

การประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการในการทดสอบผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อด้านการปศุสัตว์ 2 ชนิด ด้วยวิธีเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ

นฤเบศ เนินทอง¹

ปารัช ขุนพรหม¹

นพัสร์ สุวงศ์ศักดิ์ศรี¹

เอกสิทธิ์ ตุ่มสิทธิ์¹

บทคัดย่อ

การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการเป็นกิจกรรมที่สำคัญอย่างหนึ่งในการเฝ้าระวังความสามารถของห้องปฏิบัติการ การศึกษาครั้งนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการทดสอบผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อด้านการปศุสัตว์จำนวน 2 ชนิดคือ formaldehyde และ available iodine ด้วยวิธีเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ โดยใช้สถิติตามแนวทางของ ISO 13528: 2015 ดังต่อไปนี้ ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและความคงสภาพของตัวอย่าง หาค่ากำหนดจากห้องปฏิบัติการเดียว ประเมินค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนดตามวิธีของ Eurachem/CITAC 2012 คำนวณค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสำหรับการประเมินความสามารถ (SDPA) จาก modified Horwitz model และประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการโดยใช้เกณฑ์ค่า z' score

มีห้องปฏิบัติการสนใจเข้าร่วมเปรียบเทียบผลจำนวน 5 แห่ง ผลการประเมินรายการ formaldehyde ได้ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ ($|z'| \leq 2.0$) จำนวน 2 แห่ง (ร้อยละ 40) ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย ($2.0 < |z'| < 3.0$) จำนวน 1 แห่ง (ร้อยละ 20) และผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ ($|z'| \geq 3.0$) จำนวน 2 แห่ง (ร้อยละ 40) ส่วนรายการ available iodine ได้ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ ($|z'| \leq 2.0$) จำนวน 4 แห่ง (ร้อยละ 80) ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย ($2.0 < |z'| < 3.0$) จำนวน 1 แห่ง (ร้อยละ 20) โดยไม่พบผลทดสอบที่อยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ ($|z'| \geq 3.0$) ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมเปรียบเทียบผลมีความสามารถในการทดสอบผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อด้านการปศุสัตว์ ชนิด formaldehyde และ available iodine ในระดับพอใช้ถึงดีตามลำดับ ทั้งนี้สามารถนำผลการประเมินไปใช้ในการสร้างความมั่นใจในความใช้ได้ของผลทดสอบ การเฝ้าระวังความสามารถและพัฒนาศักยภาพห้องปฏิบัติการได้ ส่วนห้องปฏิบัติการที่มีผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจหรือน่าสงสัยต้องวิเคราะห์หาสาเหตุ แนวทางแก้ไขและป้องกันการเกิดซ้ำต่อไป นอกจากนี้ การศึกษาครั้งนี้ยังแสดงให้เห็นว่าสามารถนำวิธีเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการด้วยสถิติตามแนวทางของ ISO 13528: 2015 ไปใช้ประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการได้เป็นอย่างดี ถึงแม้ว่าจะมีห้องปฏิบัติการเข้าร่วมเปรียบเทียบผลจำนวนน้อยราย

คำสำคัญ : การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ ผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อ ISO 13528: 2015

เลขทะเบียนวิชาการ : 64(2)-0404-173

¹ สำนักตรวจสอบคุณภาพสินค้าปศุสัตว์ กรมปศุสัตว์

91 หมู่ที่ 4 ถนนติวานนท์ ตำบลบางกะดี อำเภอเมือง จังหวัดปทุมธานี 12000

An evaluation of laboratory performance on testing of two disinfectants for livestock production using an interlaboratory comparison

Naruebeth Noentong¹ Paruch Kunprom¹ Napatsorn Suwongsaksri¹ Aekasit Tumsit¹

Abstract

An interlaboratory comparison (ILC) is an important activity in the monitoring of laboratory competence. The objective of this study was to evaluate the laboratory performance on testing of formaldehyde and available iodine disinfectants for livestock production using an interlaboratory comparison with statistical basis on ISO 13528: 2015 as follows; sample homogeneity and stability studies; the assigned value was determined from single laboratory approach; the standard uncertainty of assigned value was estimated according to Eurachem/CITAC 2012; the standard deviation for proficiency assessment (SDPA) was calculated from the modified Horwitz model, and the evaluation criteria of laboratory performance was done by z' score.

There were 5 participants in this ILC study. Evaluation performance of formaldehyde plan yielded two satisfactory results ($|z'| \leq 2.0$) (40 %), one questionable result ($2.0 < |z'| < 3.0$) (20 %) and two unsatisfactory results ($|z'| \geq 3.0$) (40 %). On the other hand, the available iodine plan produced four satisfactory results ($|z'| \leq 2.0$) (80 %), one questionable results ($2.0 < |z'| < 3.0$) (20 %) and without any unsatisfactory result ($|z'| \geq 3.0$). The results indicated the participants had fair to good competence on the testing of formaldehyde and available iodine, respectively. The participants could use these evaluation results to ensure the validity of test results, monitor the performance and develop the laboratory capacity. Nevertheless, the participants that obtained unsatisfactory or questionable results should further investigate the causes, and take corrective action and prevention. In addition, this ILC study demonstrated the application of ISO 13528: 2015 statistic for evaluation of laboratory performance although there are small number of participants.

Keywords : Interlaboratory comparison, disinfectant, ISO 13528: 2015

Registered No. : 64(2)-0404-173

¹Bureau of Quality Control of Livestock Products, Department of Livestock Development
91 Moo 4 Tiwanont Road, Bangkadi Sub-district, Mueang, Pathumthani 12000

บทนำ

กรมปศุสัตว์เป็นหน่วยงานหลักที่รับผิดชอบวัตถุอันตรายด้านการปศุสัตว์ ตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 คือมีบทบาทในการกำกับ ดูแล ตรวจสอบติดตามให้เป็นไปตามมาตรฐานและมีความปลอดภัย โดยกำหนดให้ผู้ผลิต ผู้นำเข้า ผู้ส่งออกวัตถุอันตรายด้านการปศุสัตว์ต้องดำเนินการตามกฎหมายวัตถุอันตรายที่เกี่ยวข้อง สำนักตรวจสอบคุณภาพสินค้าปศุสัตว์มีหน้าที่ตรวจสอบคุณภาพและประสิทธิภาพวัตถุอันตรายที่อยู่ในความรับผิดชอบของกรมปศุสัตว์ที่สำคัญ ได้แก่ ผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อ (disinfectants) และผลิตภัณฑ์ทำความสะอาด และฆ่าเชื้อ (sanitizer) เป็นต้น วัตถุอันตรายด้านการปศุสัตว์ประเภทผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อมีหลายประเภทขึ้นกับชนิดและคุณสมบัติของสารฆ่าเชื้อ จากรายชื่อผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อด้านการปศุสัตว์ที่ขึ้นทะเบียนไว้กับกรมปศุสัตว์พบว่า เป็นสารกลุ่มอัลดีไฮด์ เช่น formaldehyde, glutaraldehyde และกลุ่ม available iodine มีจำนวนมากกว่า 200 ทะเบียน (กองควบคุมอาหารและยาสัตว์, 2563) ซึ่งคิดเป็นประมาณร้อยละ 50 ของทั้งหมด การศึกษาครั้งนี้จึงเลือก formaldehyde และ available iodine เป็นตัวแทนของผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อด้านการปศุสัตว์

สำหรับวิธีทดสอบ formaldehyde ได้แก่ วิธีไทเทรตตาม ASTM D2194 (ASTM, 2012), USP (USP41-NF 36, 2018) และวิธีการสร้างอนุพันธ์กับ 2, 4 – dinitrophenylhydrazine (DNPH) แล้วตรวจวัดด้วยเทคนิค high performance liquid chromatography (HPLC) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมอย่างสูง (Su and He, 2017) เป็นต้น ส่วน available iodine นั้น นิยมใช้วิธีไทเทรต (คณินิจ, 2550 และ USP41-NF36, 2018) ในการทดสอบผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อ ห้องปฏิบัติการจำเป็นต้องเลือกใช้วิธีทดสอบที่เหมาะสม โดยผ่านการทวนสอบหรือตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีและต้องมีการสร้างความมั่นใจในความใช้ได้ของผลทดสอบ ตามข้อ 7.7.2 ของมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2017 ที่ระบุว่าห้องปฏิบัติการต้องเผื่อระวางความสามารถโดยการเปรียบเทียบกับห้องปฏิบัติการอื่น ถ้ามีและเหมาะสม การเผื่อระวางนี้ต้องมีการวางแผน ทบทวนและต้องรวมถึงหนึ่งหรือสองวิธีต่อไปนี้ หรืออื่น ๆ ที่เหมาะสม ได้แก่ การเข้าร่วมทดสอบความชำนาญและการเข้าร่วมเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ เพื่อให้ผลการวัดน่าเชื่อถือและเป็นที่ยอมรับ

ISO/IEC 17043: 2010 ให้นิยามของ “การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ” ว่าเป็นการดำเนินการและการประเมินผลการวัดหรือการทดสอบสิ่งเดียวกันหรือคล้ายคลึงกัน โดยห้องปฏิบัติการตั้งแต่สองแห่งขึ้นไป หรือมากกว่าตามเงื่อนไขที่กำหนดไว้ โดยห้องปฏิบัติการสามารถใช้ประโยชน์เพื่อประกันคุณภาพผลทดสอบให้มีความน่าเชื่อถือ ใช้ในการเผื่อระวางความสามารถของห้องปฏิบัติการ (Thompson *et al.*, 2006) ใช้พัฒนาศักยภาพห้องปฏิบัติการและเพื่อให้เป็นไปตามข้อกำหนดของหน่วยรับรอง (Eurachem, 2021) ปัจจุบันห้องปฏิบัติการทดสอบผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อทั้งจากภาครัฐและเอกชนมีไม่มากนัก อีกทั้งไม่มีผู้ให้บริการทดสอบความชำนาญในแผนงานการทดสอบผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อด้านการปศุสัตว์โดยตรง จึงมีความจำเป็นต้องใช้วิธีเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ เพื่อสร้างความมั่นใจในความใช้ได้ของผลทดสอบและทำให้ทราบระดับความสามารถของห้องปฏิบัติการ ตลอดจนวิธีทดสอบที่ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่ใช้ตรวจ โดยกรมปศุสัตว์สามารถนำผลการศึกษาไปวางแผนการกำกับดูแลวัตถุอันตรายด้านการปศุสัตว์ เช่น การกำหนดวิธีทดสอบมาตรฐาน การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบจากหลายห้องปฏิบัติการ การเตรียมความพร้อมเป็นผู้ให้บริการทดสอบความชำนาญ การอนุญาตให้ใช้ผลทดสอบจากห้องปฏิบัติการอื่นเพื่อขอขึ้นทะเบียนผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อหรือการถ่ายโอนภารกิจการตรวจสอบสินค้าปศุสัตว์ในอนาคต

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการทดสอบผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อด้านการปศุสัตว์จำนวน 2 ชนิดคือ formaldehyde และ available iodine ด้วยวิธีเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการโดยใช้สถิติตามแนวทางของ ISO 13528: 2015

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

เครื่องมือและวัสดุอุปกรณ์

1. เครื่อง UHPLC-DAD ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น Nexera LD-30AD พร้อม HPLC column ชนิด C18 Kinetex (Phenomenex[®], USA) ขนาด 100 mm x 2.1 mm ID, 1.7 μ m particle size
2. เครื่อง titrator ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น T7, T9 พร้อม ion selective electrode (DMi 140-SC)
3. ตู้อบสุญญากาศ ยี่ห้อ Eyela รุ่น VOS-301SD
4. เครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียดทศนิยม 5 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AX205DR
5. pH meter ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น Seven Execlence
6. เครื่องกวนและผสมสารละลาย ยี่ห้อ Jenway รุ่น 1002 stirrer
7. เครื่องแก้ววัดปริมาตร class A
8. เครื่องทำน้ำบริสุทธิ์ยี่ห้อ Thermo Scientific รุ่น Genpure Pro UV TOC
9. เครื่องวัดความหนาแน่นของของเหลวอัตโนมัติ ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น DM45
10. ขวดพลาสติกและขวดแก้วสีน้ำตาลขนาด 50 มิลลิลิตร พร้อมฝาเกลียวพลาสติก
11. glass cylinder ขนาด 50 มิลลิลิตร

