รายงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด
ปีงบประมาณ 2557 (เร่งด่วน ลำดับที่ 2 การทดลอง 2.2)

1. แผนงานวิจัย -

2. โครงการวิจัย การประเมินสถานการณ์การนำเข้าพืช ชนิดศัตรูพืช และสารพิษตกค้างในพืชนำเข้าสำคัญจากประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีนและประเทศในกลุ่มอาเซียน

กิจกรรมที่ 2 : ชนิดของศัตรูพืชและสารพิษตกค้างที่พบบนพืชนำเข้าสำคัญ

การทดลองที่ 2 สารพิษตกค้างในส้มและมะนาวนำเข้าจากประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีนและประเทศในกลุ่มอาเซียน

3. ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย)

สารพิษตกค้างในส้มและมะนาวนำเข้าจากประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีนและประเทศในกลุ่มอาเซียน

ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ)

Pesticide Residues in Imported Oranges and Limes from P.R. China and ASEAN Countries

4. คณะผู้ดำเนินงาน

หัวหน้าโครงการ	นางสาวมานิตา คงชื่นสิน	ผู้เชี่ยวชาญด้านศัตรูพืช
หัวหน้าการทดลอง	นางประภัสสรา พิมพ์พันธุ์	ผู้เชี่ยวชาญด้านวัตถุอันตรายทางการเกษตร
ผู้ร่วมงาน	นายยงยุทธ ไผ่แก้ว	สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
	นางสาววะนิดา สุขประเสริฐ	สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
	นายวีระสิงห์ แสงวรรณ	สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

5. บทคัดย่อ

สำรวจตัวอย่างส้มนำเข้าจากประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีนจากด่านตรวจพืชเชียงของ ด่านตรวจพืชแหลมฉบัง และจากแหล่งรวบรวมผลผลิตส้มนำเข้า ในช่วงเดือนตุลาคม 2556 – มีนาคม 2557 จำนวน 78 ตัวอย่าง และสำรวจตัวอย่างมะนาวนำเข้าจากประเทศกัมพูชา บริเวณด่านตรวจพืชบ้านแหลมและด่านตรวจพืชช่องผักกาด อำเภอโป่งน้ำร้อน จังหวัดจันทบุรี ในช่วงเดือนมิถุนายน 2556 – พฤษภาคม 2557 จำนวน 61 ตัวอย่าง รวมทั้งสิ้น 139 ตัวอย่าง นำมาตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตรจำนวน 117 ชนิด สกัดและวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคทางโครมาโตกราฟฟี

โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ (GC) เครื่องลิควิดโครมาโตกราฟ (HPLC) เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟแมสสเปคโตรกราฟ (GC-MS) และเครื่องลิควิดโครมาโตกราฟแมสสเปคโตรกราฟสมรรถนะสูง (LC-MS/MS) ผลปรากฏว่า ตรวจพบสารพิษตกค้างในส้มจำนวน 23 ตัวอย่าง คิดเป็นร้อยละ 29.5 ของจำนวนตัวอย่างทั้งหมด พบสารพิษตกค้าง 6 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, methidathion, l-cyhalothrin, cypermethrin, bifenthrin และ profenofos ปริมาณอยู่ในช่วง 0.01 – 0.08 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ส่วนตัวอย่างมะนาวนำเข้านั้น ตรวจพบสารพิษตกค้างจำนวน 8 ตัวอย่าง คิดเป็นร้อยละ 13.1 ของจำนวนตัวอย่างทั้งหมด พบสารพิษตกค้างชนิดเดียวคือ chlorpyrifos ปริมาณอยู่ในช่วง 0.01 – 0.07 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ปริมาณสารพิษตกค้างที่พบค่อนข้างต่ำอยู่ในเกณฑ์ปลอดภัยทั้งในส้มและมะนาวนำเข้า เมื่อเปรียบเทียบกับค่า MRL ของไทย Codex, ญี่ปุ่น และสหภาพยุโรป

6. คำนำ

การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผลิตผลการเกษตรถือเป็นเรื่องสำคัญและเร่งด่วน ทั้งในระดับผลผลิตภายในประเทศ ผลผลิตที่จะส่งออกไปจำหน่ายต่างประเทศ และผลผลิตที่นำเข้ามาจำหน่ายภายในประเทศ ตามสนธิสัญญาด้านสุขอนามัยพืชขององค์การการค้าโลก ทั้งนี้ก็เพื่อความปลอดภัยในการบริโภคของประชาชน ประเทศไทยเป็นสมาชิกและอยู่ภายใต้สนธิสัญญาดังกล่าว ประเทศผู้นำเข้าสินค้าเกษตรจากประเทศไทยต้องการใบรับรองปริมาณสารพิษตกค้างในพืชที่จะนำเข้า เพื่อความปลอดภัยของประชากรในประเทศผู้นำเข้านั้นๆ แต่ในส่วนของสินค้าเกษตรที่นำเข้ามายังประเทศไทยนั้นยังมีการตรวจสอบน้อยมาก โดยที่ยังไม่เคยมีการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในผลไม้นำเข้าอย่างจริงจังในประเทศไทยมาก่อน ในปี พ.ศ. 2543-2545 ยงยุทธ และประภัสสรา (2545) ได้ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในส้มนำเข้าที่สุ่มจากด่านตรวจพืชและแหล่งจำหน่ายต่างๆ จำนวน 230 ตัวอย่าง พบสารพาตกค้างร้อยละ 91 ในปีแรก และลดลงเหลือร้อยละ 84 ในปีที่สอง ส่วนใหญ่ของส้มนำเข้ามาจากประเทศออสเตรเลีย (ร้อยละ 90) นอกนั้นมาจากสหรัฐอเมริกาและสาธารณรัฐประชาชนจีน พบสารฆ่าแมลงตกค้างมากถึง 23 ชนิด ชนิดที่พบบ่อย ได้แก่ dimethoate, carbofuran และ malathion สารป้องกันกำจัดเชื้อราที่พบบ่อยคือ carbendazim ตกค้างมากถึงร้อยละ 84 การตรวจวิเคราะห์ในหลายประเทศในรูปแบบ Monitoring Program ในแต่ละปีของต่างประเทศ จะมีการตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างในผลิตผลการเกษตร โดยหน่วยงานและสถานศึกษาต่าง ๆ เช่น FDA (Food and Drugs Administration), Michigan Department of Agriculture, มหาวิทยาลัย Purdue ของสหรัฐอเมริกา หน่วยงาน MAFF ของสหราชอาณาจักร รวมทั้งการตรวจวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างในผักและผลไม้ในประเทศอาเซียน เช่น PPD (The Primary Production Department) ของสิงคโปร์ เป็นต้น โดยทั่วไปในประเทศที่พัฒนาแล้วจะสำรวจสารพิษตกค้างในพืชทั้งที่ผลิตภายในประเทศและพืชนำเข้า ดังตัวอย่างของประเทศเนเธอร์แลนด์มีการสำรวจตัวอย่างเพื่อตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างทุกปีเพื่อเป็นภาพรวมของความปลอดภัยด้านอาหาร ในปี ค.ศ. 2000 ตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างจำนวน 2,600

