วารสาร

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

BULLETIN OF THE DEPARTMENT OF MEDICAL SCIENCES

ปีที่ 60 ฉบับที่ 3 กรกฎาคม - กันยายน 2561 Vol. 60 No. 3 July - September 2018

ISSN 0125-684X

ว กรมวิทย พ 60 (3) ก.ค. - ก.ย. 2561 Bull Dept Med Sci 60 (3) July - September 2018

วารสารกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

วารสารกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ จัดทำโดยกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข เพื่อเผยแพร่ผลงานวิชาการด้านวิทยาศาสตร์การแพทย์ทุกสาขา

เจ้าของ กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข

ที่ปรึกษาด้านบริหาร

นพ.สุขุม กาญจนพิมาย	นพ.พิเชฐ บัญญัติ
นพ.สมฤกษ์ จึงสมาน	

ที่ปรึกษาด้านวิชาการ

ศ.เกียรติคุณ นพ.ประเสริฐ ทองเจริญ	ภญ.อมรา วงศ์พุทธพิทักษ์
พญ.มยุรา กุสุมภ์	ภญ. ดร.จงดี ว่องพินัยรัตน์
นางพิมพ์ใจ นัยโกวิท	ภญ.สุภัทรา อิ่มเอิบ
ดร.ปนัดดา ซิลวา	ภญ. ดร.สุมล ปวิตรานนท์
นางธีรนารถ จิวะไพศาลพงศ์	

บรรณาธิการ ดร.บุษราวรรณ ศรีวรรธนะ กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

บรรณาธิการร่วม นางกนกพร อธิสุข กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

บรรณาธิการ

ศ. ดร. นพ.ประเสริฐ เอื้อวรากุล	ศิริราชพยาบาล มหาวิทยาลัยมหิดล
ศ. ดร.พิไลพันธ์ พุธวัฒนะ	ศิริราชพยาบาล มหาวิทยาลัยมหิดล
ศ. พญ.พรรณี ปิติสุทธิธรรม	มหาวิทยาลัยมหิดล
รศ. ดร. ภญ.พิณทิพย์ พงษ์เพ็ชร	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ผศ.สุชาดา ไชยสวัสดิ์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
ดร.ดนัย ทิวาเวช	มหาวิทยาลัยนเรศวร
ภญ.สุวรรณา จารุนุช	มหาวิทยาลัยหัวเฉียวเฉลิมพระเกียรติ
นางหรรษา ไชยวานิช	นักวิชาการอิสระ
ดร. นพ.ปฐม สวรรค์ปัญญาเลิศ	สำนักงานปลัดกระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
ดร.อุษาวดี ถาวระ	นักวิชาการอิสระ
นางสาวพรรณทิพย์ ตียพันธ์	นักวิชาการอิสระ
ดร.สลักจิต ชุติพงษ์วิเวท	สำนักงานปลัดกระทรวงสาธารณสุข
ดร.เดือนถนอม พรหมขัติแก้ว	กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
นายสุธน วงษ์ชีรี	กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
นายศิริ ศรีมโนรถ	กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
นางวิชชุดา จริยะพันธุ์	กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
ภญ. ดร.สุภาณี ดวงธีรปรีชา	กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

ฝ่ายจัดการ

นางสาวน้ำฝน น้อยประเสริฐ	กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
นางสาวประสาน จุลวงษ์	กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

กำหนดออก ราย 3 เดือน

อัตราสมาชิก ในประเทศปีละ 200.- บาท
ต่างประเทศปีละ 50.00 เหรียญสหรัฐอเมริกา

สำนักงานวารสาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
88/7 ซอยติวานนท์ 14 ถนนติวานนท์ นนทบุรี 11000
โทร. 0-2951-0000 โทรสาร 0-2951-1297

พิมพ์ที่ หจก. อรุณการพิมพ์
457/6-7 ถนนพระสุเมรุ แขวงบวรนิเวศ เขตพระนคร กรุงเทพฯ 10200
โทร. 0-2282-6033-4

วารสารกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

BULLETIN OF THE DEPARTMENT OF MEDICAL SCIENCES

ปีที่ 60 ฉบับที่ 3 กรกฎาคม - กันยายน 2561 Vol. 60 No. 3 July - September 2018

สารบัญ

หน้า

นิพนธ์ต้นฉบับ

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารเคมีกำจัดศัตรูพืชตกค้างในเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ 108

รัติยากร ศรีโคตร และวีรวุฒิ วิทยานันท์

การทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์และตรวจสอบสารกลุ่มไดออกซินและพีซีบี ในน้ำดื่มบรรจุขวดพลาสติกในสภาวะจำเพาะ 123

ศิริชัย สัญญะ และสุพัฒน์ แสงสวย

บทความทั่วไป

การประเมินความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์กรดซาลิซิลิกในเครื่องสำอางครีมโดยห้องปฏิบัติการด้านเครื่องสำอางของอาเซียน 141

สุดธิดา หมีทอง ชุณห์กฤดา เก้าเอี้ยน และจำเริญ ดวงงามยิ่ง

การวิเคราะห์พหุหลักเกณฑ์สำหรับมาตรการการควบคุมวัตถุอันตรายทางการเกษตรในผักและผลไม้ 155

ทิพย์วรรณ ปริญญาศิริ และชนิพรรณ บุตรยี่

วารสารกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

BULLETIN OF THE DEPARTMENT OF MEDICAL SCIENCES

ปีที่ 60 ฉบับที่ 3 กรกฎาคม - กันยายน 2561 Vol. 60 No. 3 July - September 2018

CONTENTS

Page

Original Articles

Development of An Analytical Method for Pesticide Residues in Fruit or Vegetable Juices 108

Rattiyakorn Srikote and Weerawut Wittayanan

Method Validation and Determination of Dioxins and PCBs in Plastic Bottled Water at A Specific Condition 123

Sirichai Sunya and Supat Sangsuay

General Article

Multi-laboratory Method Validation on Determination of Salicylic Acid in Cosmetic Cream by ASEAN Cosmetic Testing Laboratory Network 141

Sudthida Meethong Chungrida Kao-ian and Jumrern Duangamying

Multiple Criteria Analysis for Pesticides Control Measures in Fruits and Vegetables 155

Tipvon Parinyasiri and Chaniphun Butryee

ว กรมวิทย พ 2561; 60 (3) : 108-122

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารเคมีกำจัดศัตรูพืชตกค้างในเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้

รัติยากร ศรีโคตร และวีรวุฒิ วิทยานันท์

สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ถนนติวานนท์ นนทบุรี 11000

บทคัดย่อ ได้ศึกษาและพัฒนาวิธีตรวจวิเคราะห์สารเคมีกำจัดศัตรูพืช ครอบคลุมสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส และกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ จำนวน 49 สาร ในตัวอย่างเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ ซึ่งปรับปรุงจากวิธี AOAC Official Method 2007.01 และวิธีของ Anastassiades M. และคณะ ที่ตรวจวิเคราะห์ในตัวอย่างผักและผลไม้ โดยเพิ่มเทคนิค salting out ในขั้นตอนการสกัด ตรวจหาชนิดและปริมาณด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ ชนิดไมโครอีซีดี และเอฟพีดี ในการทดสอบความใช้ได้ของวิธีที่พัฒนาขึ้น โดยใช้น้ำฝรั่งเป็นตัวแทนเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ วิธีดังกล่าวมีขีดจำกัดของการตรวจพบเท่ากับ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณเท่ากับ 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ กลุ่มออร์กาโนคลอรีน กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส และกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ อยู่ในช่วง 0.03-0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ความแม่นแสดงด้วย % recovery อยู่ในช่วง 64.2-118.6% ความเที่ยง แสดงด้วย HORRAT อยู่ในช่วง 0.1-1.3 นอกจากนั้น เพื่อให้ทราบสถานการณ์การตกค้าง ได้นำวิธีที่พัฒนาขึ้นไปใช้ตรวจวิเคราะห์สารเคมีกำจัดศัตรูพืชในเครื่องดื่มที่ทำจากผักและผลไม้ ได้แก่ น้ำส้ม น้ำฝรั่ง น้ำแคร์รอต น้ำทับทิม และน้ำผักผลไม้ชนิดอื่น ๆ ที่จำหน่ายในเขตกรุงเทพมหานครและปริมณฑล จำนวน 100 ตัวอย่าง ผลการสำรวจพบการตกค้างของสารในกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัสมากที่สุด คือ chlorpyrifos, ethion, pirimiphos-methyl และ profenofos ปริมาณตั้งแต่น้อยกว่า 0.03-1.22 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม สารกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ตรวจพบเพียงสารเดียวคือ cypermethrin ปริมาณ 0.04 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และตรวจไม่พบสารในกลุ่มออร์กาโนคลอรีน