สารมาตรฐานและสารเคมี

1. Formaldehyde standard solution, certified reference material (CRM) ยี่ห้อ AccuStandard[®] lot 220121312 ความเข้มข้น 1,000 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร
2. Potassium iodate, certified reference material (CRM) ยี่ห้อ Supelco[®] lot 192404P ความบริสุทธิ์ 99.89 %
3. Formaldehyde solution ยี่ห้อ ChemService[®] lot 9462100 ความเข้มข้น 38.2 % (W/W)
4. Acetonitrile HPLC grade และ AR grade
5. 2,4 - dinitrophenylhydrazine, AR grade
6. 85 % Ortho-phosphoric acid, AR grade
7. Sodium thiosulfate pentahydrate , ACS grade
8. Potassium iodide, AR grade
9. Sulfuric acid, AR grade
10. Iodine resublime, AR grade
11. น้ำบริสุทธิ์ ความต้านทานไม่น้อยกว่า 18.2 M Ω -cm

วิธีการ

จัดทำแผนเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการด้านวัตถุอันตรายประเภทผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อและประชาชนสัมพันธ์ให้ห้องปฏิบัติการที่สนใจทราบ ผ่านเว็บไซต์สำนักตรวจสอบคุณภาพสินค้าปศุสัตว์

เตรียมตัวอย่างเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติจากผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อในท้องตลาด รายการ formaldehyde เตรียมจากผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นของเหลวใสสีขาว บรรจุในขวดพลาสติกกลมทึบแสงสีขาว ปิดสนิทด้วยฝาเกลียวทึบแสงสีขาว ขนาดบรรจุ 1 ลิตร จำนวน 2 ขวดที่เป็นชุดการผลิตเดียวกัน และตัวอย่าง รายการ available iodine เตรียมจากผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาล บรรจุในขวดพลาสติกกลมทึบแสงสีขาว ปิดสนิทด้วยฝาเกลียวพลาสติกทึบแสงสีขาว ขนาดบรรจุ 1 ลิตร จำนวน 2 ขวดที่เป็นชุดการผลิตเดียวกัน

เตรียมตัวอย่างโดยการผสมตัวอย่างแต่ละรายการลงใน erlenmeyer flask ขนาด 3,000 มิลลิลิตร ใส่ magnetic bar และกวนผสมให้เข้ากันโดยใช้เครื่องกวนและผสมสารละลาย เป็นเวลาอย่างน้อย 10 นาที บรรจุตัวอย่าง formaldehyde ลงในใส่ขวดพลาสติกกลมทึบแสงขนาด 50 มิลลิลิตร บรรจุตัวอย่าง available iodine ลงในขวดแก้วสีน้ำตาลขนาด 50 มิลลิลิตร โดยเทผ่าน glass cylinder ให้ได้ขวดละประมาณ 50 มิลลิลิตร ปิดให้สนิทด้วยฝาเกลียวพลาสติก พันหีบด้วยพาราฟิล์ม เตรียมตัวอย่างรายการละ 30 ขวด ติดฉลาก ระบุรายละเอียดข้างขวด ประกอบด้วย รหัสตัวอย่าง รายการทดสอบ คำแนะนำในการเก็บรักษา และเดือนที่แบ่งบรรจุ เก็บรักษาในตู้เก็บสารเคมีที่อุณหภูมิไม่เกิน 30 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและความคงสภาพของตัวอย่าง

1. การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยใช้เกณฑ์ความเหมาะสมของตัวอย่างสำหรับการเปรียบเทียบผลทดสอบระหว่างห้องปฏิบัติการ ตามมาตรฐาน ISO 13528: 2015 (ข้อ 6.1 และ Annex B: homogeneity and stability of proficiency test items) มีขั้นตอนดังนี้

1.1. ชักตัวอย่างด้วยวิธีสุ่มแบบ simple random sampling จำนวน 10 ตัวอย่าง โดยใช้ <https://www.random.org> มาทดสอบหาปริมาณสารสำคัญทั้ง 2 รายการ โดยทดสอบตัวอย่างละ 2 ซ้ำ รายการ formaldehyde ใช้วิธีทดสอบด้วยเทคนิค UHPLC-DAD ตามเอกสาร BQCLP_VDHD_T09_13 รายการ available iodine ใช้วิธี potentiometric titration ตามเอกสาร BQCLP_VDHD_T09_14 ณ ห้องปฏิบัติการ กลุ่มตรวจสอบคุณภาพยาสัตว์และวัตถุดิบรายด้านการปศุสัตว์ สำนักตรวจสอบคุณภาพสินค้าปศุสัตว์ ซึ่งได้รับการรับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2017 ในขอบข่ายการทดสอบดังกล่าว

1.2. การประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน

1.2.1 ทดสอบความเบี่ยงเบนภายในตัวอย่าง (within sample variation (S_w)) โดยใช้ Cochran's test คำนวณค่า C_{cal} ด้วยโปรแกรม Microsoft Excel[®] เกณฑ์ยอมรับ คือ ค่า $C_{cal} < C_{95\%}$ ถือว่าไม่มี outlier โดยค่า $C_{95\%}$ ที่ $n = 10$ คือ 0.602 การคำนวณค่า C_{cal} มีดังนี้

$$C_{cal} = \frac{D_{max}^2}{\sum D_i^2}$$

D_i คือ ผลต่างระหว่างซ้ำ ที่ $i = 1, 2, 3, \dots, 10$
 D_{max}^2 คือ ค่ายกกำลังสองที่มีค่ามากที่สุดของ D_i

หากพบ outlier ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ให้คำนวณต่อที่ระดับความเชื่อมั่น 99 % (มีค่า $C_{99\%}$ ที่ $n = 10$ เท่ากับ 0.718) ถ้าไม่มี outlier ($C_{cal} < C_{99\%}$) สามารถใช้ข้อมูลชุดนี้ไปทดสอบในขั้นตอนต่อไปได้ หากยังพบ outlier ให้ตัดค่านั้นออก ตรวจสอบต่อตามขั้นตอนเดิมจนไม่พบ outlier แล้วจึงนำข้อมูลชุดนี้ไปทดสอบต่อตามข้อ 1.2.2

1.2.2 ทดสอบความเบี่ยงเบนระหว่างตัวอย่าง (between – sample variation (S_b)) จากสมการ

$$S_b = \sqrt{\frac{(MSB - MSW)}{2}}$$

โดยค่า MSB คือ mean square between groups และค่า MSW คือ mean square within groups ได้จากการนำข้อมูลในข้อ 1.1 ไปวิเคราะห์โดยใช้สถิติ ANOVA: Single Factor ด้วยโปรแกรม Microsoft Excel[®] ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %, $df_1 = 9$ และ $df_2 = 10$ ส่วน 2 แทนจำนวนซ้ำที่ทดสอบ

- 1.3. เปรียบเทียบค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (S_s) กับค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสำหรับการประเมินความสามารถ (Standard Deviation for Proficiency Assessment: SDPA) ซึ่งต้องได้น้อยกว่าหรือเท่ากับ $0.3SDPA$ จึงจะถือว่าตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ดังสมการ

$$S_s \leq 0.3SDPA$$

S_s คือ between-sample variation

SDPA คือ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสำหรับการประเมินความสามารถ ซึ่งคำนวณจาก modified Horwitz model ในรูป reproducibility standard deviation (Q_R) ดังสมการ

$$SDPA = 0.22c \quad \text{เมื่อ} \quad c < 1.2 \times 10^{-7}$$

$$SDPA = 0.02c^{0.8495} \quad \text{เมื่อ} \quad 1.2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0.138$$

$$SDPA = 0.01c^{0.5} \quad \text{เมื่อ} \quad c > 0.138$$

เมื่อ c คือ concentration ในรูป mass fraction โดยที่ $0 \leq c \leq 1$

2. การทดสอบความคงสภาพ

- 2.1 ชักตัวอย่างด้วยวิธีสุ่มแบบ simple random sampling จำนวน 6 ตัวอย่าง/รายการทดสอบ โดยใช้ <https://www.random.org> เพื่อทดสอบความคงสภาพ 3 ครั้ง คือก่อนส่งตัวอย่างทดสอบ หลังการขนส่งตัวอย่างและหลังวันกำหนดส่งผลทดสอบรายละเอียดดังตารางที่ 1 โดยเปรียบเทียบกับค่าปริมาณสารสำคัญที่ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

ตารางที่ 1 แผนการทดสอบความคงสภาพของตัวอย่าง

การทดสอบความคงสภาพ	จำนวนตัวอย่าง	
	Formaldehyde	Available iodine
ก่อนส่งตัวอย่าง (กุมภาพันธ์ 2564)	2	2
การขนส่งตัวอย่าง (4 มีนาคม 2564)	2	2
หลังวันกำหนดส่งผลทดสอบ (24 มีนาคม 2564)	2	2

- 2.2 ทดสอบตัวอย่างละ 2 ซ้ำ นำค่าปริมาณสารสำคัญที่ได้ไปเปรียบเทียบกับค่าจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยมีเกณฑ์การยอมรับกำหนดไว้ ดังนี้

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0.3SDPA$$

ซึ่ง $\bar{y}_1$ คือ ค่าเฉลี่ยของข้อมูลที่ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

$\bar{y}_2$ คือ ค่าเฉลี่ยของข้อมูลที่ได้จากการทดสอบความคงสภาพ

3. การกระจายตัวอย่างเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ

ส่งตัวอย่างเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการทางรถยนต์ไปยังให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมจำนวนแห่งละ 1 ชุดต่อรายการทดสอบ และนำตัวอย่างสำหรับทดสอบความคงสภาพจากการขนส่งตัวอย่างจำนวนรายการละ 2 ตัวอย่างไปด้วย โดยบรรจุในกล่องโฟมที่มีการควบคุมอุณหภูมิตัวอย่างให้ไม่เกิน 30 องศาเซลเซียส ไม่ให้โดนแสงแดดโดยตรง หลังการกระจายตัวอย่างเสร็จสิ้น นำตัวอย่างสำหรับทดสอบความคงสภาพไปทดสอบหาปริมาณสารสำคัญในวันทำการถัดไป

4. การทดสอบตัวอย่างและรายงานผลทดสอบ

ห้องปฏิบัติการต้องทดสอบตัวอย่างเปรียบเทียบผลด้วยวิธีที่ห้องปฏิบัติการใช้เป็นงานประจำหรือวิธีที่แนบไปในแผนการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการด้านวัตถุอันตราย และส่งผลการทดสอบกลับภายในวันที่กำหนดคือ 24 มีนาคม 2564 โดยรายงานในหน่วยร้อยละของสารสำคัญ (% W/V) ทศนิยม 3 ตำแหน่ง พร้อมค่าความไม่แน่นอนขยายของผลการวัดที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % (ถ้ามี) และข้อมูลที่จำเป็น เช่น เอกสารอ้างอิง วัสดุอ้างอิง ตัวอย่างโครมาโทแกรม คอลัมน์ที่ใช้ทดสอบ ตัวอย่างกราฟการไทเทรต เป็นต้น โดยข้อมูลทุกอย่างเป็นความลับไม่มีการเปิดเผย ตลอดจนใช้รหัสห้องปฏิบัติการแทนชื่อห้องปฏิบัติการที่รายงานผลทดสอบ