ตัวอย่าง จากพืช 42 ชนิด ที่ได้จากการสุ่มตัวอย่างพืชทั้งที่ผลิตภายในประเทศและตัวอย่างนำเข้า (ร้อยละ 30) ซึ่งมากกว่าจำนวนที่ตรวจในปี 1999 ที่ตรวจเพียง 1,500 ตัวอย่าง พบว่า มักตรวจพบสารพิษตกค้างในพืชนำเข้ามีค่าสูงกว่าค่า MRL มากถึงร้อยละ 15 ส่วนตัวอย่างพืชที่ผลิตในประเทศพบเกินค่า MRL เพียงร้อยละ 3.4 เท่านั้น อย่างไรก็ตาม สารพิษตกค้างที่ตรวจพบในตัวอย่างพืชที่ผลิตในประเทศร้อยละ 45 ในขณะที่ตัวอย่างพืชจากต่างประเทศจากแหล่งผลิตในประเทศแถบยุโรปพบสารพิษตกค้างร้อยละ 70 ส่วนแหล่งผลิตนอกทวีปยุโรปพบสารพิษตกค้างร้อยละ 56 วิธีการวิเคราะห์หลักที่ใช้คือ GC-MS, GC-ECD, GC-NPD, GC-FPD, HPLC และ HPLC-Post column derivatization วิธีการวิเคราะห์สารพิษตกค้างใช้วิธีการสกัดแบบรวม (multi-residue method) ได้ 325 ชนิด ส่วนที่เหลืออีก 125 ชนิด ใช้วิธีการวิเคราะห์เดี่ยว (single residue method) และในการสำรวจครั้งนี้ได้เริ่มใช้ LC-MS วิเคราะห์สารพิษตกค้างของ imidacloprid และ propamocarb ด้วย พืชที่มีปริมาณสารพิษตกค้างเกินค่า MRL เพิ่มขึ้นจากปีก่อน ได้แก่ มะเขือเทศ กล้วย พืชตระกูลแตง และแอปเปิ้ล ส่วนพืชที่พบเกินค่า MRL เพียงไม่กี่ตัวอย่าง ได้แก่ ข้าวสาลี แตงกวา ลูกพีช และคื่นช่าย สำหรับร้อยละของตัวอย่างพืชที่พบสารพิษตกค้างเกินค่า MRL สูงสุด ได้แก่ สับปะรด พืชตระกูลแตง และองุ่น ส่วนชนิดของสารพิษตกค้างที่พบเกินค่า MRL ได้แก่ triadimefon, triadimenol, thiabendazole, pyrimethanil, oxadixyl และ profenofos พบร้อยละ 52.9, 52.9, 28.8, 10.2, 8.0 และ 7.1 ตามลำดับ (Van der Schee, 2001)

การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในสินค้าเกษตรนำเข้า จำเป็นต้องมีการวิจัยค้นคว้าหาวิธีการที่เหมาะสมเนื่องจากเป็นพืชที่แตกต่างไปจากพืชในประเทศ และอาจมีการใช้สารเคมีที่มีความแตกต่างกันอีกด้วย (Meloan, 1996) ทั้งนี้การวิเคราะห์หาสารพิษตกค้างจะยึดหลักตามประกาศค่ามาตรฐานสารพิษตกค้างในอาหาร ที่กำหนดโดย Codex Alimentarius Commission (Joint FAO/WHO Food Standards Programme, 2014) ตัวอย่างเช่น การตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในส้มและมะนาวนำเข้าต้องตรวจวิเคราะห์สารที่มีการกำหนดค่า MRL ในส้ม ได้แก่ fenamiphos, methidathion, deltamethrin, chlorpyrifos-methyl, parathion, pirimicarb, prochloraz และ profenofos โดยการวิเคราะห์ดังกล่าวมีการพัฒนาวิธีการ Multi-residues (Andersson and Ohlin, 1981 ; Andersson and Palsheden,1987 ; Ambrus and et.al., 1999 ; McMahon and Wagner, 1996 และ Wong, 1999) ตามความเหมาะสมอีกด้วย เพื่อสะดวกในการวิเคราะห์ดังกล่าว