Accepted for publication, 20 August 2018

บทนำ

ผักผลไม้เป็นแหล่งของสารอาหารที่จำเป็นต่อร่างกาย อุดมไปด้วยเอนไซม์ที่ช่วยส่งเสริมและกระตุ้นปฏิกิริยาเคมีต่าง ๆ ภายในร่างกาย ทำให้ระบบย่อยอาหารมีประสิทธิภาพ ร่างกายสามารถดูดซึมสารอาหารที่จำเป็นได้ง่าย อีกทั้งยังเป็นแหล่งของสารต้านอนุมูลอิสระ ช่วยล้างพิษที่ตกค้างภายในร่างกายได้อย่างรวดเร็ว ช่วยลดระดับคอเลสเตอรอลในเลือด ช่วยบำรุงสายตา มีวิตามินซีและอี ช่วยให้ผิวพรรณเปล่งปลั่งสดใสอยู่เสมอ ทำให้ระบบขับถ่ายปกติ และป้องกันโรคมะเร็งบางชนิด [1] สำหรับคนที่ไม่ชอบรับประทานผักผลไม้โดยตรง ก็สามารถดื่มเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้แทนได้ ในปัจจุบันกระแสการดื่มน้ำผักผลไม้กำลังได้รับความนิยมเป็นอย่างมากว่าให้คุณค่าทางโภชนาการไม่แตกต่างจากการรับประทานผักผลไม้ ความกังวลของผู้บริโภคเกี่ยวข้องกับความปลอดภัยในการบริโภคผักผลไม้สด คือ การตกค้างของสารเคมีกำจัดศัตรูพืช ดังนั้นเพื่อเป็นข้อมูลสำหรับผู้บริโภคและสร้างความมั่นใจว่าเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้นั้น มีความปลอดภัยต่อสุขภาพ สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข ในช่วงปี พ.ศ. 2549 จึงได้รายงานผลการดำเนินการสำรวจเครื่องดื่มที่ทำจากผักและผลไม้ ทั้งหมด 54 ตัวอย่าง เป็นตัวอย่างคั้นสด 38 ตัวอย่าง และเป็นตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการผลิตและบรรจุในภาชนะปิดสนิท 16 ตัวอย่าง เพื่อตรวจวิเคราะห์ปริมาณการตกค้างของสารเคมีกำจัดศัตรูพืช กลุ่มออร์กาโนคลอรีน กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส กลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ และกลุ่มคาร์บาเมต ผลพบสารตกค้าง 17 ตัวอย่างในเครื่องดื่มคั้นสด ได้แก่ สาร endosulfan, chlorpyrifos, parathion-methyl, ethion, cypermethrin, carbaryl และ carbofuran แต่ไม่พบการตกค้างในเครื่องดื่มที่ผ่านกระบวนการผลิตและบรรจุในภาชนะปิดสนิท หลังจากนั้นในปีเดียวกัน สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยาได้เก็บตัวอย่างเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ที่ผ่านกระบวนการผลิตและบรรจุในภาชนะปิดสนิท ส่งตรวจวิเคราะห์ที่สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร จำนวน 21 ตัวอย่าง และตัวอย่างใบชา จำนวน 9 ตัวอย่าง ผลพบว่าไม่มีการตกค้างของสารเคมีกำจัดศัตรูพืชในเครื่องดื่มน้ำผักผลไม้ทุกตัวอย่าง แต่พบการตกค้างในใบชาจำนวน 5 ตัวอย่าง