5. การคำนวณค่าทางสถิติตาม ISO 13528: 2015

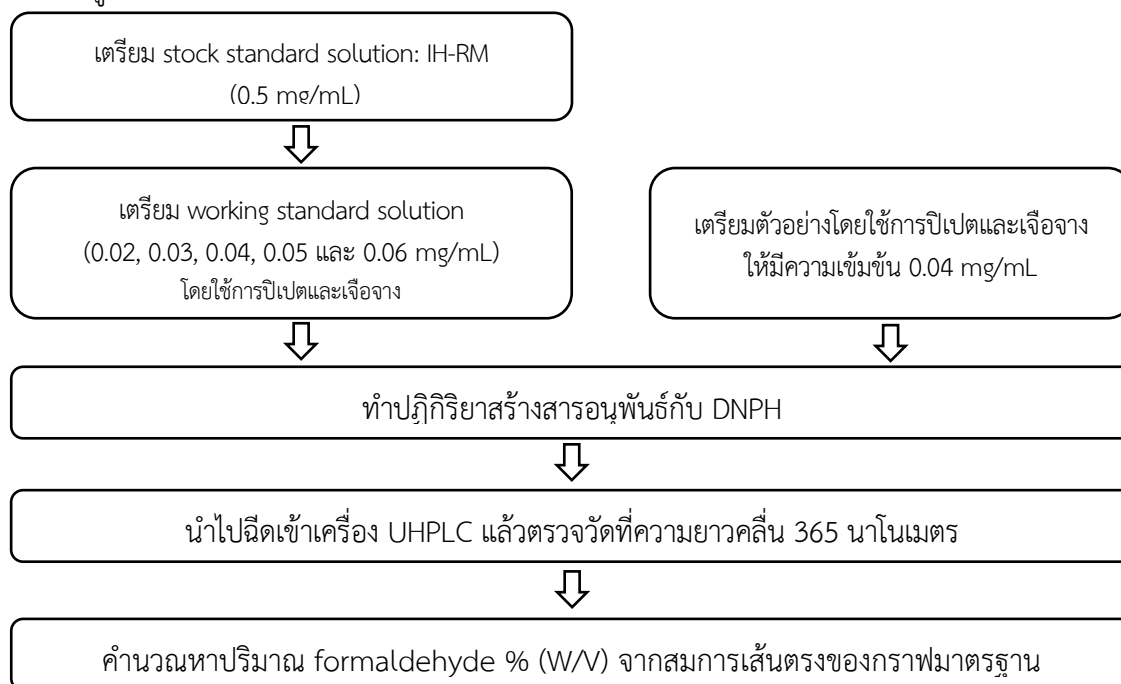
ประกอบด้วย การหาค่ากำหนด การประมาณค่าความไม่แน่นอนของค่ากำหนด การคำนวณค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสำหรับการประเมินความสามารถ (SDPA) และการคำนวณเกณฑ์การประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการ

5.1 การหาค่ากำหนด (assigned value: x_a) และค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนด ($u(x_a)$)

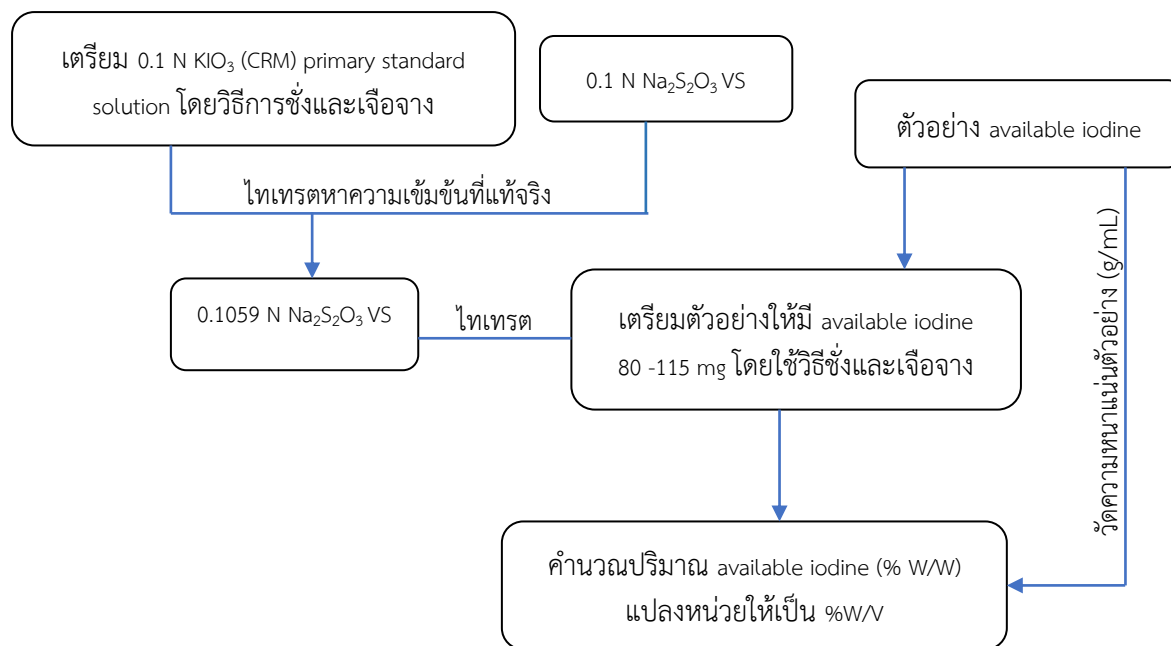
ใช้ค่ากำหนดจากห้องปฏิบัติการเดียวคือใช้ค่าที่ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยต้องเป็นค่าที่ได้จากวิธีทดสอบที่ยอมรับในหมู่ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมหรือวิธีที่เป็นวิธีปฐมภูมิ

การประมาณค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนดใช้ตาม Eurachem/CITAC Guide CG 4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (2012)

5.1.1. รายการ formaldehyde ทดสอบด้วยเทคนิค UHPLC-DAD โดยใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง คือ formaldehyde CRM เป็นสารมาตรฐาน สำหรับการทำให้ formaldehyde in-house reference material (formaldehyde IH-RM) โดยทดสอบจำนวน 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ เช่นเดียวกับการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นจึงใช้ IH-RM นี้ เป็นสารมาตรฐานสำหรับทดสอบตัวอย่างเปรียบเทียบผล ซึ่งมีขั้นตอนการทดสอบตามรูปที่ 1



รูปที่ 1 การทดสอบตัวอย่าง formaldehyde ด้วยเทคนิค UHPLC-DAD



รูปที่ 2 การทดสอบ available iodine ด้วยวิธี potentiometric titration

รายการ available iodine ทดสอบด้วยวิธี potentiometric titration โดยใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง (potassium iodate CRM) เป็นสารมาตรฐานปฐมภูมิในการหาความเข้มข้นที่แท้จริงของสารมาตรฐานทุติยภูมิ หรือ titrant (0.1 Normal $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ volumetric solution; VS) แล้วใช้ titrant นี้ทดสอบหาปริมาณ available iodine ในตัวอย่างเปรียบเทียบผล ตามรูปที่ 2

5.2 การคำนวณค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสำหรับการประเมินความสามารถ (Standard Deviation for Proficiency Assessment: SDPA) ใช้วิธีคำนวณจาก modified Horwitz model ตามที่ได้กล่าวไว้แล้วใน ข้อ 1.3 ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

5.3 เกณฑ์การประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมเปรียบเทียบผล

5.3.1. กรณีใช้ค่ากำหนดจากห้องปฏิบัติการเดียวหรือใช้ค่ากำหนดจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน การประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการจะใช้เกณฑ์ค่า z' scores ตามสมการ

$$z' = \frac{(x_i - x_a)}{\sqrt{\text{SDPA}^2 + u^2(x_a)}}$$

โดย x_i คือ ผลทดสอบที่ห้องปฏิบัติการรายงาน
 x_a คือ ค่ากำหนดของรายการทดสอบ
 SDPA คือ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสำหรับการประเมินความสามารถ
 $u(x_a)$ คือ ค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนด

เกณฑ์การตัดสิน

- $|z'| \leq 2.0$ หมายถึง ผลอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ (satisfactory)
- $2.0 < |z'| < 3.0$ หมายถึง ผลอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย (questionable)
- $|z'| \geq 3.0$ หมายถึง ผลอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ (unsatisfactory)

5.3.2. กรณีที่ห้องปฏิบัติการรายงานค่าความไม่แน่นอนขยายของการวัดที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % จะประเมิน E_n score ร่วมด้วย ตามสมการ

$$(E_n)_i = \frac{x_i - x_a}{\sqrt{U^2(x_i) + U^2(x_a)}}$$

โดยที่ U คือ ความไม่แน่นอนขยายของผลการวัด

$|E_n| \leq 1.0$ หมายถึง ผลอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ (satisfactory)

$|E_n| > 1.0$ หมายถึง ผลอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ (unsatisfactory)

ผลการทดลองและวิจารณ์

การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการครั้งนี้ มีห้องปฏิบัติการที่สนใจเข้าร่วมทั้งภาครัฐและเอกชน รวมทั้งสิ้น 5 ห้องปฏิบัติการ ดังตารางที่ 2 เนื่องจากห้องปฏิบัติการทดสอบด้านวัตถุอันตรายมีจำนวนไม่มาก ทำให้ต้องออกแบบทางสถิติตามข้อ 5.4 ของ ISO 13528: 2015 เรื่องข้อพิจารณา กรณีที่มีห้องปฏิบัติการเข้าร่วมเปรียบเทียบผลจำนวนน้อยราย

จากข้อจำกัดทางสถิติและเกณฑ์การประเมินที่นำมาใช้กับข้อมูลจำนวนน้อยราย จึงจำเป็นต้องออกแบบให้เหมาะสมเพื่อให้ผลการประเมินน่าเชื่อถือ โดยเฉพาะอย่างยิ่งการหาค่ากำหนดของตัวอย่างเปรียบเทียบผลและการหาการกระจายของข้อมูล (SDPA) ไม่ควรมาจากข้อมูลในคราวนั้นเพียงอย่างเดียว (Thompson *et al.*, 2006 และ Szewczak and Bondarzewski, 2016) ซึ่งสอดคล้องกับคำแนะนำใน EA-4/21 INF: 2018 ของ European co-operation for Accreditation ที่แนะนำการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการที่มีผู้เข้าร่วม 2-4 ราย แต่ไม่เกิน 7 ราย ว่าเป็นการเปรียบเทียบผลขนาดเล็ก (small ILC) ต้องพิจารณาข้อจำกัดทางสถิติเช่นเดียวกับ ISO 13528 ตารางที่ 2 จำนวนห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมเปรียบเทียบผล (ใช้รหัสห้องปฏิบัติการแทนชื่อห้องปฏิบัติการ)

รายการทดสอบ	ภาครัฐ	ภาคเอกชน	รวม (ห้องปฏิบัติการ)
Formaldehyde	2 (114 และ 115)	3 (110, 111 และ 112)	5
Available iodine	2 (114 และ 115)	3 (110, 111 และ 112)	5

1. การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

การทดสอบความเบี่ยงเบนภายในตัวอย่าง (S_w) ด้วย Cochran' s test ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % พบว่าค่า C_{cal} น้อยกว่าค่าวิกฤตจากการเปิดตาราง (ไม่พบ outlier) รายละเอียดดังตารางที่ 3 และ 5 แสดงว่าไม่มีความเบี่ยงเบนภายในตัวอย่างทั้งสองรายการทดสอบ

ทดสอบความเบี่ยงเบนระหว่างตัวอย่าง (S_b) พบว่า $S_b \leq 0.3SDPA$ รายละเอียดดังตารางที่ 4 และ 6 แสดงว่าตัวอย่างรายการ formaldehyde และ available iodine มีความเป็นเนื้อเดียวกันเพียงพอและเหมาะสมสำหรับการใช้เปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ

2. การทดสอบความคงสภาพ

2.1 การทดสอบความคงสภาพของตัวอย่าง

ทดสอบความคงสภาพของตัวอย่างที่สุ่มมาแต่ละช่วงเวลา โดยเปรียบเทียบกับค่าเฉลี่ยจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน พบว่าตัวอย่างทั้งสองรายการมีความคงสภาพตลอดช่วงระยะเวลาที่ศึกษา คือ ก่อนส่งตัวอย่างหลังการขนส่งตัวอย่าง และหลังจากวันที่กำหนดส่งผลทดสอบ พบว่า $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0.3SDPA$ เป็นไปตามมาตรฐาน ISO 13528: 2015 ข้อ 6.1 รายละเอียดดังตารางที่ 7 และ 8 แสดงว่าตัวอย่างรายการ formaldehyde และ available iodine มีความคงสภาพตลอดระยะเวลาที่ศึกษา ไม่มีผลกระทบจากการขนส่งและเหมาะสมสำหรับใช้เป็นตัวอย่างเปรียบเทียบระหว่างห้องปฏิบัติการ

ตารางที่ 3 การทดสอบความเบี่ยงเบนภายในตัวอย่าง (S_w) รายการ formaldehyde

รหัสตัวอย่าง	Formaldehyde (% W/V)		Cochran' s test		
	ทดสอบซ้ำที่ 1	ทดสอบซ้ำที่ 2	C_{cal}	$C_{95\%}$	$C_{cal} < C_{95\%}$
ILC-63-01-05	3.608	3.615	0.297	0.602	Pass
ILC-63-01-08	3.607	3.598			
ILC-63-01-10	3.599	3.608			
ILC-63-01-13	3.588	3.598			
ILC-63-01-18	3.593	3.599			
ILC-63-01-20	3.601	3.594			
ILC-63-01-25	3.596	3.588			
ILC-63-01-26	3.606	3.592			
ILC-63-01-27	3.594	3.593			
ILC-63-01-30	3.590	3.592			
mean ($\bar{y}_1$)	3.598				