มีผู้รายงานไว้ว่า มีการตรวจพบสารพิษตกค้างหลายชนิดในส้มที่มีการนำเข้าสหราชอาณาจักรและสหรัฐอเมริกา ได้แก่ 2,4-D, imazalil, thiabendazole, methidathion, dicofol, chlorpyrifos และ dimethoate เป็นต้น (The Working Party on Pesticide Residue, 1999 และ U.S. Food and Drugs Administration, 2000) Leoni *et al* (1995) ได้ทำการประเมินความเสี่ยงของประชาชนในกรุงโรม ประเทศอิตาลี ว่าจะได้รับสารพิษตกค้างจากอาหารที่บริโภคทุกวันมากน้อยเพียงใด โดยตรวจสารพิษกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตในพืชหลายชนิด พบสารตกค้างใน องุ่น ส้ม แอปเปิล และสาลี่ มากถึงร้อยละ 67, 71, 78 และ 100 ของจำนวนตัวอย่างทั้งหมด และพบ 5 ชนิด ได้แก่ dimethoate, omethoate,

parathion, phosalone และ pirimiphos-methyl ส่วนในรายงานของประเทศแคนาดา (Ripley *et al*, 2000) ตรวจพบสารพิษตกค้างในส้มทุกตัวอย่าง (100%) รวม 27 ตัวอย่าง สารพิษที่ตรวจพบมีมากชนิดถึง 21 ชนิด เช่น captan, phosmet, azinphos-methyl, cypermethrin, iprodione, dichloran, pirimicarb, endosulfan, parathion, carbaryl และ permethrin เป็นต้น Valenzuela *et al* (2001) ได้วิเคราะห์สารพิษตกค้าง 5 ชนิดในพืชตระกูลส้ม ได้แก่ diflubenzuron, hexaflumuron, flufenoxuron, hexythiazox และ benfuracarb ด้วยเทคนิควิธีการแบบ solid phase dispersion และวิเคราะห์ด้วยเครื่องลิควิดโครมาโตกราฟ เพื่อการประเมินความเสี่ยงในการบริโภค พบสารพิษตกค้างต่ำกว่าค่า detection limits (0.002-0.05 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม) มีเพียง 25.4% ที่ตรวจวัดได้สูงกว่าค่าต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ แต่มีเพียง 4 ตัวอย่างเท่านั้นที่เกินค่า MRL จากทั้งหมด 150 ตัวอย่าง เมื่อประเมินความเสี่ยงในการบริโภคแล้วพบว่ายังอยู่ในเกณฑ์ที่ปลอดภัย

Ortelli *et al* (2005) ได้สำรวจสารพิษตกค้างทั้งสารป้องกันกำจัดโรคพืช สารกำจัดแมลง และสารกำจัดไร ที่ใช้ในพืชตระกูล Citrus fruits จำนวน 240 ตัวอย่าง มีทั้งส้มและมะนาว พบสารพิษตกค้างมากถึง 38 ชนิด สารพิษตกค้างที่ตรวจพบบ่อยที่สุดคือ imazalil พบสูงถึงร้อยละ 70 ของตัวอย่างที่ตรวจพบสารพิษตกค้าง รองลงไปคือ thiabendazole พบร้อยละ 36 ทั้งสองชนิดนี้เป็นสารที่ใช้หลังการเก็บเกี่ยวเพื่อป้องกันเชื้อรา ทั้งยังพบสารพิษตกค้าง penconazole และ chlorpyrifos เกินค่า MRL ตามมาตรฐานของประเทศสวิสเซอร์แลนด์ นอกจากนี้ยังได้ตรวจส้มอินทรีย์อีก 23 ตัวอย่าง พบสารพิษตกค้าง 3 ตัวอย่าง แต่พบในปริมาณต่ำ ในประเทศสเปน ที่เป็นแหล่งปลูกส้มที่สำคัญ ก็ได้มีการสุ่มตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง 4 ชนิด ได้แก่ imidacloprid, carbendazim, methiocarb และ hexythiazox ในส้มและผลไม้อื่นๆ พบสารพิษตกค้างทั้ง 4 ชนิดนี้ในปริมาณ 0.02–0.75 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ในส้มชนิด orange 54 ตัวอย่าง จากทั้งหมดที่ตรวจ 56 ตัวอย่าง และในส้มชนิด tangerine 119 ตัวอย่าง จากทั้งหมดที่ตรวจ 134 ตัวอย่าง ซึ่งคิดเป็นร้อยละของการตรวจพบที่สูง และพบสารพิษตกค้าง methiocarb และ hexythiazox เกินค่า MRL 19 ตัวอย่าง (Blasco *et al*, 2005) และ Blasco *et al* (2006) ได้ประเมินการตกค้างของสารกำจัดศัตรูพืช 10 ชนิดในสวนส้มที่ผลิตในเมืองวาเลนเซีย ของประเทศสเปน (Blasco and et al., 2006) โดยการสุ่มตัวอย่างส้ม orange และ tangerine จำนวน 116 ตัวอย่าง จากแปลงปลูกส้มที่ใช้สารเคมีชนิด bitertanol, carbendazim, hexythiazox, imazalil, imidacloprid, methidathion, methiocarb, pyriproxyfen, thiabendazole และ trichlorfon โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่องลิควิดโครมาโตกราฟ-แมสเปคโตรมิเตอร์ (LC-MS) พบสารพิษตกค้าง 52 ตัวอย่าง (45%) พบมากที่สุดคือ carbendazim 27 ตัวอย่าง ในช่วงความเข้มข้น 0.02-0.04 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม hexythiazox 22 ตัวอย่าง ในช่วงความเข้มข้น 0.02-0.05 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม methidathion 17 ตัวอย่าง ในช่วงความเข้มข้น 0.06-1.30 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม imazalil 8 ตัวอย่าง ในช่วงความเข้มข้น 0.02-1.20 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม imidacloprid 5 ตัวอย่าง ในช่วงความเข้มข้น 0.02-0.07 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และ methiocarb 1 ตัวอย่าง ความเข้มข้น 0.02 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ส่วน bitertanol, pyriproxyfen, thiabendazole และ trichlorfon ตรวจไม่พบสารพิษตกค้าง นอกจากนี้ยังพบส้ม