หลังจากนั้นพบว่ายังไม่มีการรายงานข้อมูลการตกค้างของสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชในเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้เลย ปัจจุบันสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชเข้ามามีบทบาททางภาคเกษตรอย่างกว้างขวาง สิ่งที่สะท้อนชัดเจนคือข้อมูลปริมาณการนำเข้าของสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชที่มีแนวโน้มสูงขึ้นทุกปี จากข้อมูลของกรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์พบว่า ระหว่างปี 2540-2553 ประเทศไทยมีการนำเข้าของสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชมากถึง 120,000 ตัน [2] จากการประเมินของ World bank และ Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO) ชี้ให้เห็นว่าประเทศไทยมีการใช้สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชมีค่าสูงกว่าประเทศที่พัฒนาแล้วถึงเท่าตัว และหลังจากปี 2553 ถัดมานั้นสภาวะแวดล้อมของโลกเปลี่ยนแปลงไป แนวโน้มการใช้สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชก็สูงขึ้น ประชากรเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว จึงต้องมีการพัฒนาด้านต่าง ๆ เพื่อให้เกิดความสมดุลกับความต้องการอาหารของประชากรที่เพิ่มมากขึ้น จึงมีการใช้ปุ๋ยเคมี มีการใช้สารเคมีเพื่อกำจัดแมลงศัตรูพืช เพื่อช่วยในการเพิ่มผลผลิตทางการเกษตร มีการใช้สาร deltamethrin [3] ซึ่งเป็นสารเคมีกำจัดศัตรูพืชที่ใช้พ่นกำจัดยุงลายเพื่อป้องกันโรคไข้เลือดออกเป็นสิ่งจำเป็นทางด้านสาธารณสุข อาจเกิดการตกค้างในผลผลิตทางการเกษตรที่เราบริโภคได้ และอาจส่งผลกระทบต่อสุขภาพอนามัยของผู้บริโภค ผู้วิจัยจึงได้ตระหนักเห็นความสำคัญของปัญหาเหล่านี้ จึงได้มีการศึกษา ปรับและพัฒนาวิธีตรวจวิเคราะห์สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชในเครื่องดื่มจากผักผลไม้ เพื่อทดแทนวิธีเดิมที่ใช้งานอยู่ ซึ่งวิธีเดิมที่ใช้ตรวจวิเคราะห์นั้น เป็นวิธี PAM 302 GC ECD, PAM 302 GC FPD [4] สารเคมีและตัวทำละลายอินทรีย์ที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดมีปริมาณค่อนข้างมาก อาจส่งผลกระทบต่อสุขภาพของผู้ปฏิบัติงานในระยะยาว ใช้เทคนิค liquid-liquid partition ต้องทำให้บริสุทธิ์โดยการผ่านคอลัมน์ florisil ขั้นตอนการสกัดยาวนาน อีกทั้ง waste solvent ที่เกิดจากการสกัดมีปริมาณมาก และใช้ chlorinated solvent เป็นภาระในการกำจัด ดังนั้นจึงได้พัฒนาวิธีโดยการปรับวิธี official method AOAC

