมมาตรฐานที่เหมาะสมในการสร้างกราฟมาตรฐาน เพื่อเป็นการปรับปรุงสร้างความมั่นใจกับผลวิเคราะห์ที่ให้บริการในงานประจำ

สรุป

การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการในครั้งนี้ มีห้องปฏิบัติการสมัครเข้าร่วม จำนวน 11 แห่ง มีห้องปฏิบัติการสมาชิกตอบผลกลับ จำนวน 11 แห่ง การประเมินผลสำหรับ paraquat ใน test sample 1 และ test sample 2 ใช้ค่ากำหนด (assigned value; x_{ILC}) เป็นค่าพ้องของสมาชิก (consensus values from participants)⁽¹⁰⁾ จาก robust average ที่มีการตัด blunder ออก มีค่าเท่ากับ 91.5 และ 47.8 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (σ_{ILC}) จาก Horwitz's equation modified by Thompson มีค่าเท่ากับ 20.1 และ 10.5 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ ค่าความไม่แน่นอนของค่ากำหนด $u(x_{ILC})$ เท่ากับ 5.2 และ 2.6 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ ใช้ค่า z-score เพื่อประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการ พบว่าห้องปฏิบัติการสมาชิกมีผลการประเมินอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ ร้อยละ 92.9 และไม่สามารถยอมรับได้ ร้อยละ 7.1 ทั้ง 2 ตัวอย่าง สำหรับ

สาร chlormequat ใน test sample 1 และ test sample 2 มีจำนวนข้อมูลน้อยกว่า 12 ค่า จึงใช้ค่ากำหนดที่ได้จากห้องปฏิบัติการสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร มีค่ากำหนด (assigned value; X_{ILC}) เท่ากับ 106.6 และ 207.4 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (σ_{ILC}) มีค่าเท่ากับ 23.5 และ 42.0 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ และมีค่า $u(x_{ILC})$ เท่ากับ 11.7 และ 24.7 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ ใช้ค่า z'-score ประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการพบว่าผลการประเมิน chlormequat ของ test sample 1 และ test sample 2 อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ ร้อยละ 85.7 และ นำสงสัย ร้อยละ 14.3 ทั้ง 2 ตัวอย่าง สำหรับห้องปฏิบัติการที่ได้รับการประเมินผลการเปรียบเทียบระหว่างห้องปฏิบัติการแล้วพบว่าอยู่ในเกณฑ์ unacceptable ควรค้นหาสาเหตุของปัญหาและดำเนินการแก้ไขให้เสร็จสิ้นโดยเร็ว เพื่อป้องกันการเกิดซ้ำโดยพิจารณาเรื่อง วิธีที่ใช้ เครื่องมือ สารมาตรฐาน การควบคุมคุณภาพภายใน รวมทั้งระบบการตรวจสอบความถูกต้องของการถ่ายโอนข้อมูลและการรายงาน

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ นางสาวพนาวัลย์ กลิ่งกลางตอน สำหรับการตรวจสอบความถูกต้องในการประเมินผลและการวิเคราะห์ทางสถิติ ตลอดจนตรวจสอบความถูกต้องของรายงานฉบับสมบูรณ์ก่อนส่งผลให้สมาชิกที่เข้าร่วมในการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ

เอกสารอ้างอิง

1. National Pesticide Information Center. Paraquat. [online]. 2025; [cited 2025 Aug 5]; [12 screens]. Available from: URL: <https://npic.orst.edu/factsheets/paraquat.pdf>.
2. สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. รายงานสรุปการนำเข้าวัตถุอันตรายทางการเกษตร ปี พ.ศ. 2560. [ออนไลน์]. 2560; [สืบค้น 6 ส.ค. 2568]; [33 หน้า]. เข้าถึงได้ที่: URL: <https://thaipan.org/stat/728>.