จำนวน 19 ตัวอย่าง ที่พบสารพิษตกค้าง 2-3 ชนิด แต่ไม่พบตัวอย่างที่เกินค่า EU-MRL สำหรับประเทศไทยมีการสุ่มตรวจสารพิษตกค้างโดยสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา ตรวจประเมินสารพิษตกค้างในส้มนำเข้าจากสาธารณรัฐประชาชนจีน โดยใช้ GT-Test Kit ตามด่านตรวจพืชทั่วประเทศในรอบปี 2551-2555 พบว่าส้ม สตรอเบอร์รี่ และทับทิม เป็นพืชที่มีความเสี่ยงสูงด้านความปลอดภัยอาหาร (อมรินทร์, 2555) สำหรับมะนาวนำเข้าจากประเทศเพื่อนบ้านนั้นไม่เคยมีรายงานไว้ในเรื่องการตรวจสารพิษตกค้าง จะเห็นได้ว่า มีความสมควรอย่างยิ่งที่จะต้องตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในส้มและมะนาวนำเข้า เพื่อเป็นข้อมูลในการจัดการสารพิษในสินค้าเกษตรนำเข้ารองรับการเปิดการค้าเสรีอาเซียนเพื่อคุณภาพชีวิตของคนไทย

7. วิธีดำเนินการ

7.1 สารเคมีและอุปกรณ์ :

7.1.1 วัตถุอันตรายทางการเกษตรรวม 117 ชนิด ได้แก่ กลุ่มออร์กาโนคลอรีน 3 ชนิด กลุ่มไพรีทรอยด์ 7 ชนิด กลุ่มคาร์บาเมต 8 ชนิด กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต 25 ชนิด และข้อมูลชนิดและปริมาณสารพิษตกค้างที่ได้ทดสอบแล้วและเก็บไว้ใน Library ของ GC-MS และ LC-MS/MS อีก 76 ชนิด ได้แก่

7.1.1.1 กลุ่มออร์กาโนคลอรีน 3 ชนิด ได้แก่ a-endosulfan, b-endosulfan และ endosulfan sulphate

7.1.1.2 กลุ่มไพรีทรอยด์ 8 ชนิด ได้แก่ bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenpropathrin, fenvalerate, l-cyhalothrin และ permethrin

7.1.1.3 กลุ่มคาร์บาเมต 13 ชนิด ได้แก่ benfuracarb, carbaryl, 3-OH-carbofuran, carbofuran, carbosulfan, fenobucarb, formetanate, isoprocarb, methiocarb, methomyl, pirimicarb, promecarb และ propoxur

7.1.1.4 กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต 34 ชนิด ได้แก่ acephate, azinphos, DDVP, chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, diazinon, dicrotophos, dimethoate, EPN, ethion, ethoprophos, fenitrothion, fenthion, heptenophos, isazofos, malathion, methamidophos, methidathion, mevinphos, monocrotophos, omethoate, parathion, parathion-methyl, phenthoate, phosphamidon, pirimiphos, pirimiphos-methyl, phosalone, phosmet, phoxim, profenofos, prothiophos, quinalphos และ triazophos

7.1.1.5 สารป้องกันกำจัดโรคพืช สารกำจัดวัชพืช และสารอื่นๆ อีก 59 ชนิด ได้แก่ azoxystrobin, benalaxyl, bupirimate, carbendazim, carboxin, cymoxanil, cyproconazole (1), cyproconazole (2), dichlofluanid, difenoconazole (1), difenoconazole (2), dimethomorph (1), dimethomorph (2), epoxiconazole, fenarimol, fenazaquin, flusilazole, kresoxim-methyl, metalaxyl, oxadixyl, pencycuron, propiconazole (1), propiconazole (2), propiconazole (E,Z), prochloraz, pyrazophos, spiromesifen, tebuconazole, thiabendazole, triadimenol, tricyclazole, trifloxystrobin, tolclofos-methyl, tolylfluanid, acetochlor, alachlor, ametryn, bensulfuron-methyl, bromacil, chlorpropham, diuron, haloxyfop-methyl, metribuzin, metolcarb, pendimethalin, propanil, quizalofop, acetamiprid, chlorfluazuron, flufenoxuron, hexythiazox, isoxaflutole, iprovalicarb (1), iprovalicarb (2), mecarbam, paclobutrazol, pyridaben, tebufenocide และ thiacloprid

7.1.2 สารเคมี ได้แก่ acetone, dichloromethane, n-hexane, ethyl acetate (ชนิด PR grade) methanol, acetonitrile และ water (ชนิด HPLC grade) sodium hydrogen carbonate, sodium chloride, sodium sulphate (ชนิด anhydrous granular ขนาดเม็ด 12-60 mesh), PSA และ Envi-Carb

7.1.3 เครื่องเตรียมตัวอย่าง ชนิด Lab micronizer

7.1.4 เครื่องปั่นสกัดสารพิษความเร็วสูง (Homogenizer)

7.1.5 อุปกรณ์กรอง Buchner funnel พร้อม suction flask และ vacuum pump

7.1.6 เครื่องลดปริมาตร Rotary vacuum evaporator

7.1.7 เครื่องชั่ง 2 และ 5 ตำแหน่ง

7.1.8 เครื่องแก้วชนิดต่างๆ และวัสดุวิทยาศาสตร์ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

7.1.9 เครื่องตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ชนิด Gas Chromatograph (GC) ที่มีหัววัดแบบ Electron Captured Detector (ECD), Flame Photometric Detector (FPD) และ Nitrogen Phosphorous Detector (NPD)

7.1.10 เครื่องตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้าง ชนิด Gas Chromatograph – Mass Selective Detector (GC-MSD)

7.1.11 เครื่องตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างชนิด High Performance Liquid Chromatograph (HPLC)

7.1.12 เครื่องตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างชนิด LC-MS/MS ชนิด Triple Quadrupole