2007.01 ขอบข่ายการตรวจวิเคราะห์สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชได้ 29 ชนิด ใน matrix ผักผลไม้ด้วย เครื่อง GC/MS และวิธีของ Anastassiades M. และคณะ ในปี 2003 ให้สามารถตรวจวิเคราะห์สารรวม 49 ชนิด ได้แก่ กลุ่มออร์กาโนคลอรีน 20 ชนิด กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 21 ชนิด และกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ 8 ชนิด ใน matrix เครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้โดยการเติมเกลือ NaCl ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-μECD และ GC-FPD ซึ่งเป็นเครื่องมือพื้นฐานที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการและดำเนินการทดสอบความถูกต้องของวิธีดังกล่าว เมื่อได้วิธีที่เหมาะสม จึงได้นำวิธีนี้ไปตรวจวิเคราะห์หาสารตกค้างของสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชในเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ทั้งชนิดคั้นสดและชนิดบรรจุในภาชนะปิดสนิท เพื่อให้ทราบสถานการณ์การตกค้างและศึกษาผลกระทบต่อการได้รับสารต่อไป โดยทำการสุ่มเก็บตัวอย่างในเขตกรุงเทพมหานครและปริมณฑล ในปี พ.ศ. 2558

วัสดุและวิธีการ

สารเคมีและสารมาตรฐาน

สารเคมี : acetonitrile PR, glacial acetic acid AR, n-hexane PR, ethyl acetate AR, magnesium sulfate anhydrous ($MgSO_4$) AR, sodium acetate (NaOAc) AR, sodium chloride (NaCl) AR, น้ำกลั่น, Dispersive SPE 2 ml; ชนิดที่ 1 Pigment sample AOAC Agilent Part Number: 5982-5222 ($MgSO_4$ 150 mg, PSA 50 mg, bulk carbograph 50 mg) ชนิดที่ 2 Fat + Pigments AOAC Agilent Part Number: 5982-5421 ($MgSO_4$ 150 mg, PSA 50 mg, bulk carbograph 50 mg, C18EC 50 mg)

สารมาตรฐาน : สารมาตรฐานทั้งหมดเป็นผลิตภัณฑ์ของ Dr. EhrenStorfer ซึ่งเป็นชนิดเดี่ยว

กลุ่มออร์กาโนคลอรีน (organochlorine compounds) OCs จำนวน 20 สาร ได้แก่ aldrin, α-BHC, α-chlordane, γ-chlordane, oxy-chlordane, pp′-DDE, pp′-TDE, pp′-DDT, dicofol, dieldrin, endrin, α-endosulfan, β-endosulfan, endosulfan sulfate, heptachlor, heptachlor epoxide, hexachlorobenzene, lindane, methoxychlor และ tetradifon

กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส (organophosphorus compounds) OPs จำนวน 21 สาร ได้แก่ acephate, azinphos-methyl, chlorpyrifos, dichlorvos, diazinon, dicrotophos, dimethoate, EPN, ethion, methamidophos, methidathion, mevinphos, monocrotophos, omethoate, parathion, parathion-methyl, phosalone, pirimiphos-methyl, profenofos, prothiophos และ triazophos

กลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ (synthetic pyretroids) SPs จำนวน 8 สาร ได้แก่ bifenthrin, cyfluthrin, lambda-cyhalothrin, cypermethrin, deltamethrin, fenpropathrin, fenvalerate และ permethrin

เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องชั่งความละเอียด 0.001 กรัม สำหรับชั่งตัวอย่าง เครื่องชั่งความละเอียด 0.01 มิลลิกรัม สำหรับชั่งสารมาตรฐาน เครื่องปั่นตกตะกอน (centrifuge) ความเร็วรอบ 3,500-4,000 รอบต่อนาที เครื่องระเหยสารละลายแบบ heating block และใช้แก๊สไนโตรเจนในการระเหยสารสกัด เครื่องหมุนปั่นผสมสารละลาย Vertex-2 Genie, micropipette ขนาด 2-20 μl, micropipette ขนาด 20-200 μl, micropipette ขนาด 1-10 ml, amber vial ขนาด 8 ml, centrifuge tube ขนาด 50 ml และ 15 ml, volumetric flask ขนาด 500 ml, 25 ml และ 10 ml และ pasteur pipette