3. นพดล กิตนะ. รู้ลึกกับจุฬาฯ: ทำไมต้องเลิกใช้ “พาราควอต”. [ออนไลน์]. 2561; [สืบค้น 6 ส.ค. 2568]; [11 หน้า]. เข้าถึงได้ที่: URL: <https://www.chula.ac.th/cuinside/10196>.
4. ศูนย์พิษวิทยารามาธิบดี คณะแพทยศาสตร์โรงพยาบาลรามาธิบดี มหาวิทยาลัยมหิดล. ภาวะเป็นพิษจาก paraquat. [ออนไลน์]; [สืบค้น 5 ส.ค. 2568]; [4 หน้า]. เข้าถึงได้ที่: URL: <https://www.rama.mahidol.ac.th/poisoncenter/th/pois-cov/PQ>.
5. พระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม เรื่องบัญชีรายชื่อวัตถุอันตรายฉบับที่ 6 (พ.ศ. 2563). ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 137 ตอนพิเศษ 117 ง (วันที่ 19 พฤษภาคม 2563). หน้า 56.
6. ISO/IEC 17043:2023. Conformity assessment-general requirements for the competence of proficiency testing providers. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2023.
7. ISO/IEC 17025:2017. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2017.
8. Fapas Proficiency Testing. [online]. 2025; [cited 2025 Jul 16]; [7 screens]. Available from: URL: <https://proficiencytesting.fapas.com/proficiency-testing>.
9. QuPPE-PO-Method. Quick method for the analysis of numerous highly polar pesticides in food involving extraction with acidified methanol and LC-MS/MS measurement. [online]. 2019; [cited 2025 Aug 25]; [87 screens]. Available from: URL: [https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlSRM/meth_QuPPE_PO_V10_1\(1\).pdf](https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlSRM/meth_QuPPE_PO_V10_1(1).pdf).
10. ISO 13528:2022. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2022.

11. ISO/IEC Guide 98-3:2008. Uncertainty of measurement Part 3: guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995). Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2008.
12. พระราชบัญญัติอาหาร พ.ศ. 2522 ประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 419 (พ.ศ. 2563) เรื่องอาหารที่มีสารพิษตกค้าง (ฉบับที่ 3). ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 137 ตอนพิเศษ 257 ง (วันที่ 2 พฤศจิกายน 2563). หน้า 27.
13. พระราชบัญญัติอาหาร พ.ศ. 2522 ประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 460 (พ.ศ. 2568) เรื่องอาหารที่มีสารพิษตกค้าง. ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 142 ตอนพิเศษ 240 ง (วันที่ 7 กรกฎาคม 2568). หน้า 29.
14. Codex Alimentarius International Food Standard. Codex pesticides residues in food online database. [online]. 2025; [cited 2025 Aug 25]; [1 screen]. Available from: URL: <https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/codex-texts/dbs/pestres/en>.
15. SANTE 11312/2021 v2. Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. [online]. 2025; [cited 2025 Jul 14]; [55 screens]. Available from: URL: https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-11/pesticides_mrl_guidelines_wrkdoc_2021-11312.pdf.

Laboratory Performance Assessment via Interlaboratory Comparison on Analysis of Quat Herbicides in Potatoes

Rattiyakorn Srikote, Phornphan Songsri, and Weerawut Wittayanan

Bureau of Quality and Safety of Food, Department of Medical Sciences, Nonthaburi 11000, Thailand

ABSTRACT Quat compounds, including paraquat, diquat, chlormequat, and mepiquat, are widely used as non-specific herbicides. The residue analysis of these substances in food must be controlled by competent laboratories. In 2025, the Bureau of Quality and Safety of Food conducted an interlaboratory comparison (ILC) for the analysis of quat herbicides in potatoes. The objective was to assess the analytical performance of both government and private laboratories for the determination of quat herbicides in fruits and vegetables. For the ILC sample preparation, potato blank samples were procured and fortified with two standards, including paraquat and chlormequat. The homogenized samples were divided into two sets (test sample 1 and test sample 2), and each set was spiked with different standard concentrations. Homogeneity tests were performed before distribution to participating laboratories. The interlaboratory comparison results were evaluated using statistical methods based on ISO 13528:2022. The assigned value for paraquat was determined following the consensus value of the participants, while the value for chlormequat originated from a single laboratory result. The standard deviation for interlaboratory comparison assessment was calculated using Horwitz's equation modified by Thompson. The ILC sample stability was studied under two storage conditions, including at $\leq -15^{\circ}\text{C}$ and at $2-8^{\circ}\text{C}$ for 3 days. The results revealed that the ILC samples were adequately stable. The analytical results from 11 participating laboratories were assessed using z-scores or z'-scores to demonstrate the laboratories competence. Among the 14 results of paraquat and the 7 results of chlormequat, 92.9% and 85.7% were "acceptable", respectively. The results indicate that the measurement capabilities in these laboratories can be considered mostly trustworthy and reliable.

Keywords: Interlaboratory comparison, Herbicides, Quat pesticides, Potatoes