ตารางที่ 4 การทดสอบความเบี่ยงเบนระหว่างตัวอย่าง (S_s) รายการ formaldehyde

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	0.000736	9	0.000082	2.476	0.087	3.020
Within Groups	0.00031	10	0.000033			
Total	0.00107	19				
S_s			0.005			
SDPA			0.12			
0.3SDPA			0.04			
$S_s \leq 0.3SDPA$			Pass			

SS คือ Sum of squares

MS คือ Mean Squares

df คือ degree of freedom

ตารางที่ 5 ผลการทดสอบความเบี่ยงเบนภายในตัวอย่าง (S_w) รายการ available iodine

รหัสตัวอย่าง	Available iodine (% W/V)		Cochran' s test		
	ทดสอบซ้ำที่ 1	ทดสอบซ้ำที่ 2	C_{cal}	$C_{95\%}$	$C_{cal} < C_{95\%}$
ILC-63-03-07	2.845	2.842	0.494	0.602	Pass
ILC-63-03-09	2.846	2.846			
ILC-63-03-12	2.821	2.824			
ILC-63-03-15	2.828	2.824			
ILC-63-03-16	2.809	2.822			
ILC-63-03-17	2.850	2.841			
ILC-63-03-18	2.841	2.843			
ILC-63-03-20	2.828	2.835			
ILC-63-03-28	2.820	2.822			
ILC-63-03-29	2.845	2.844			
mean ($\bar{y}_1$)	2.834				

ตารางที่ 6 ผลการทดสอบความเบี่ยงเบนระหว่างตัวอย่าง (S_s) รายการ available iodine

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	0.00251	9	0.00028	16.298	0.00007	3.020
Within Groups	0.00017	10	0.00002			
Total	0.00268	19				
S_s			0.01			
SDPA			0.10			
0.3SDPA			0.03			
$S_s \leq 0.3SDPA$			Pass			

SS คือ Sum of squares

MS คือ Mean Squares

df คือ degree of freedom

3. การกระจายตัวอย่างเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ

ทุกห้องปฏิบัติการได้รับตัวอย่างครบถ้วนและอยู่ในสภาพสมบูรณ์ ไม่พบว่าการขนส่งมีผลต่อปริมาณสารสำคัญในตัวอย่างซึ่งแสดงในผลการทดสอบความคงสภาพ

4. การทดสอบตัวอย่างและรายงานผลทดสอบ

ห้องปฏิบัติการทดสอบตัวอย่างและรายงานผลทดสอบทั้ง 2 รายการภายในกำหนดทุกแห่ง โดยรายงานหน่วยความเข้มข้นในหน่วย % W/V และทศนิยม 3 ตำแหน่งทุกแห่ง ยกเว้นรายการ formaldehyde มี 1 ห้องปฏิบัติการที่รายงานเป็นทศนิยม 2 ตำแหน่ง ได้แก้ไขโดยการเติม 0 ให้ครบ 3 ตำแหน่ง มีห้องปฏิบัติการรายงานค่าความไม่แน่นอนของการวัดรายการ formaldehyde จำนวน 2 แห่ง รายการ available iodine จำนวน 1 แห่ง รายละเอียดดังตารางที่ 10 และ 11 สำหรับวิธีทดสอบที่ใช้พบว่ารายการ formaldehyde ทุกห้องปฏิบัติการทดสอบด้วยเทคนิค HPLC โดยอาศัยหลักการสร้างสารอนุพันธ์กับ DNPH โดยเป็นวิธีที่พัฒนาขึ้นเองหรือพัฒนาขึ้นเองที่อ้างอิงจาก National Institute for Occupational Safety and Health, (NIOSH) สหรัฐอเมริกา และ Occupational Safety and Health Administration (OSHA) สหรัฐอเมริกา เป็นต้น รายการ available iodine ทุกห้องปฏิบัติการทดสอบด้วยวิธีไทเทรตทั้งวิธีมาตรฐานตาม United States Pharmacopeia (USP) และพัฒนาขึ้นเองที่อ้างอิงจาก USP ซึ่งห้องปฏิบัติการทั้งหมดใช้วิธีที่ทดสอบเป็นงานประจำในการเปรียบเทียบผล ทำให้รายงานผลทดสอบเป็นตัวแทนที่ดีในการแสดงความสามารถของห้องปฏิบัติการ

ตารางที่ 7 ผลการทดสอบความคงสภาพตัวอย่าง รายการ formaldehyde

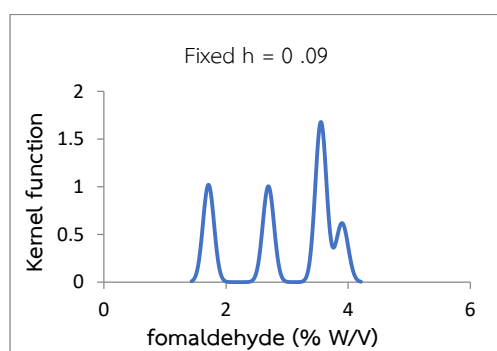
รายการ รหัสตัวอย่าง	ก่อนส่งตัวอย่าง ILC-63-01-16 ILC-63-01-28	การขนส่งตัวอย่าง ILC-63-01-03 ILC-63-01-07	หลังรายงานผล ILC-63-01-02 ILC-63-01-12
ผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน ($\bar{y}_1$) % W/V	3.598	3.598	3.598
ผลการทดสอบ ($\bar{y}_2$) % W/V	3.567	3.562	3.623
$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $ % W/V	0.031	0.036	0.025
0.3SDPA	0.04	0.04	0.04
$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 \leq 0.3SDPA$	Pass	Pass	Pass

ตารางที่ 8 การทดสอบความคงสภาพตัวอย่าง รายการ available iodine

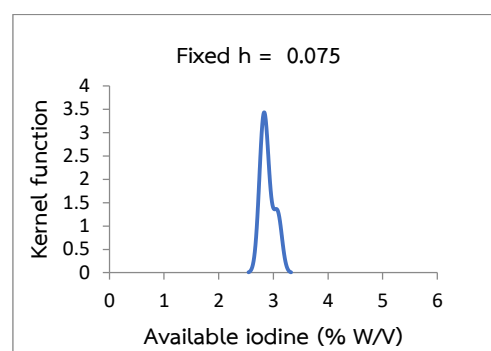
รายการ รหัสตัวอย่าง	ก่อนส่งตัวอย่าง ILC-63-03-13	การขนส่งตัวอย่าง ILC-63-03-02 ILC-63-03-21	หลังรายงานผล ILC-63-03-05 ILC-63-03-10
ผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน ($\bar{y}_1$) % W/V	2.834	2.834	2.834
ผลการทดสอบ ($\bar{y}_2$) % W/V	2.827	2.834	2.828
$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 $ % W/V	0.007	0.000	0.006
0.3SDPA	0.03	0.03	0.03
$ \bar{y}_1 - \bar{y}_2 \leq 0.3SDPA$	Pass	Pass	Pass

5. การคำนวณค่าทางสถิติตาม ISO 13528: 2015

หลังจากรวบรวมรายงานผลทดสอบแล้ว มีการตรวจสอบข้อมูลเบื้องต้นเพื่อจัดข้อมูลที่มีความผิดปกติชัดเจน (obvious blunder) ออกจากชุดข้อมูล เพื่อไม่ให้รบกวนการวิเคราะห์ทางสถิติ (ISO 13528: 2015; ISO/IEC 17043: 2010 และ Thompson *et al.*, 2006) ซึ่งไม่พบข้อมูลที่มีความผิดปกติชัดเจนทั้งสองรายการทดสอบ โดยข้อมูลที่ได้จากรายงานผลทดสอบของห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมไม่จำเป็นต้องมีการกระจายแบบปกติ เพียงแต่ควรมี unimodal distribution หรือมีลักษณะสมมาตรหรือใกล้เคียง การทำ kernel density plot ของรายการทดสอบ formaldehyde ที่ bandwidth (h) = 0.75SDPA ตามข้อ 10.3 ของ ISO 13528: 2015 พบว่ามีลักษณะเป็น trimodal distribution คือข้อมูลกระจายออกเป็น 3 กลุ่มชัดเจน ตามรูปที่ 3 ซึ่งอาจเกิดจากความซับซ้อนของวิธีทดสอบด้วยเทคนิค high performance liquid chromatography ที่มีขั้นตอนปฏิกิริยาการสังเคราะห์อนุพันธ์ด้วย จึงมีความแปรปรวนสูง อย่างไรก็ตาม ห้องปฏิบัติการใช้วิธีทดสอบเดียวกัน ถือว่าไม่มีความแตกต่างกันทางเทคนิค จึงไม่จำเป็นต้องแยกประเมินผล



รูปที่ 3 Density plot ของ fomaldehyde



รูปที่ 4 Density plot ของ available iodine

การทำ kernel density plot ของรายการ available iodine ที่ bandwidth (h) = 0.75SDPA พบว่ามีลักษณะเป็น unimodal distribution (รูปที่ 4) ถือว่าเป็นข้อมูลชุดเดียวกัน สามารถประเมินผลร่วมกันได้ทั้งหมด

5.1 การหาค่ากำหนด (assigned value: x_a)

การหาค่ากำหนดใช้ค่าจากห้องปฏิบัติการเดียว เนื่องจากห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมมีจำนวนน้อยเพียง 5 แห่ง ข้อมูลมี bias และความแปรปรวนสูง เมื่อจำนวนผู้เข้าร่วมน้อยกว่า 20 แห่ง จึงไม่นำค่าพ้องกลุ่มมาใช้เป็นค่ากำหนด

(Belli *et al.*, 2007) ISO 13528: 2015 ข้อ 7.5 กล่าวถึงการหาค่าจากห้องปฏิบัติการเดี่ยวว่าสามารถทำได้โดยใช้ค่าจากห้องปฏิบัติการอ้างอิง หรือค่าจากการทดสอบด้วยวิธีที่มีคุณสมบัติเป็นวิธีปฐมภูมิหรือวิธีที่ยอมรับในหมู่ผู้เข้าร่วมเปรียบเทียบผลและมีการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัด รวมทั้งผลการวัดต้องมีความสอดคล้องได้ทางมาตรวิทยา หากมีวัสดุอ้างอิงรับรองสามารถนำมาใช้หาค่ากำหนดของตัวอย่างเปรียบเทียบผลได้ โดยการทดสอบควบคู่กันภายใต้ความเที่ยงที่เหมาะสม ตามข้อ 7.5.2.1 หากไม่สามารถทำได้ต้องใช้วิธีการอื่นที่เหมาะสม ข้อดีของการหาค่ากำหนดจากห้องปฏิบัติการเดี่ยวคือ bias และ outlier ของข้อมูลชุดนั้น ไม่มีผลต่อค่ากำหนด จึงความเหมาะสมในกรณีผู้เข้าร่วมเปรียบเทียบผลมีจำนวนน้อยราย (Sin and Wong, 2015) เห็นได้ชัดเจนกรณีของรายการ formaldehyde ซึ่งมีการกระจายของข้อมูลออกเป็น 3 กลุ่ม จึงไม่ควรใช้ค่าเฉลี่ยเลขคณิตเป็นค่ากำหนดเพราะได้รับผลกระทบจาก bias และ outliers ส่วนค่ามัธยฐานนั้นทนต่อ outliers ได้ดี แต่จะมีการกระจายแบบปกติ เมื่อจำนวนข้อมูลมาจาก 18 รายขึ้นไป อย่างไรก็ตาม ISO 13528: 2015 แนะนำให้ใช้ในกรณีมีผู้เปรียบเทียบผลตั้งแต่ 3-5 ห้องปฏิบัติการได้ แต่ไม่มีความสอดคล้องได้ทางมาตรวิทยา

การหาค่ากำหนดรายการ formaldehyde ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างที่ทดสอบด้วยเทคนิค UHPLC-DAD ที่มีการใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง formaldehyde CRM (AccuStandard[®]) เพื่อสอบเทียบและถ่ายค่าไปยัง in-house reference material (Chemservice[®]) แล้วนำไปใช้ในการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ การศึกษาครั้งนี้ไม่ได้ทดสอบวัสดุอ้างอิงรับรองควบคู่กับตัวอย่างเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการโดยตรง เนื่องจากมีค่าใช้จ่ายสูง แต่มีการสอบเทียบและถ่ายค่าเป็นลำดับจากวัสดุอ้างอิงรับรองจนถึงตัวอย่างเปรียบเทียบผล จึงทำให้ค่ากำหนดรายการ formaldehyde มีความสอดคล้องได้ทางมาตรวิทยา ได้ค่ากำหนดของตัวอย่างเปรียบเทียบผลรายการ formaldehyde 3.598 % (W/V) ดังตารางที่ 3 และ 9