เครื่องมือตรวจวัดชนิดและปริมาณ

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ : GC-μECD Agilent Technologies 6890N ชนิด column: DB-5MS, 30 m, 0.25 mm id, 0.25 μm film thickness ที่ temperature: inlet ที่ 200°C, splitless mode oven ที่ initial 80°C hold 1 min, rate 15°C/min to 180°C, rate 3°C/min to 205°C hold 5 min, rate 40°C/min to final 260°C hold 20 min, detector ที่ 300°C, flow rate: helium, constant column flow 1.5 ml/min, nitrogen (make up) 60 ml/min, injection volume: 1 μl

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ : GC-FPD Agilent Technologies 6890N ชนิด column: DB-1701, 30 m, 0.25 mm id, 0.25 μm film thickness, temperature inlet ที่ 200°C, pulsed splitless mode: pressure 30 psi, purge flow 60 ml/min, purge time 0.8 min oven ที่ initial 80°C hold 1 min, rate 15°C/min to 180°C, rate 3°C/min to 205°C hold 5 min, rate 40°C/min to final 260°C hold 20 min, detector 220°C, flow rate: helium constant column flow 1.5 ml/min, nitrogen (make up) 60 ml/min, hydrogen 75 ml/min, air 100 ml/min injection volume: 2 μl

ตัวอย่าง

ในการทดสอบความใช้ได้ของวิธี ใช้ตัวอย่างน้ำฝรั่งที่ไม่มีพีครบกวนหรือพีคที่ใกล้กับสารมาตรฐาน (blank sample) เป็นตัวแทนตัวอย่างกลุ่มน้ำผักผลไม้ (representative matrix) ใช้ตัวอย่างประมาณ 2 ลิตร ชั่งแบ่งตัวอย่างใน centrifuge tube ตัวอย่างละ 10 กรัม (analytical portion)

ในการสำรวจปริมาณการตกค้างของสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืช สุ่มเก็บตัวอย่างเครื่องดื่มคั้นสดเก็บจากร้านค้าริมถนนหรือตลาดนัด ชนิดละ 2 ตัวอย่าง และเครื่องดื่มที่ผ่านกระบวนการผลิตและบรรจุในภาชนะปิดสนิท เก็บตัวอย่างจากซูปเปอร์มาร์เกตหรือร้านสะดวกซื้อ ชนิดละ 2 ตัวอย่าง จากเขตกรุงเทพฯ และปริมณฑล แบ่งออกเป็น 5 กลุ่มพื้นที่ กลุ่มพื้นที่ละ 20 ตัวอย่าง กลุ่มพื้นที่ประกอบด้วยเขตต่างๆ ดังนี้

กลุ่ม 1 ป้อมปราบศัตรูพ่าย สัมพันธวงศ์ พระนคร ดุสิต พญาไท ดินแดง ราชเทวี ปทุมวัน ห้วยขวาง วัฒนา คลองเตย สาทร ยานนาวา บางรัก บางคอแหลม และคลองสาน

กลุ่ม 2 บางพลัด ธนบุรี บางกอกน้อย บางกอกใหญ่ ราชบูรณะ ภาษีเจริญ ตลิ่งชัน จอมทอง ทุ่งครุ บางขุนเทียน บางบอน บางแค หนองแขม และทวีวัฒนา

กลุ่ม 3 ลาดพร้าว บึงกุ่ม บางกะปิ สะพานสูง สวนหลวง พระโขนง บางนา และประเวศ

กลุ่ม 4 สายไหม คลองสามวา หนองจอก มีนบุรี คันนายาว ลาดกระบัง และปทุมธานี (เฉพาะอำเภอเมือง คลองหลวง และธัญบุรี)

กลุ่ม 5 บางเขน หลักสี่ จตุจักร ดอนเมือง นนทบุรี (เฉพาะอำเภอเมือง ปากเกร็ด บางใหญ่ และบางบัวทอง)

ตัวอย่างเครื่องดื่มมี 5 ชนิด ได้แก่ น้ำฝรั่ง น้ำส้ม น้ำแคร์รอต น้ำทับทิม และน้ำผักผลไม้ อื่นๆ (น้ำฟักข้าว น้ำมะเขือเทศ น้ำองุ่น และน้ำใบบัวบก) รวมทั้งหมด 100 ตัวอย่าง ตัวอย่างละประมาณ 500 มิลลิลิตร