7.2 วิธีการ : เก็บรวบรวมตัวอย่างส้มและมะนาวนำเข้าโดยความร่วมมือสุ่มเก็บตัวอย่างจากด่านตรวจพืช 4 แห่ง ได้แก่ ด่านตรวจพืชแหลมฉบัง จังหวัดชลบุรี ด่านตรวจพืชเชียงของ จังหวัดเชียงราย ด่านตรวจพืชบ้านแหลม ด่านตรวจพืชช่องผักกาด จังหวัดจันทบุรี สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร และจุดรวบรวมผลผลิต ตามวิธีใน Codex Guidelines ที่กำหนดโดย Codex Alimentarius Commission สุ่มเก็บตัวอย่างส้มและมะนาวอย่างน้อย 2 กิโลกรัมต่อล็อต บันทึกรายละเอียดต่างๆ เช่น ชนิดพืช บริษัทผู้นำเข้า ประเทศต้นทาง น้ำหนักบรรทุก วันที่เรือเข้า และวันที่สุ่มตัวอย่าง เป็นต้น นำตัวอย่างส่งห้องปฏิบัติการวิจัยสารพิษตกค้าง กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร กรุงเทพฯ

เตรียมตัวอย่างส้มและมะนาวนำเข้า โดยหั่นตัวอย่างทั้งเปลือกตาม Codex Guidelines ให้เป็นชิ้นเล็กๆ แล้วนำไปหั่นย่อยด้วยเครื่องหั่นตัวอย่างชนิด Lab micronizer คนให้ทั่ว แล้วสุ่มชั่งตัวอย่างสำหรับทำการวิเคราะห์หาปริมาณสารพิษตกค้างต่อไป โดยวิธีการสกัดตัวอย่างจากวิธีการที่ได้รับการรับรองตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2005 และวิธีการเฉพาะอื่นๆ สำหรับสารพิษตกค้างบางชนิด เพื่อหาปริมาณสารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต กลุ่มออร์กาโนคลอรีน กลุ่มคาร์บาเมต กลุ่มไพรีทรอยด์ และสารพิษตกค้างอื่นๆ วิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต ด้วยเครื่อง GC ที่มีหัววัดแบบ FPD โดยการฉีดสารละลายมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตและสารละลายตัวอย่างเข้าเครื่องGC เปรียบเทียบระยะเวลาการเคลื่อนที่ของสาร (retention time, Rt) และพื้นที่ใต้พีค (peak area) ของสารละลายตัวอย่างกับสารละลายมาตรฐานกลุ่มออร์กาโนฟอสเฟตที่เตรียมไว้ จะได้ผลทั้งด้านคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ วิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มคาร์บาเมต โดยใช้เครื่อง GC-NPD วิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่มออร์กาโนคลอรีนและกลุ่มไพรีทรอยด์ ด้วย GC ที่มีหัววัดแบบ ECD วิเคราะห์สารพิษตกค้างบางชนิด เช่น คาร์เบนดาซิม ด้วยเทคนิค HPLC และวิเคราะห์สารพิษตกค้างบางชนิด เช่น buprofezin ด้วย GC-MSD และ LC-MS/MS มีการหาประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ เพื่อให้ผลการทดลองมีความถูกต้อง แม่นยำ อันจะทำให้ผลการทดลองน่าเชื่อถือ และมีการยืนยันผลการวิเคราะห์ด้วย GC-MSD และ LC-MS/MS

คำนวณปริมาณสารพิษตกค้าง โดยวัดค่า retention time ของพีคที่ปรากฏของตัวอย่างเปรียบเทียบกับตำแหน่งของโครมาโตแกรมและ Calibration curve ของสารมาตรฐาน คำนวณความเข้มข้นของสารพิษตกค้างในสารละลายตัวอย่าง โดยโปรแกรมสำเร็จรูปจากสมการ Linear Regression และต้องมีค่า Correlation ไม่น้อยกว่า 0.9 หาความเข้มข้นของสารในตัวอย่างตามสูตร ดังต่อไปนี้

$$C_{sample} = C_{calib.} \times V_{sample} \times F / W_{sample}$$

โดยที่ C_{sample} = ความเข้มข้นของสารพิษในสารละลายตัวอย่าง (มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม)

$C_{calib.}$ = ความเข้มข้นของสารพิษในสารละลายตัวอย่าง ที่ได้จากการเทียบ Calibration curve ใน GC/LC Report (มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม) ดังนี้

$$C_{calib.} = \frac{\text{Area of sample x Conc. of Standard}}{\text{Area of Standard}}$$

V_{sample} = ปริมาตรที่ปรับครั้งสุดท้ายของสารละลายตัวอย่างก่อนการฉีด (มิลลิลิตร)

W_{sample} = น้ำหนักตัวอย่างที่นำมาสกัด (กรัม)

F = Correction Factor = 90ml/50ml

จากการตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารพิษตกค้างในตัวอย่างส้มและมะนาวนำเข้า นำข้อมูลที่ได้มาทำการแจกแจงทางสถิติโดยการหาค่าเฉลี่ยและช่วงความเข้มข้นที่ตรวจพบ แจกแจงข้อมูลสารพิษตกค้างในส้มและมะนาวนำเข้าที่สุ่มเก็บมาจากด่านตรวจพืชต่างๆ วิเคราะห์สถิติเกี่ยวกับความเสี่ยงจากสารพิษตกค้างในส้มและมะนาวนำเข้าโดยบริษัทผู้นำเข้าต่างๆ ที่ถูกสุ่มตัวอย่าง ความเสี่ยงของผู้บริโภคส้มและมะนาวนำเข้า โดยทำการเปรียบเทียบปริมาณสารพิษตกค้างในตัวอย่างส้มและมะนาวนำเข้ากับค่ามาตรฐานสารพิษตกค้างในพืชผลเกษตรที่กำหนดโดย Codex (Joint FAO/WHO Food Standards Programme, 2014) และค่ามาตรฐานสารพิษตกค้างของประเทศไทย (มกอช., 2557)