การหาค่ากำหนดรายการ available iodine ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันด้วยเทคนิค potentiometric titration ซึ่งมีคุณสมบัติเป็นวิธีปฐมภูมิ (Bievre *et al.*, 2011 และ Eurachem/CITAC, 2019) มีการใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง potassium iodate CRM (Supelco[®]) เพื่อสอบเทียบและถ่ายค่าไปยัง secondary reference material หรือ Na₂S₂O₃ volumetric solution (titrant) แล้วนำไปใช้ในการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ จึงทำให้ผลการวัดมีความสอดคล้องได้ทางมาตรวิทยา ได้ค่ากำหนดของตัวอย่างเปรียบเทียบผลรายการ available iodine 2.834 % (W/V) ดังตารางที่ 5 และ 9 สำหรับการหาค่ากำหนดด้วยวิธีการอื่นตาม ISO 13528: 2015 ไม่เหมาะสมกับการศึกษาครั้งนี้ ดังนี้

ข้อ 7.3 การหาค่ากำหนดจากสูตร (formulation) ใช้ในกรณีที่เตรียมตัวอย่างจากสารที่ทราบปริมาณแน่นอน และการผสมสารไม่มีผลรบกวนปริมาณสารสำคัญ สามารถหาค่ากำหนดจากการสูตรคำนวณความเข้มข้นของสารนั้น การศึกษาครั้งนี้ใช้ตัวอย่างจากท้องตลาดจึงไม่สามารถหาค่ากำหนดตามวิธีนี้ได้

ข้อ 7.4 การหาค่ากำหนดจากวัสดุอ้างอิงรับรอง โดยใช้ค่าคุณสมบัติของวัสดุอ้างอิงรับรองมาเป็นค่ากำหนดได้ในกรณีที่วัสดุอ้างอิงรับรองเป็นตัวอย่างเปรียบเทียบผล ซึ่งการศึกษาครั้งนี้ไม่ได้ใช้วัสดุอ้างอิงรับรองเป็นตัวอย่างเปรียบเทียบผล เนื่องจากมีราคาสูง

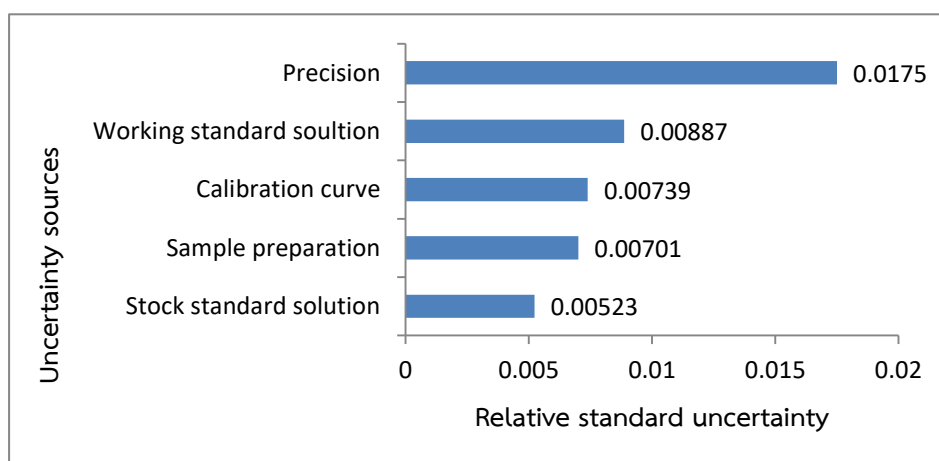
ข้อ 7.6 การหาค่ากำหนดจากค่าพ้องกลุ่มของห้องปฏิบัติการเชี่ยวชาญ (consensus value from expert laboratories) จำเป็นต้องใช้ห้องปฏิบัติการเชี่ยวชาญหรือห้องปฏิบัติการอ้างอิง ที่มีความสามารถในการทดสอบและรายงานค่าความไม่แน่นอนของการวัด เพื่อหาค่าพ้องกลุ่มมาใช้เป็นค่ากำหนด ซึ่งมีห้องปฏิบัติการที่มีคุณสมบัติดังกล่าวจำนวนน้อย ทำให้มีความยุ่งยากในการดำเนินการดังกล่าว

ข้อ 7.7 การหาค่ากำหนดจากค่าพ้องกลุ่มของผลทดสอบจากผู้เข้าร่วมเปรียบเทียบผล (consensus value from participant results) ส่วนมากคำนวณด้วยสถิติโรบัสต์ซึ่งมีข้อดีคือ มีความคงทนต่อ outliers กรณีที่มีไม่เกิน 20 % ของข้อมูลทั้งหมด เป็นวิธีที่สะดวก จึงนิยมใช้โดยทั่วไป แต่มีข้อจำกัดของสถิติที่ต้องใช้ข้อมูลจากผู้เข้าร่วมมากกว่า 12 ราย จึงจะเป็นที่ยอมรับ เช่น การศึกษาเรื่องการทดสอบความชำนาญการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ

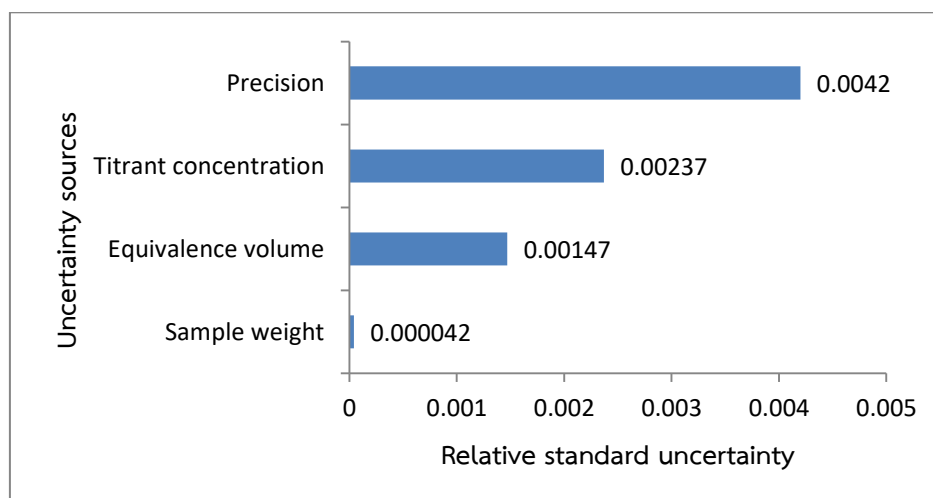
โปรตีน น้ำตาลแลคโตสและปริมาณของแข็งทั้งหมดในตัวอย่างน้ำนมโคดิบ ของ สมชายและศิริประภา (2555) เลือกใช้ค่ากำหนดจากค่าพ้องกลุ่มของผลทดสอบในแผนงานนั้น โดยใช้สถิติโรบัสต์ algorithm A เนื่องจากมีห้องปฏิบัติการเข้าร่วม 39 แห่ง โดยรายการน้ำตาลแลคโตสมีข้อมูลจำนวนน้อยที่สุด 26 แห่ง จึงมีความเหมาะสมในการใช้สถิติโรบัสต์ ส่วนการศึกษาครั้งนี้ มีห้องปฏิบัติการเข้าร่วมเปรียบเทียบผลเพียง 5 แห่ง จึงไม่เหมาะสมที่จะหาค่ากำหนดจากค่าพ้องกลุ่มของผลทดสอบจากผู้เข้าร่วมเปรียบเทียบผล

5.2 การประมาณค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนด (standard uncertainty of assigned value: $u(x_a)$)

การประมาณค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนดใช้วิธีคิดแหล่งค่าความไม่แน่นอนของการวัดจากทุกปัจจัยแบบ bottom up approach ตาม Eurachem/CITAC Guide CG 4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (2012) ความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนดรายการ formaldehyde เท่ากับ $\pm 0.082\%$ (W/V) ดังตารางที่ 9 สำหรับแหล่งค่าความไม่แน่นอนที่มีผลต่อการทดสอบปริมาณ formaldehyde มากที่สุดคือ ความเที่ยงของวิธี (precision) ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานใช้งาน (working standard solution) ตามลำดับ ดังรูปที่ 5



รูปที่ 5 แหล่งของค่าความไม่แน่นอนของการทดสอบ formaldehyde แสดงในรูป relative standard uncertainty



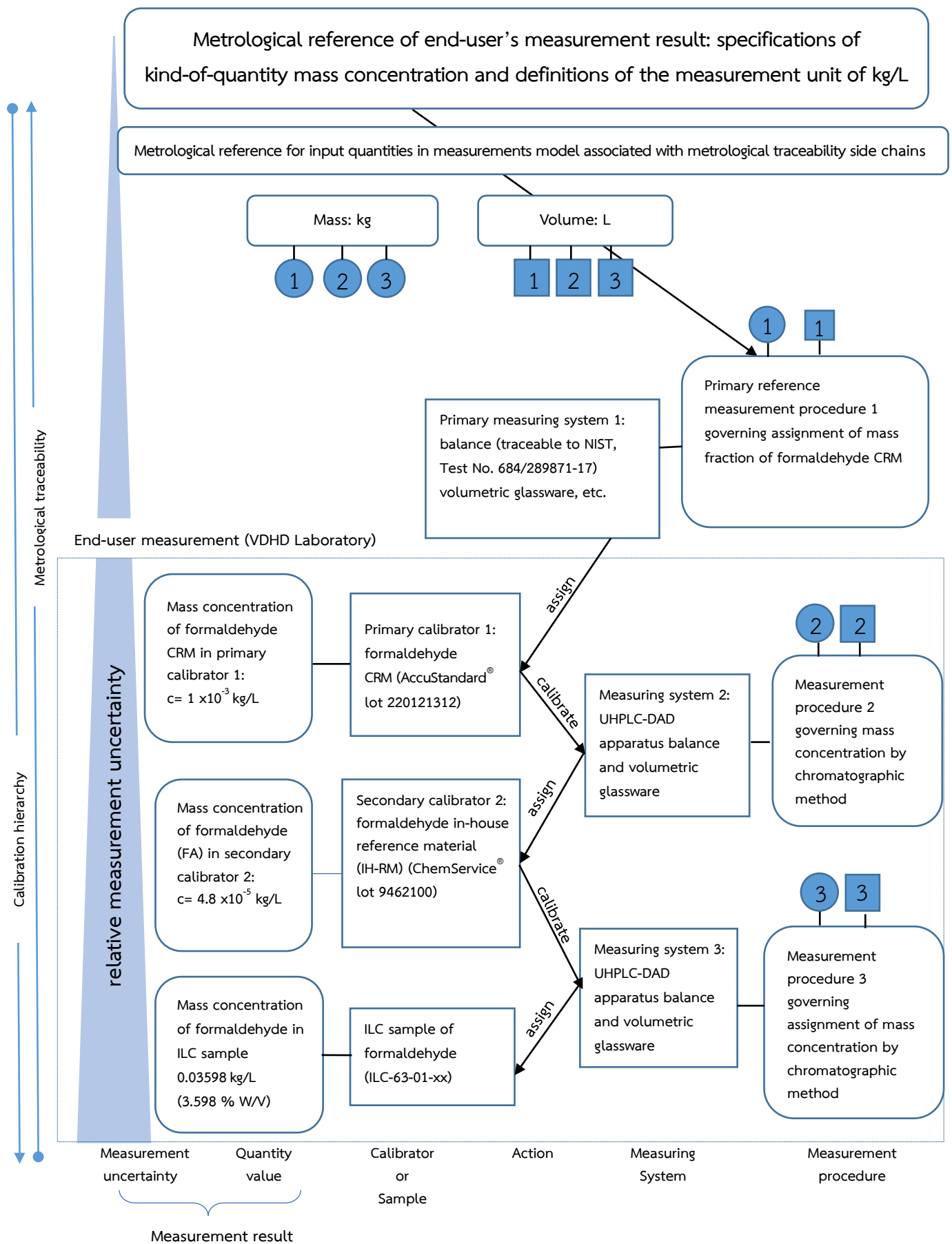
รูปที่ 6 แหล่งของค่าความไม่แน่นอนของการทดสอบ available iodine แสดงในรูป relative standard uncertainty