การพัฒนาวิธีและการทดสอบความใช้ได้ของวิธี

วิธีวิเคราะห์ (Extraction)

ชั่งตัวอย่างน้ำหนัก 10 กรัม ลงใน centrifuge tube ขนาด 50 มิลลิลิตร เติม NaCl 1 กรัม เติม acetonitrile + 1% acetic acid 10 มิลลิลิตร เขย่าอย่างแรง 1 นาที จากนั้นเติม $MgSO_4$ 4 กรัม และ NaOAc 1 กรัม แล้วเขย่า 1 นาที นำไปปั่นตกตะกอนด้วยความเร็วประมาณ 3,500-4,000 รอบต่อนาที นาน 5 นาที จากนั้นแบ่งสารสกัดส่วนใสที่ได้ประมาณ 6-7 มิลลิลิตร ใส่ใน centrifuge tube ขนาด 15 มิลลิลิตร แล้วนำไป clean up

โดยการเติม Dispersive SPE Pigment sample AOAC Agilent Part Number: 5982-5222 ($MgSO_4$ 150 mg, PSA 50 mg, bulk carbograph 50 mg) (สำหรับตัวอย่างน้ำแคร์รอตและน้ำใบบัวบก clean up โดยการเติม Dispersive SPE Fat + Pigments AOAC Agilent Part Number: 5982-5421 ($MgSO_4$ 150 mg, PSA 50 mg, bulk carbograph 50 mg, C18EC 50 mg) จากนั้นเขย่า 1 นาที แล้วนำไปปั่นตกตะกอนด้วยความเร็วประมาณ 3,500-4,000 รอบต่อนาที นาน 5 นาที เก็บสารสกัดส่วนใส (สารละลายชั้นบน) 5 มิลลิลิตร ใส่ใน amber vial ขนาด 8 มิลลิลิตร นำไประเหยลดปริมาตรจนเกือบแห้ง แล้วปรับปริมาตรด้วยสารละลายผสม n-hexane: ethyl acetate (3:1) จนครบ 1 มิลลิลิตร ได้ความเข้มข้นตัวอย่าง 5 กรัมต่อมิลลิลิตร แล้วนำไปวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้างด้วยเครื่อง GC โดยสารกลุ่ม OCs และสาร SPs ฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ : GC-μECD ส่วนสารกลุ่ม OPs ฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ : GC-FPD

การสร้างกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) [5]

สารมาตรฐานกลุ่ม OCs และ SPs เตรียมที่ความเข้มข้น 0.025, 0.05, 0.2, 0.8 และ 2.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรใน n-hexane นำสารละลายไปฉีดเข้า GC-μECD สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่ใต้พีค คำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของเพียร์สัน (Pearson correlation coefficient: r)

สารมาตรฐานกลุ่ม OPs เตรียมที่ความเข้มข้น 0.025, 0.05, 0.2, 0.8 และ 2.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรใน matrix น้ำฝรั่ง นำสารละลายไปฉีดเข้า GC-FPD สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่ใต้พีค คำนวณหาค่า r

การวิเคราะห์ Method blank และ Matrix blank

Method blank: สกัดตามวิธีที่พัฒนาโดยใช้น้ำกลั่น 10 กรัม แทนตัวอย่าง และ matrix blank: สกัดตามวิธีที่พัฒนา (7 ซ้ำ) โดยนำน้ำฝรั่งที่ไม่มีการตกค้างของสารที่สนใจ ตรวจวิเคราะห์ method blank และ matrix blank เพื่อตรวจสอบสารรบกวนที่อาจมาจากสารเคมีหรือตัวอย่างที่อาจส่งผลกระทบต่อการวิเคราะห์ เพื่อป้องกันความผิดพลาดที่เกิดขึ้นในการจำแนกชนิดและปริมาณสาร

การหาขีดจำกัดของการตรวจพบ (Limit of detection, LOD)