เวลาที่ทำการทดลอง มิถุนายน 2556 ถึง กันยายน 2557

สถานที่ทำการทดลอง

1. ด่านตรวจพืชแหลมฉบัง จังหวัดชลบุรี ด่านตรวจพืชเชียงของ จังหวัดเชียงราย ด่านตรวจพืชบ้านแหลม ด่านตรวจพืชช่องผักกาด จังหวัดจันทบุรี และจุดรวบรวมผลผลิต
2. ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยสารพิษตกค้าง กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

8.1 สารพิษตกค้างในส้มนำเข้า : สุ่มตัวอย่างส้มนำเข้าตามวิธีใน Codex Guidelines จากด่านตรวจพืชแหลมฉบัง จังหวัดชลบุรี ด่านตรวจพืชเชียงของ จังหวัดเชียงราย และจุดรวบรวมผลผลิต ตั้งแต่เดือนตุลาคม 2556 – มีนาคม 2557 รวม 78 ตัวอย่าง วิเคราะห์สารพิษตกค้าง 117 ชนิด (ดังแสดงในตารางที่ 1) ณ ห้องปฏิบัติการวิจัยสารพิษตกค้าง กรุงเทพฯ ผลปรากฏว่า ตรวจพบสารพิษตกค้างในส้มนำเข้า 23 ตัวอย่าง หรือร้อยละ 29.5 พบสารพิษตกค้าง 6 ชนิด ได้แก่ chlorpyrifos, methidathion, cypermethrin, l-cyhalothrin, bifenthrin และ profenofos ในปริมาณต่ำอยู่ในช่วง 0.01–0.08 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม (ดังแสดงในตารางที่ 2) แตกต่างจากการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างในส้มนำเข้าที่มาจากประเทศออสเตรเลียเมื่อปี 2541-2543 (ยงยุทธ และประภัสสรา, 2545) เมื่อเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานสารพิษตกค้าง (MRL) ของไทย ที่ได้กำหนดไว้มีไม่เพียงพอ ค่า MRL ของไทยกำหนดไว้ในส้มมี

จำนวน 13 ค่า ได้แก่ carbaryl, carbosulfan, carbofuran, dichlorvos, dithiocarbamates, dimethoate, paraquat, phosalone, methidathion, methomyl malathion, metalaxyl, และ abamectin แต่เปรียบเทียบกับสารพิษตกค้างที่ตรวจพบได้เพียง 2 ค่า ได้แก่ methidathion และ profenofos ซึ่งกำหนดไว้ที่ระดับ 0.5 และ 0.05 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม (มกอช., 2557) จึงได้เปรียบเทียบกับค่า Codex MRL (JMPR, 2014) ค่า Japan-MRL ของประเทศญี่ปุ่น (2514) และค่า EU-MRL ของสหภาพยุโรป (GD SANGO, 2014) พบว่าอยู่ในเกณฑ์ที่ปลอดภัย ซึ่งได้แสดงค่ามาตรฐานจากแหล่งต่างๆ ไว้ในตารางที่ 3 และไม่มีความเสี่ยงในการบริโภคตามที่ อมรินทร์ (2555) ได้รายงานไว้

ตารางที่ 1 ชนิดของสารพิษตกค้างที่ทำการวิเคราะห์ 117 ชนิด

กลุ่มสารที่วิเคราะห์	ชนิดสารที่ตรวจวิเคราะห์
กลุ่มออร์กาโนคลอรีน (3 ชนิด)	a-endosulfan, b-endosulfan และ endosulfan sulphate
กลุ่มไพรีทรอยด์ (8 ชนิด)	bifenthrin, cyfluthrin, cypermethrin, deltamethrin, fenpropathrin, fenvalerate, l-cyhalothrin และ permethrin
กลุ่มคาร์บาเมต (13 ชนิด)	benfuracarb, carbaryl, 3-OH-carbofuran, carbofuran, carbosulfan, fenobucarb, formetanate, isoprocarb, methiocarb, methomyl, pirimicarb, promecarb และ propoxur
กลุ่มออร์กาโนฟอสเฟต (34 ชนิด)	acephate, azinphos, DDVP, chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, diazinon, dicrotophos, dimethoate, EPN, ethion, ethoprophos, fenitrothion, fenthion, heptenophos, isazofos, malathion, methamidophos, methidathion, mevinphos, monocrotophos, omethoate, parathion, parathion-methyl, phenthoate, phosphamidon, pirimiphos, pirimiphos-methyl, phosalone, phosmet, phoxim, profenofos, prothiophos, quinalphos และ triazophos
สารป้องกันกำจัดโรคพืช (34 ชนิด)	azoxystrobin, benalaxyl, bupirimate, carbendazim, carboxin, cymoxanil, cyproconazole (1), cyproconazole (2), dichlofluanid, difenoconazole (1), difenoconazole (2), dimethomorph (1), dimethomorph (2), epoxiconazole, fenarimol, fenazaquin, flusilazole, kresoxim-methyl, metalaxyl, oxadixyl, pencycuron, propiconazole (1), propiconazole (2), propiconazole (E,Z), prochloraz, pyrazophos, spiromesifen, tebuconazole, thiabendazole, triadimenol, tricyclazole, trifloxystrobin, tolclofos-methyl

	และ tolylfluanid
สารกำจัดวัชพืช (13 ชนิด)	acetochlor, alachlor, ametryn, bensulfuron-methyl, bromacil, chlorpropham, diuron, haloxyfop-methyl, metribuzin, metolcarb, pendimethalin, propanil และ quizalofop
สารอื่นๆ (12 ชนิด)	acetamiprid, chlorfluazuron, flufenoxuron, hexythiazox, isoxaflutole, iprovalicarb (1), iprovalicarb (2), mecarbam, paclobutrazol, pyridaben, tebufenozide และ thiacloprid