ส่วนค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนดรายการ available iodine เท่ากับ ± 0.015 % (W/V) สำหรับแหล่งค่าความไม่แน่นอนที่มีผลต่อการทดสอบปริมาณ available iodine มากที่สุดคือ ความเที่ยงของวิธี (precision) และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน (titrant concentration) ตามลำดับ ดังรูปที่ 6

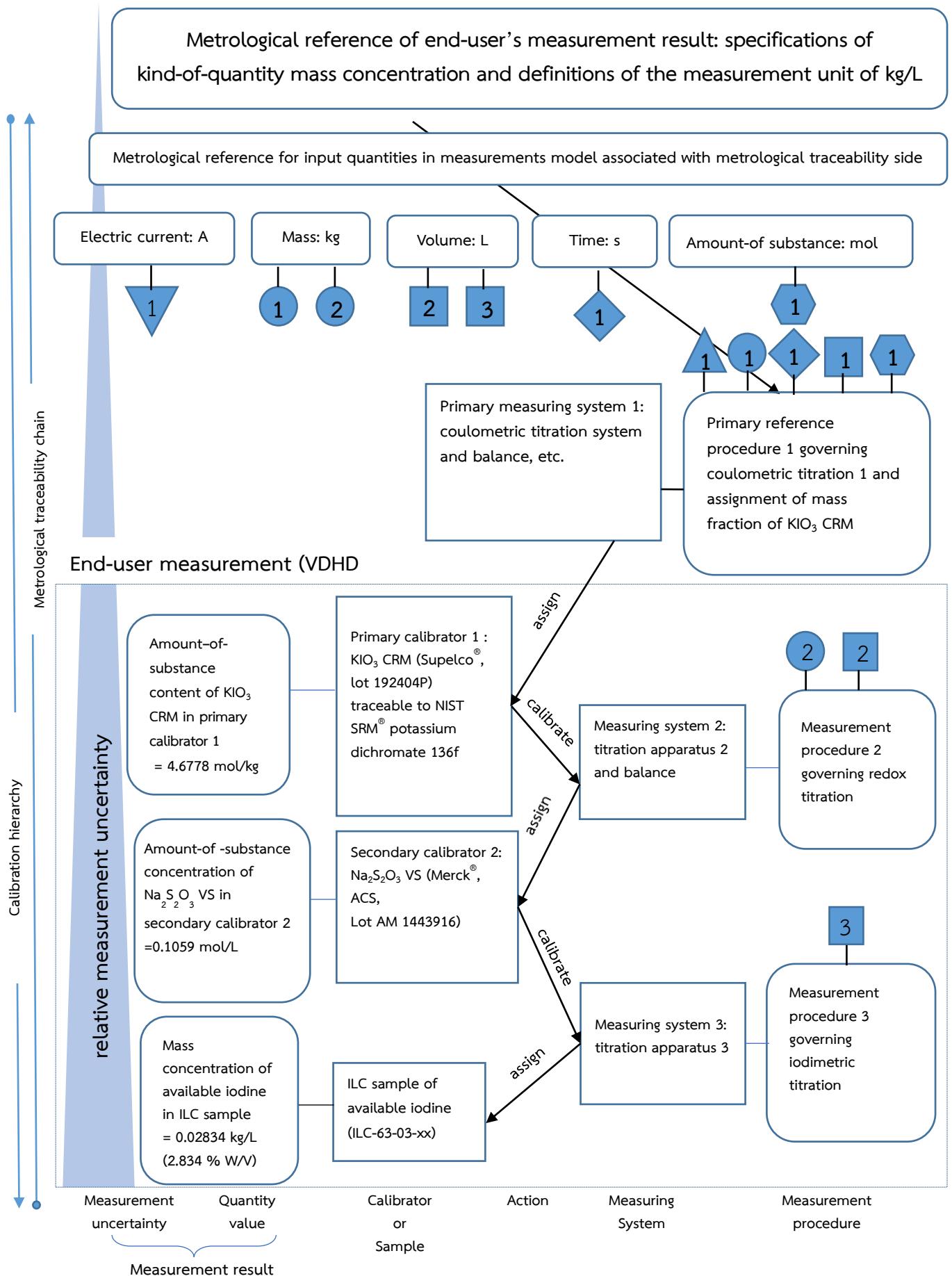
5.3 ความสอบกลับได้ทางมาตรวิทยาของค่ากำหนด

ค่ากำหนดของตัวอย่างเปรียบเทียบผลรายการ formaldehyde และ available iodine สามารถสอบกลับได้ทางมาตรวิทยาโดยการเชื่อมโยงไปสู่หน่วยการวัดในระบบหน่วยระหว่างประเทศคือ หน่วย mass concentration ซึ่งรายงานในหน่วย % W/V สามารถแปลงหน่วยได้เป็น kg/L (Eurachem/CITAC, 2019) ดังใช้การสอบกลับได้ทางมาตรวิทยาของ formaldehyde (รูปที่ 7) ซึ่งมีจุดสูงสุดของใช้การสอบกลับได้ของการวัดทางมาตรวิทยาไปยังระบบหน่วยระหว่างประเทศ สัญลักษณ์วงกลมแทนหน่วยกิโลกรัม (kg) ส่วนสัญลักษณ์สี่เหลี่ยมจัตุรัสแทนหน่วยลิตร (L) ซึ่งแสดงหน่วยการวัดที่เกี่ยวข้องติดอยู่กับกล่องกระบวนการวัดคือ primary reference measurement procedure 1 ที่ผู้ผลิตวัสดุอ้างอิงรับรอง ในขณะที่ measurement procedure 2 ซึ่งมี primary calibrator 1: formaldehyde CRM (AccuStandard[®]) ทำหน้าที่สอบเทียบและ measuring system 2 (เครื่องมือวัด) ถ่ายค่าให้ formaldehyde IH-RM (ChemService[®]) ส่วน measurement procedure 3 (เทคนิค UHPLC-DAD) มีการสอบเทียบจาก secondary calibrator 2: formaldehyde IH-RM (ChemService[®]) และถ่ายค่าไปยังตัวอย่างเปรียบเทียบผล จึงได้ผลการวัดที่ประกอบด้วยค่าปริมาณและค่าความไม่แน่นอนของการวัด โดยแสดงความสอบกลับได้ผ่านการใช้วัสดุอ้างอิงรับรองคือ formaldehyde CRM (AccuStandard[®] lot. 220121312) ที่สอบกลับได้ทางมวลไปยัง NIST (National Institute of Standards and Technology, USA) ด้วยวิธีทดสอบหมายเลข 684/289871-17 และสอบกลับไปยังกิโลกรัมมาตรฐานของโลก ร่วมกับการใช้เครื่องชั่งที่ผ่านการสอบเทียบ การใช้เครื่องแก้ววัดปริมาตรที่ผ่านการสอบเทียบและเครื่อง UHPLC-DAD ที่มีการตรวจสอบประสิทธิภาพ

ในทำนองเดียวกัน ค่ากำหนดของ available iodine สามารถแสดงความสอบกลับได้ทางมาตรวิทยาผ่านการใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง คือ potassium iodate CRM (Supelco[®] lot. 192404P) ที่สอบกลับได้ไปยัง NIST SRM[®] potassium dichromate 136f ร่วมกับการใช้เครื่องชั่งที่ผ่านการสอบเทียบ การใช้เครื่องแก้ววัดปริมาตรและเครื่องไทเทรตที่ผ่านการสอบเทียบ จึงทำให้ผลการวัดในหน่วย kg และ L สามารถสอบกลับได้ทางมาตรวิทยาไประดับที่สูงขึ้นผ่านการวัดระดับชาติไปยังระบบหน่วยระหว่างประเทศได้ (รูปที่ 8)



รูปที่ 7 โซ่การสอบกลับได้ทางมาตรวิทยาของรายการ formaldehyde (ดัดแปลงจาก Bievre *et al.*, 2011)



รูปที่ 8 ใช้การสอบกลับได้ทางมาตรวิทยาของรายการ available iodine (ดัดแปลงจาก Bievre *et al.*, 2011)

5.4 การคำนวณค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสำหรับการประเมินความสามารถ (Standard Deviation for Proficiency Assessment: SDPA)

การศึกษาค้นคว้าครั้งนี้คำนวณ SDPA ตามข้อ 8.4 ของ ISO 13528: 2015 คือคำนวณจากสมการหาความเที่ยงของวิธีทดสอบที่สัมพันธ์กับระดับความเข้มข้นของสาร ที่นิยมในการวิเคราะห์ทางเคมีได้แก่ modified Horwitz model โดย SDPA รายการ formaldehyde มีค่า 0.12 % (W/V) และรายการ available iodine มีค่า 0.10 % (W/V) ดังแสดงในตารางที่ 9 ซึ่ง SDPA นอกจากใช้เพื่อประเมินความสามารถแล้ว ยังใช้ในการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและความคงสภาพของตัวอย่างเปรียบเทียบผลด้วย

สำหรับการคำนวณ SDPA ตามข้อ 8.2, 8.3, 8.5 และ 8.6 ของ ISO 13528: 2015 นั้น ไม่สามารถทำได้ เนื่องจากข้อมูลไม่เพียงพอที่จะนำมากำหนดเป็น SDPA ดังนี้ คือ

8.2 การคำนวณ SDPA โดยใช้ข้อมูลทางวิชาการ ข้อกำหนดของหน่วยรับรองหรือกฎหมายและระเบียบที่เกี่ยวข้องที่กำหนดค่า maximum permissible error ของการทดสอบไว้ โดยต้องผ่านความเห็นชอบจากคณะผู้เชี่ยวชาญ (by perception of experts) ด้วย

8.3 การคำนวณ SDPA จากข้อมูลความเที่ยงการจัดกิจกรรมทดสอบความชำนาญหรือเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการรอบก่อนหน้าที่ใช้ตัวอย่างมีคุณสมบัติเดียวกันและเทียบเคียงกันได้ โดยใช้สถิติที่เหมาะสม เช่น pooled SD หรือสถิติโรบัสต์ algorithm S เป็นต้น

8.5 การคำนวณ SDPA จากข้อมูลความเที่ยงแบบทวนซ้ำได้ (repeatability) และความเที่ยงแบบทำซ้ำได้ (reproducibility) ของวิธีทดสอบ ซึ่งทั้งสองรายการทดสอบไม่มีข้อมูลนี้แสดงไว้

สำหรับข้อ 8.6 เป็นการคำนวณ SDPA โดยใช้ข้อมูลจากผู้เข้าร่วมในรอบนั้น ๆ นิยมคำนวณด้วยสถิติโรบัสต์ algorithm A ควบคู่กับการหาค่ากำหนดจากค่าพ้องกลุ่มจากผลทดสอบของผู้เข้าร่วมเปรียบเทียบผล (ข้อ 7.7 ของ ISO 13528: 2015) ซึ่งไม่เหมาะสมกับการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้ เนื่องจากมีห้องปฏิบัติการเข้าร่วมเปรียบเทียบผลน้อยกว่า 12 แห่ง

5.5 เกณฑ์การประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการ

ประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการโดยใช้เกณฑ์ z' score ทั้งสองรายการ ตามข้อ 9.5 ของ ISO 13528: 2015 ที่แนะนำว่ากรณีไม่ได้ใช้ค่ากำหนดจากค่าพ้องกลุ่ม การใช้ z' score คือนำค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานของค่ากำหนดมารวมประเมินด้วยจะเหมาะสมกว่า z score ประกอบกับจำนวนห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมเปรียบเทียบผลมีจำนวน 5 แห่ง ทำให้การประเมินต้องเลือกสถิติที่เป็นอิสระหรือไม่ขึ้นกับค่าพ้องกลุ่ม (Belli *et al.*, 2007) ดังนั้น การใช้ค่ากำหนดจากห้องปฏิบัติการเดียวที่มีความสอบกลับได้ทางมาตรวิทยาและ SDPA จาก modified Horwitz model จึงมีความเหมาะสม

สำหรับห้องปฏิบัติการที่รายงานค่าความไม่แน่นอนขยายของผลการวัดที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % มาจะประเมินค่า E_n score รวมด้วย ซึ่งมีเพียง 2 แห่ง ที่รายงานค่าความไม่แน่นอนขยายของผลการวัดรายการ formaldehyde และมี 1 แห่ง ที่รายงานค่าความไม่แน่นอนขยายของผลการวัดรายการ available iodine

6. ผลการประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการ

การประเมินความสามารถในการทดสอบ รายการ formaldehyde พบว่ามีห้องปฏิบัติที่ได้ผลประเมินอยู่ในเกณฑ์น่าพอใจ 2 แห่ง ($|z'| \leq 2.0$) คิดเป็นร้อยละ 40 (2/5) ผลที่อยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย ($2.0 < |z'| < 3.0$) 1 แห่ง คิดเป็นร้อยละ 20 (1/5) และได้ผลประเมินอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ 2 แห่ง ($|z'| \geq 3.0$) คิดเป็นร้อยละ 40 (2/5) มีรายละเอียดดังตารางที่ 10 และ 12 และรูปที่ 9

รายการ available iodine พบว่าให้ผลประเมินอยู่ในเกณฑ์น่าพอใจ 4 แห่ง ($|z'| \leq 2.0$) คิดเป็นร้อยละ 80 (4/5) และได้ผลประเมินอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย ($2.0 < |z'| < 3.0$) 1 แห่ง คิดเป็นร้อยละ 20 (1/5) โดยไม่พบผลที่อยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ ($|z'| \geq 3.0$) มีรายละเอียดดังตารางที่ 11 และ 12 และรูปที่ 10

สำหรับการประเมินความสามารถรายการ formaldehyde และ available iodine ด้วย E_n score พบว่าห้องปฏิบัติการรหัส 114 ได้ผลอยู่ในเกณฑ์น่าพอใจ ($|E_n| \leq 1.0$) และ z' score อยู่ในเกณฑ์น่าพอใจ ($|z'| \leq 2.0$) ทั้งสองรายการทดสอบ (ตารางที่ 10 และ 11) แสดงว่าวิธีทดสอบและการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดของห้องปฏิบัติการทำได้เหมาะสม (ISO 13528: 2015 และ Thompson *et al.*, 2006) ส่วนห้องปฏิบัติการรหัส 115 ผลการประเมินได้ E_n score รายการ formaldehyde อยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ ($|E_n| \geq 1.0$) และ z' score อยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย ($2.0 < |z'| < 3.0$) ดังแสดงในตารางที่ 10 บ่งชี้ว่าวิธีทดสอบและการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดยังไม่เหมาะสม ส่วนห้องปฏิบัติการอื่น ๆ ไม่ได้รายงานค่าความไม่แน่นอนของการวัด ทำให้ไม่สามารถประเมินด้วย E_n score ได้ ดังนั้น ควรมีการส่งเสริมให้ห้องปฏิบัติการรายงานค่าความไม่แน่นอนของการวัดมากขึ้น เพื่อให้การประเมินความสามารถครอบคลุมทั้งวิธีทดสอบและการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดด้วย

ทั้งนี้ห้องปฏิบัติการที่ได้ผลประเมินอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจหรือน่าสงสัยต้องวิเคราะห์หาสาเหตุเพื่อปฏิบัติการแก้ไขและหามาตรการป้องกันการเกิดซ้ำต่อไป Eurachem (2021) ได้แบ่งสาเหตุของการได้ผลประเมินอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจหรือน่าสงสัยไว้ ดังนี้

1. clerical error ไม่ได้เกี่ยวข้องกับความสามารถโดยตรง แต่ทำให้ผลประเมินไม่ผ่านเกณฑ์ได้ เช่น รายงานผลผิดค่าหรือใส่จุดทศนิยมไม่ถูกต้อง
2. technical problem เกี่ยวข้องกับความสามารถในการทดสอบโดยตรง เช่น ชั่งตัวอย่างผิด วิธีทดสอบไม่เหมาะสมกับตัวอย่าง บุคลากรไม่เคยผ่านการฝึกอบรมวิธีทดสอบ เป็นต้น
3. สาเหตุจากแผนการเปรียบเทียบผล เช่น ใช้ค่ากำหนดและ SDPA ไม่เหมาะสม เป็นต้น

ตารางที่ 9 ค่าทางสถิติที่ใช้ในการประเมินความสามารถ

ค่าสถิติ	Formaldehyde	Available iodine
ค่ากำหนด (% W/V)	3.598	2.834
standard uncertainty of assigned value (% W/V)	0.082	0.015
SDPA (% W/V)	0.12	0.10
0.3SDPA (% W/V)	0.04	0.03
Performance evaluation criteria	z' score	z' score

7. ข้อคิดเห็นทางเทคนิค

7.1 รายการ formaldehyde

ภายหลังการรายงานผล พบว่ามีห้องปฏิบัติการ 1 แห่ง แจ้งว่าใช้ค่าความบริสุทธิ์สารมาตรฐานที่ไม่ถูกต้องมาคำนวณ จึงทำให้ผลการประเมินอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ (clerical error)

ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่ ไม่ได้นำวัสดุอ้างอิงรับรองหรือวัสดุอ้างอิงมาใช้ในการทดสอบ มีการใช้สารเคมีเกรดอื่น ๆ เช่น reagent grade, synthesis grade และ technical grade เป็นสารมาตรฐานในการทดสอบ ทำให้ผลการวัดไม่สามารถสอบกลับได้ทางมาตรวิทยา มีผลต่อความน่าเชื่อถือของผลทดสอบและไม่สอดคล้องกับข้อ 6.5 ของ ISO/IEC 17025: 2017 โดยเฉพาะอย่างยิ่งห้องปฏิบัติการที่ขอรับการรับรองความสามารถแล้ว

พบพีกแปลกปลอม (ghost peaks) ในโครมาโทแกรมของห้องปฏิบัติการ 2 แห่ง โดยมี 1 แห่ง ที่มี co-elution กับพีกของ formaldehyde ด้วย กรณีนี้ห้องปฏิบัติการควรตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสารเคมีที่นำมาใช้ทดสอบหรือสารอัลติไฮโดรชนิดอื่นที่อาจปนเปื้อนในสารละลายเฟสเคลื่อนที่ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยากับสารสร้างอนุพันธ์ได้ ทำให้รบกวนการทดสอบหรืออาจต้องพัฒนาวิธีทดสอบให้มีการแยกระหว่าง 2 พีกที่ชัดเจนมากขึ้นคือให้มีค่า resolution ตั้งแต่ 1.5 ขึ้นไป เพื่อให้มั่นใจว่าแต่ละพีกที่ถูกชะออกมา ไม่มีสารอื่นเจือปน (USP41-NF36, 2018)

นอกจากนี้ ยังพบว่าการทำกราฟมาตรฐานไม่ครอบคลุมความเข้มข้นของตัวอย่างจำนวน 2 ห้องปฏิบัติการ ทำให้ต้องหาความเข้มข้นตัวอย่างนอกช่วงความเป็นเส้นตรง ซึ่งอาจทำให้ผลการคำนวณไม่น่าเชื่อถือเมื่อเทียบกับการคำนวณในช่วงความเป็นเส้นตรง

7.2 รายการ available iodine

ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่ใช้สารเคมีเกรดอื่น ๆ เช่น reagent grade, synthesis grade และ technical grade เป็นสารมาตรฐานในการทดสอบ ไม่ได้นำวัสดุอ้างอิงรับรองหรือวัสดุอ้างอิงมาใช้ในการทดสอบ เช่นเดียวกับรายการ formaldehyde

ตัวอย่างเปรียบเทียบผลมีลักษณะหนืด การเตรียมตัวอย่างด้วยวิธีปิเปตทำให้ยาก บางห้องปฏิบัติการจึงใช้วิธีชั่งแทน แล้วคำนวณกลับเป็นปริมาตรเพื่อให้รายงานผลในหน่วย % (W/V) ได้

นอกจากนี้ในการทดสอบควรมีการควบคุมคุณภาพอื่น ๆ ประกอบ เช่น การทำ recovery test หรือใช้ตัวอย่างควบคุมคุณภาพทดสอบควบคู่กันไป เป็นต้น

ตารางที่ 10 ผลการประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการ รายการ formaldehyde

รหัสห้องปฏิบัติการ (รหัสตัวอย่าง)	ผลการทดสอบ (% W/V)				ความไม่แน่นอน ขยาย	z' score	E _n score	วิธีทดสอบ	การรับรอง ISO/IEC 17025	สรุปผล การประเมิน
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ค่าเฉลี่ย						
110 (ILC-63-01-21)	1.715	1.718	1.705	1.713	-	-12.97	NA	HPLC-DAD (IH)	ไม่ได้	ไม่น่าพอใจ
111 (ILC-63-01-17)	3.549	3.525	3.569	3.548	-	-0.34	NA	HPLC-UV (IH-NIOSH)	ไม่ได้	น่าพอใจ
112 (ILC-63-01-06)	2.670	2.710	2.700	2.693	-	-6.23	NA	HPLC-UV (IH)	รับรอง	ไม่น่าพอใจ
114 (ILC-63-01-14)	3.560	3.566	-	3.563	0.162	-0.24	-0.15	UHPLC-DAD (IH)	รับรอง	น่าพอใจ
115 (ILC-63-01-19)	3.860	3.940	-	3.900	0.220	2.08	1.10	UPLC-DAD (IH-OSHA)	ไม่ได้	น่าสงสัย
ค่ากำหนด (% W/V)								3.598		
ความไม่แน่นอนมาตรฐาน/ความไม่แน่นอนขยายของค่ากำหนด (% W/V)								0.082/0.164		
SDPA (% W/V)								0.12		

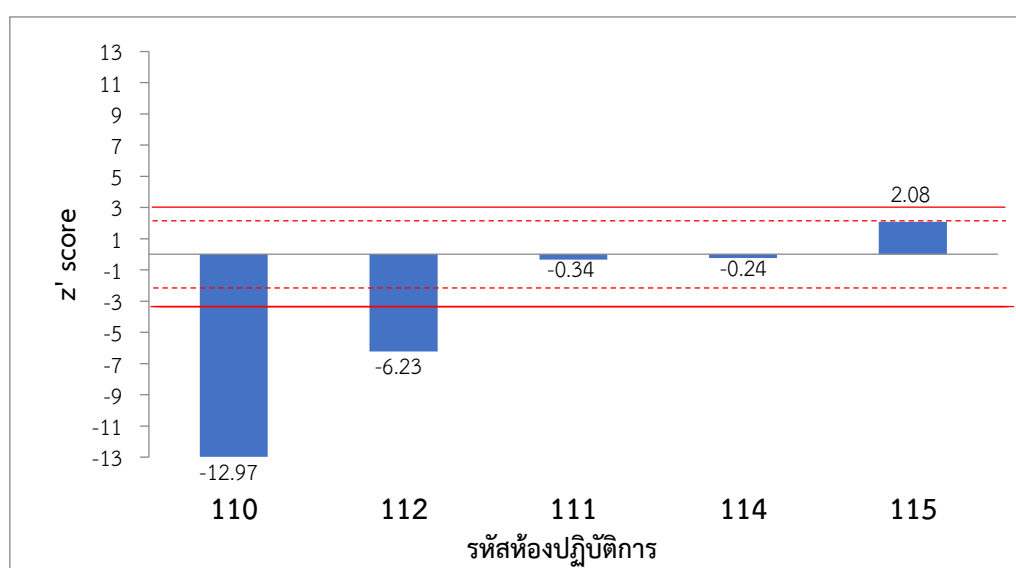
ตารางที่ 11 ผลการประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการ รายการ available iodine

รหัสห้องปฏิบัติการ (รหัสตัวอย่าง)	ผลการทดสอบ (% W/V)				ความไม่แน่นอน ขยาย	z' score	E _n score	วิธีทดสอบ	การรับรอง ISO/IEC 17025	สรุปผล การประเมิน
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ค่าเฉลี่ย						
110 (ILC-63-03-24)	2.827	2.825	2.826	2.826	-	-0.08	NA	Titration (IH-USP)	ไม่ได้	น่าพอใจ
111 (ILC-63-03-03)	3.008	2.897	2.906	2.937	-	0.99	NA	Titration (USP)	ไม่ได้	น่าพอใจ
112 (ILC-63-03-26)	2.770	2.779	2.792	2.780	-	-0.52	NA	Titration (USP)	รับรอง	น่าพอใจ
114 (ILC-63-03-14)	2.845	2.838	2.846	2.843	0.018	0.09	0.27	Titration (IH-USP)	รับรอง	น่าพอใจ
115 (ILC-63-03-08)	3.081	3.088	3.099	3.089	-	2.45	NA	Titration (USP)	ไม่ได้	น่าสงสัย
ค่ากำหนด (% W/V)								2.834		
ความไม่แน่นอนมาตรฐาน/ความไม่แน่นอนขยายของค่ากำหนด (% W/V)								0.015/0.029		
SDPA (% W/V)								0.10		

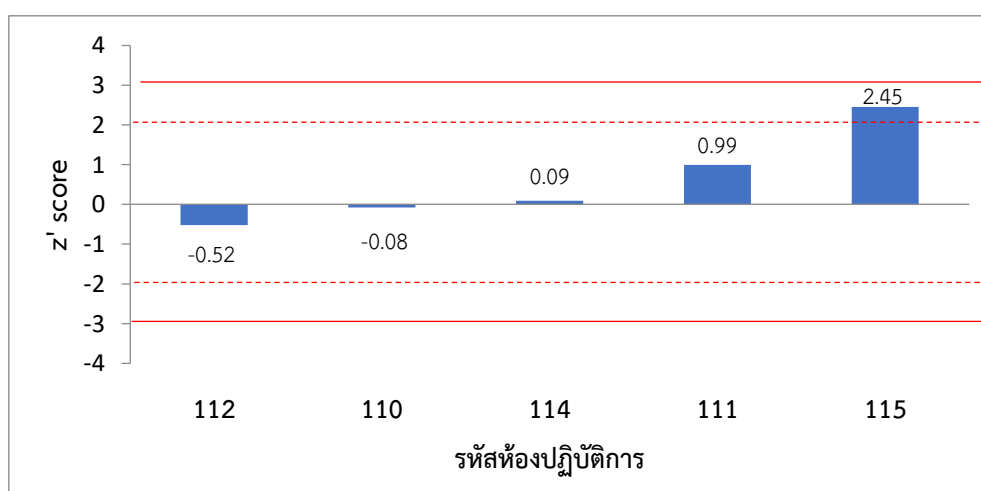
-	ไม่รายงาน	NIOSH	National Institute for Occupational Safety and Health, USA
NA	ไม่สามารถประเมินได้	OSHA	Occupational Safety and Health Administration, USA
IH	In-house method	USP	United States Pharmacopeia

ตารางที่ 12 สรุปผลการประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการ

รายการ	จำนวน ห้องปฏิบัติการ	ผลการประเมิน (ร้อยละ)		
		น่าพอใจ $ z' \leq 2.0$	น่าสงสัย $2.0 < z' < 3.0$	ไม่น่าพอใจ $ z' \geq 3.0$
Formaldehyde	5	2 (40)	1 (20)	2 (40)
- ได้รับการรับรอง	2	1 (20)	0	1 (20)
- ไม่ได้รับการรับรอง	3	1 (20)	1 (20)	1 (20)
Available iodine	5	4 (80)	1 (20)	0
- ได้รับการรับรอง	2	2 (40)	0	0
- ไม่ได้รับการรับรอง	3	2 (40)	1 (20)	0



รูปที่ 9 ผลการประเมินความสามารถ รายการ formaldehyde



รูปที่ 10 ผลการประเมินความสามารถ รายการ available iodine

สรุปผลการศึกษา

การเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการเพื่อประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการทดสอบผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อด้านการปศุสัตว์จำนวน 2 ชนิดคือ formaldehyde และ available iodine โดยใช้สถิติตามแนวทางของ ISO 13528: 2015 จากห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมจำนวน 5 แห่ง ผลการประเมินรายการ formaldehyde พบว่าได้ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ ($|z| \leq 2.0$) จำนวน 2 แห่ง (ร้อยละ 40) ผลทดสอบที่อยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย ($2.0 < |z| < 3.0$) จำนวน 1 แห่ง (ร้อยละ 20) ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ ($|z| \geq 3.0$) จำนวน 2 แห่ง (ร้อยละ 40) ส่วนรายการ available iodine ได้ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ ($|z| \leq 2.0$) จำนวน 4 แห่ง (ร้อยละ 80) ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย ($2.0 < |z| < 3.0$) จำนวน 1 แห่ง (ร้อยละ 20) โดยไม่พบผลทดสอบที่อยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจ ($|z| \geq 3.0$)

การศึกษาค้างนี้แสดงให้เห็นว่าห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมเปรียบเทียบผลมีความสามารถในการทดสอบผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อด้านการปศุสัตว์ ชนิด formaldehyde ในระดับพอใช้และ available iodine ในระดับดี ซึ่งจำเป็นต้องมีการปรับปรุงและยกระดับความสามารถให้ดีขึ้นต่อไป

ทั้งนี้ห้องปฏิบัติการสามารถนำผลการประเมินไปใช้ในการสร้างความมั่นใจในความใช้ได้ของผลทดสอบการเฝ้าระวังความสามารถและพัฒนาศักยภาพห้องปฏิบัติการได้ ส่วนห้องปฏิบัติการที่มีผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ไม่น่าพอใจหรือน่าสงสัยต้องวิเคราะห์หาสาเหตุ แนวทางแก้ไขและป้องกันการเกิดซ้ำด้วย

นอกจากนี้ ยังแสดงให้เห็นการนำวิธีเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการด้วยสถิติตามแนวทางของ ISO 13528 : 2015 ไปใช้ในการประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการได้เป็นอย่างดี ถึงแม้ว่าจะมีห้องปฏิบัติการเข้าร่วมเปรียบเทียบผลจำนวนน้อยราย

ข้อเสนอแนะ

ผลการศึกษาค้างนี้สามารถประยุกต์ใช้เพื่อเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการได้เป็นอย่างดี ถึงแม้ว่าจะมีผู้เข้าร่วมจำนวนน้อยรายกับขอบข่ายการทดสอบอื่น ๆ ได้ ตัวอย่างที่ผ่านการเปรียบเทียบผลมีค่ากำหนดแล้ว ถ้ามีการศึกษาความคงสภาพเพิ่มเติมจะสามารถนำไปใช้เป็นตัวอย่างควบคุมคุณภาพการทดสอบได้

หากมีการดำเนินการเปรียบเทียบผลอย่างต่อเนื่องจะเป็นการกระตุ้นให้ห้องปฏิบัติการตรวจสอบการปฏิบัติงานและพัฒนาศักยภาพห้องปฏิบัติการ ตลอดจนขอรับการรับรอง ISO/IEC 17025 ทำให้ห้องปฏิบัติการทดสอบวัตถุดิบทรายที่มีความสามารถมีมากขึ้น สามารถรองรับการถ่ายโอนภารกิจการตรวจสอบคุณภาพวัตถุดิบทรายในอนาคตได้

สำหรับกรมปศุสัตว์สามารถใช้ผลการศึกษานี้ เพื่อพัฒนาเป็นผู้ให้บริการทดสอบความชำนาญและขอรับการรับรอง ISO/IEC 17043 ต่อไปได้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ นายเลิศชัย จินตพิทักษ์สกุล ผู้อำนวยการสำนักตรวจสอบคุณภาพสินค้าปศุสัตว์ ที่ให้คำแนะนำและสนับสนุนการศึกษาค้างนี้ นายสมชาย วงศ์สมุทร ผู้เชี่ยวชาญด้านตรวจสอบคุณภาพน้ำนมและผลิตภัณฑ์ที่ปรึกษาทางสถิติ นางสุนันท์ กิตติจารุวัฒนา หัวหน้ากลุ่มตรวจสอบคุณภาพยาสัตว์และวัตถุดิบทรายด้านการปศุสัตว์ นายชูศักดิ์ อาจสูงเนิน นายสัตวแพทย์ชำนาญการพิเศษ นางสาวพรรณราย สิงห์เลื่อน นางสาวฉัตรชนก ธัชชัยมงคล นางสาวจุฑาทพร หงส์มาทอง นางสาวอนุสรุา ทองบุญรัตน์ และเจ้าหน้าที่กลุ่มตรวจสอบคุณภาพยาสัตว์และวัตถุดิบทรายด้านการปศุสัตว์ที่ช่วยให้งานชิ้นนี้สำเร็จได้ด้วยดี ตลอดจนขอบคุณห้องปฏิบัติการต่าง ๆ ที่ให้ความอนุเคราะห์เข้าร่วมเปรียบเทียบผลในครั้งนี้ด้วย

เอกสารอ้างอิง

- กองควบคุมอาหารและยาสัตว์. 2563. กฎหมายที่เกี่ยวข้องกับกองควบคุมอาหารและยาสัตว์. [Online]. Available: <http://afvc.dld.go.th/webnew/index.php/th/lawdld-menu/2018-10-31-08-11-45>.
- คณินิจ ก่อธรรมฤทธิ์. 2550. วัตถุอันตรายด้านการปศุสัตว์. สำนักพัฒนาระบบและรับรองมาตรฐานสินค้าปศุสัตว์ กรมปศุสัตว์ มปท. 33-36.
- ศศิ เจริญพจน์. 2560. การพัฒนาระบบควบคุมยาสัตว์ วัตถุอันตราย (ผลิตภัณฑ์ฆ่าเชื้อ) และเชื้อดื้อยาในการเลี้ยงสัตว์. นนทบุรี: ชุมชนสหกรณ์การเกษตรแห่งประเทศไทย. 132-172.
- สมชาย วงศ์สมุทร และ ศิริประภา คำโคตร. 2555. การทดสอบความชำนาญการตรวจวิเคราะห์ปริมาณโปรตีน น้ำตาลแลคโตสและปริมาณของแข็งทั้งหมดในตัวอย่างน้ำนมโคดิบ. เอกสารเผยแพร่ผลงานวิชาการ สำนักตรวจสอบคุณภาพ สินค้าปศุสัตว์. นนทบุรี: ชุมชนสหกรณ์การเกษตรแห่งประเทศไทย. 101-121.
- ASTM. 2012. D 2194-02 (Reapproved 2012) Standard Test Method for Concentration of Formaldehyde Solutions. West Conshohocken PA: ASTM International. 109-110.
- Belli, M., S.L.R. Ellison, A. Fajgelj, I. Kuselman, U. Sansone and W. Wegscheider. 2007. Implementation of proficiency testing schemes for a limited number of participants. Accred. Qual. Assur. 12(8): 391-398.
- Bievre, P.D., R. Dybkaer, A. Fajgelj and D.B. Hibbert. 2011. Metrological traceability of measurement results in chemistry: Concepts and implementation (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 83(10): 1871-1933.
- EA-4/21 NF: 2018. Guidelines for the assessment of small interlaboratory comparisons within the process of laboratory accreditation. European co-operation for Accreditation. [Online]. Available: <https://european-accreditation.org/wp-content/uploads/2018/10/ea-4-21-inf-rev00-march-18.pdf>
- Eurachem/CITAC. 2012. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. 3rd ed. S.L.R. Ellison and A. Williams (ed.). [Online]. Available: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/QUAM2012_P1.pdf.
- Eurachem/CITAC. 2019. Metrological traceability in Analytical measurement. 2nd ed. S.L.R. Ellison and A. Williams (ed.). [Online]. Available: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/ECTRC_2019_EN_P1.pdf.
- Eurachem. 2021. Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes. 3rd ed. B. Brookman and I Mann (ed.). [Online]. Available: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/EPT_2021_P1_EN.pdf.
- ISO 13528: 2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. Geneva: International Organization for Standardization. 90 pp.
- ISO/IEC 17025: 2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Geneva: International Organization for Standardization. 30 pp.
- ISO/IEC 17043: 2010 Conformity assessment - General requirements for proficiency testing. Geneva: International Organization for Standardization. 39 pp.

- Sin, D.W.M. and Yc. Wong. 2015. Use of assigned reference values: revisiting a small-scale inter-laboratory comparison for residual pesticides in tea. *Accred. Qual. Assur.* 20(5): 495-500.
- Su, T. and R. He. 2017. Methods in Determination of Formaldehyde. In: *Formaldehyde and Cognition*. R. He. (ed.). Dordrecht: Springer. 271-295.
- Szewczak, E. and A. Bondarzewski. 2016. Is the assessment of interlaboratory comparison results for a small number of tests and limited number of participants reliable and rational. *Accred Qual Assur.* 21(2): 91-100.
- Thompson, M., S.L.R. Ellison and R. Wood. 2006. The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories (IUPAC technical report) *Pure Appl. Chem.* 78(1): 145-196.
- United States Pharmacopeia and National Formulary (USP41-NF 36). 2018. General Chapter <621> Chromatography. Rockville. MD: The United States Pharmacopeial Convention. 6363-6375.
- United States Pharmacopeia and National Formulary (USP41-NF 36). 2018. Povidone-Iodine Topical solution. Rockville. MD: The United States Pharmacopeial Convention. 3393-3394.