ตารางที่ 2 สารพิษตกค้างที่ตรวจพบในส้มนำเข้าทั้งหมด 78 ตัวอย่าง ในเดือนตุลาคม 2556 – มีนาคม 2557

สารพิษที่พบ	จำนวนตัวอย่าง (ตัวอย่าง)	ร้อยละ (%)	ปริมาณที่พบ (mg/kg) ต่ำสุด	สูงสุด
chlorpyrifos	16	20.5	0.01	0.03
methidathion	11	14.1	0.01	0.03
l-cyhalothrin	8	10.3	0.01	0.08
cypermethrin	7	9.0	0.03	0.07
bifenthrin	4	5.1	0.01	0.06
profenofos	3	3.8	0.01	0.01

ตารางที่ 3 ค่ามาตรฐานสารพิษตกค้างจากแหล่งต่างๆ ที่กำหนดไว้ในส้มและมะนาว

ชนิดสารพิษ	Thai MRL	Codex MRL	Japan MRL	EU MRL
chlorpyrifos	-	1	1	0.3
methidathion	0.5	2	5	0.02
l-cyhalothrin	-	0.2	1	0.2
cypermethrin	-	0.3	2	2
bifenthrin	-	0.05	2	0.1
profenofos	0.05	-	0.05	0.01

ที่มา : มกอช. (2557), JMPR (2014), Japan MRL (2014) และ EU-MRL (2014)

8.2 สารพิษตกค้างในมะนาวนำเข้า : สุ่มตัวอย่างมะนาวนำเข้าตามวิธีใน Codex Guidelines โดยความร่วมมือสุ่มเก็บตัวอย่างของเจ้าหน้าที่จากด่านตรวจพืชช่องผักกาด จังหวัดจันทบุรี สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร และจุดรวบรวมผลผลิต ตั้งแต่เดือนมิถุนายน 2556 – พฤษภาคม 2557รวม 61 ตัวอย่าง นำตัวอย่างมาสกัดและวิเคราะห์สารพิษตกค้างเช่นเดียวกับส้มนำเข้า ผลปรากฏว่า พบสารพิษตกค้างจำนวน 8 ตัวอย่าง คิดเป็นร้อยละ 13.1 ของจำนวนตัวอย่างทั้งหมด สารพิษตกค้างที่ตรวจพบมีเพียงชนิดเดียวคือ chlorpyrifos ปริมาณอยู่ในช่วง 0.01 – 0.07 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม พบสารพิษตกค้างในปริมาณค่อนข้างต่ำ แต่เมื่อเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานสารพิษตกค้างของไทย ไม่มีการกำหนดสาร chlorpyrifos ส่วนที่กำหนดนั้นมี 5 ชนิด ได้แก่ dithiocarbamate, profenofos, methomyl, abamectin และ ethion ส่วน Codex MRL ก็ไม่ได้กำหนดไว้ จึงได้เปรียบเทียบกับค่า MRL ของประเทศญี่ปุ่นและของสหภาพยุโรป ซึ่งกำหนดไว้ที่ระดับ 1 และ 0.3 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ พบว่ามะนาวนำเข้าทุกตัวอย่างอยู่ในเกณฑ์ที่ปลอดภัย มะนาวนำเข้าทั้งหมดขนส่งมาจากประเทศกัมพูชา จากการสอบถามพบว่ามีแหล่งผลิตส่วนใหญ่อยู่ในพื้นที่ภาคตะวันออกของกัมพูชาติดประเทศเวียดนาม มีการใช้วัตถุอันตรายทางการเกษตรน้อยมาก จึงมักตรวจไม่พบสารพิษตกค้าง

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

ในปี พ.ศ. 2556 ได้สำรวจตัวอย่างส้มนำเข้าจากประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีนจากด่านตรวจพืชเชียงของ ด่านตรวจพืชแหลมฉบัง และจากแหล่งรวบรวมผลผลิตส้มนำเข้า ในช่วงเดือนตุลาคม 2556 – มีนาคม 2557 จำนวน 78 ตัวอย่าง และสำรวจตัวอย่างมะนาวนำเข้าจากประเทศกัมพูชา บริเวณด่านตรวจพืชบ้านแหลมและด่านตรวจพืชช่องผักกาด อำเภอโป่งน้ำร้อน จังหวัดจันทบุรี ในช่วงเดือนมิถุนายน 2556 – พฤษภาคม 2557 จำนวน 61 ตัวอย่าง รวมทั้งสิ้น 139 ตัวอย่าง นำมาตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างทางการเกษตรจำนวน 117 ชนิด สกัดและวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคทางโครมาโตกราฟฟี โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ (GC) เครื่องลิควิดโครมาโตกราฟ (HPLC) เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟแมสสเปคโตรกราฟ (GC-MS) และเครื่องลิควิดโครมาโตกราฟแมสสเปคโตรกราฟสมรรถนะสูง (LC-MS/MS) ผลปรากฏว่า ตรวจพบสารพิษตกค้างในส้มร้อยละ 29.5 ของจำนวนตัวอย่างทั้งหมด สารพิษตกค้างที่ตรวจพบได้แก่ chlorpyrifos, methidathion, l-cyhalothrin, cypermethrin, bifenthrin และ profenofos ปริมาณอยู่ในช่วง 0.01 – 0.08 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ส่วนตัวอย่างมะนาวนำเข้านั้นตรวจพบสารพิษตกค้างร้อยละ 13.1 ของจำนวนตัวอย่างทั้งหมด สารพิษตกค้างที่ตรวจพบมีเพียงชนิดเดียวคือ chlorpyrifos ปริมาณอยู่ในช่วง 0.01 – 0.07 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม พบสารพิษตกค้างในปริมาณค่อนข้างต่ำทั้งในส้มและมะนาวนำเข้าอยู่ในเกณฑ์ปลอดภัย

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. ข้อมูลที่ได้จากการศึกษา นำไปพิจารณาประกอบการอนุญาตนำเข้าและวางแผนการสุ่มตรวจสารพิษตกค้างเมื่อมีการเปิดการค้าเสรีกับประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีนและกลุ่มประเทศสมาชิกอาเซียน

2. ได้ข้อมูลสำรวจเบื้องต้นเพื่อการเฝ้าระวังสารพิษตกค้างในส้มและมะนาวนำเข้า เพื่อความปลอดภัยของผู้บริโภคในประเทศ

3. ได้ข้อมูลเพื่อการเจรจาทางการค้าระหว่างประเทศคู่ค้า ในการนำเข้าสินค้าเกษตร และเป็นมาตรการสุขอนามัยพืชสำหรับประเทศคู่ค้า

11. คำขอบคุณ

งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงได้อย่างดีเนื่องจากได้รับความร่วมมือจากเจ้าหน้าที่ด่านตรวจพืชแหลมฉบัง จังหวัดชลบุรี ด่านตรวจพืชเชียงของ จังหวัดเชียงราย ด่านตรวจพืชลาดกระบัง กรุงเทพฯ และด่านตรวจพืชถาวรช่องผักกาด จังหวัดจันทบุรี สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร และนักวิจัยของสำนักวิจัยพัฒนาการอารักขาพืช ประสานงานโดย ดร. มานิตา คงชื่นสิน หัวหน้าโครงการวิจัยและเจ้าหน้าสำนักวิจัยพัฒนาการอารักขาพืช ที่ได้ดำเนินการสุ่มตัวอย่างส้มนำเข้า และจัดส่งตัวอย่างให้กับห้องปฏิบัติการสารพิษตกค้าง กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร จึงขอขอบคุณมา ณ โอกาสนี้

12. เอกสารอ้างอิง

มกอช. 2557. **สารพิษตกค้าง : ปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด.** มาตรฐานสินค้าเกษตร มกษ. 9002-2556 สำนักงานมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. 50 หน้า.

ยงยุทธ ไผ่แก้ว และประภัสสรา พิมพ์พันธุ์. 2545. **สารพิษตกค้างในผลไม้นำเข้า.** การประชุมวิชาการกองวัตถุมีพิษการเกษตร ครั้งที่ 4, 22–25 กรกฎาคม 2545 จังหวัดกระบี่. หน้า 139–148.

อมรินทร์ นันทวิทยาภรณ์. 2555. ศึกษาสถานการณ์ กฎหมาย และการควบคุม สารพิษตกค้างในผักสดและผลไม้สดนำเข้าจากต่างประเทศ. สำนักด่านอาหารและยา สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา. **วารสารอาหารและยา** ฉบับเดือนกันยายน-ธันวาคม 2555 : 36-45.

Ambrus, A., B. Maestroni, M. El-Bidaoui and E. Soboleva. 1999**. Laboratory exercise for validation of analytical methods.** Agrochemicals Unit, IAEA Seibersdorf Laboratory, Seibersdorf, Austria.

Andersson, A. and B. Ohlin. 1981. **Capillary Gas Chromatographic Multiresidue Method for Determination of Pesticides in Fruits and Vegetables**. Var Föda suppl. 2/86, pp.79 -109.

Andersson, A. and H. Palsheden. 1987. **Comparison of the Efficiency of Different GLC Multi-residue Methods on Crops Containing Pesticide Residues**. The National Food Administration, Uppsala, Sweden.

Blasco, C.; G. Font; J. Manes and Y. Pico. 2005. Screening and evaluation of fruit samples for four pesticide residues. **J. AOAC Int.** 88(3) : 847–853.

Blasco, C.; G. Font and Y. Pico. 2006. Evaluation of 10 pesticide residues in oranges and tangerines from Valencia (Spain). **Food Control** 17(11) : 841–846.

DG SANCO. 2014. EU Pesticide Database. http://ec.europa.eu/sanco_pesticides/public/index

Japan MRL. 2014. Positive List System for Agricultural Chemical Residues in Foods. The Japan Food Chemical Research Foundation. http://www.m5.ws001.squarestart.ne.jp.

JMPR. 2014. **Draft and Proposed Draft MRLs in Foods and Feeds**. 46th Session, Joint FAO/WHO Food Standards Programme, 5-10 May 2014, Nanjing, P.R. China. 263 p.

Leoni, V., A.M. Caricchia, R. Comi, F. Martini, S. Rodolico and M. Vitali. 1995. Risk assessment of organophosphorus pesticide dietary intake for the population of the city of Rome (Italy). **Bull. Environ. Contam. Toxicol.** 54 : 870 – 877.

Meloan, C.E. 1996. **Pesticides Laboratory Training Manual**. AOAC International Suite 500, Maryland, USA.

Ortelli, D.; P. Edder and C. Corvi. 2005. Pesticide residues survey in citrus fruits. **Food Addit. Contam.** 22(5) : 423–428.

Ripley, B.D., L.I. Lissemore, P.D. Leishman and N.A. Denomme. 2000. Pesticide residues on fruits and vegetables from Ontario, Canada, 1991-1995. **J. AOAC Inter.** 83 :196 - 213.

The Working Party on Pesticide Residue. 1999. **Annual Report of the Working Party on Pesticide Residues – Brand Name Annex**. Ministry of Agriculture, Fisheries and Food Safety, Directorate Health and Safety Executive. *www.pesticides.gov.uk*

U.S. Food and Drug Administration. 2000. **FDA-Pesticide Program : Pesticide Monitoring Reports, April 2000**. Center for Food Safety and Applied Nutrition, USA.

Valenzuela, A.I.; Y. Pico and G. Font. 2001. Determination of five pesticide residues in oranges by matrix solid-phase dispersion and liquid chromatography to estimate daily intake of consumers. **J. AOAC Inter.** 84(3) : 901-909.

Wong, S.S. 1999. **Multi-residue Analysis of Fruits and Vegetables**. Residue Control Dept., TACTRI, Council of Agriculture, Taichung, Taiwan. 16 p.