ทดสอบโดยการเติมสารมาตรฐานกลุ่ม OCs, OPs และ SPs ที่ความเข้มข้นต่ำๆ ลงใน matrix blank คำนวณ Signal-to-noise (S/N) ของสารแต่ละชนิด คำนวณปริมาณสารมาตรฐานที่ทำให้พีคมีความสูงมากกว่า 3 เท่าของ S/N และคำนวณความเข้มข้นต่อน้ำหนักตัวอย่าง

การหาขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ)

ทดสอบโดยการเติมสารมาตรฐานกลุ่ม OCs, OPs และ SPs ที่ความเข้มข้นประมาณ 3 เท่าของค่า LOD ลงในตัวอย่าง blank sample ทำการสกัด และวิเคราะห์ชนิดและปริมาณจำนวน 7 ซ้ำ คำนวณหาปริมาณเทียบกับสารมาตรฐานแล้วคำนวณ % Recovery, % RSD และ HORRAT

การทดสอบช่วงความเป็นเส้นตรงและช่วงการวิเคราะห์ (Linearity and working range)

เติมสารละลายมาตรฐาน กลุ่ม OCs, OPs และ SPs ในตัวอย่าง blank sample ที่ระดับความเข้มข้น 0.01, 0.03, 0.08, 0.15 และ 0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ทำการสกัด และวิเคราะห์ชนิดและปริมาณระดับละ 3 ซ้ำ สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่เติมลงในตัวอย่างกับความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่ตรวจพบ คำนวณหาค่า r

การทดสอบความแม่นและความเที่ยง (Accuracy and precision)

ทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีโดยการเติมสารละลายมาตรฐาน กลุ่ม OCs, OPs และ SPs ในตัวอย่าง blank sample ที่ระดับความเข้มข้นเท่ากับ LOQ, 3 เท่าของ LOQ และ 5 เท่าของ LOQ ได้แก่ ที่ความเข้มข้น 0.03, 0.09 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ ทำการวิเคราะห์ระดับละ 7 ซ้ำ คำนวณปริมาณเทียบกับกราฟสารมาตรฐานแล้วคำนวณ % recovery, % RSD และ HORRAT ประเมินผลการทดสอบ ความแม่น (accuracy) และความเที่ยง (precision) เทียบกับเกณฑ์ยอมรับ ค่าเฉลี่ยของ recovery ในช่วงร้อยละ 60-120 [6] และ HORRAT (Horwitz ratio) น้อยกว่า 2

การประมาณค่าความไม่แน่นอนของการตรวจวิเคราะห์ (Uncertainty) [7]

ความไม่แน่นอนของการวัดต้องคำนึงถึงแหล่งความไม่แน่นอนทุกแหล่งที่มีผลกระทบต่อการวิเคราะห์ เมื่อนำมารวมกันแล้ว คำนวณค่าความไม่แน่นอนขยายที่ระดับความเชื่อมั่น 95% คำนวณปริมาณสารที่วัด โดยใช้ค่าความเข้มข้น (Co) ที่อ่านได้จาก calibration curve ที่สร้างจากความสัมพันธ์ระหว่าง concentration กับ peak area

การควบคุมคุณภาพผลการวิเคราะห์

Internal quality control วิเคราะห์ method blank, duplicate analysis และ spiked sample ในระหว่างการวิเคราะห์ทุก 20 ตัวอย่าง โดยกำหนดเกณฑ์ยอมรับ method blank ต้องตรวจไม่พบสารเกิน LOD, duplicate analysis คำนวณค่า relative percent difference (RPD) ต้องน้อยกว่า 25% และ spiked sample ที่ระดับ 0.15 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ต้องได้ % recovery อยู่ในช่วงเกณฑ์ยอมรับ (60-120%)

ผล

ผลการทดสอบความใช้ได้ของวิธีการตรวจวิเคราะห์สารเคมีกำจัดศัตรูพืชในเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ โดยใช้น้ำฝรั่งเป็น representative matrix ครอบคลุมสารกลุ่ม OCs จำนวน 20 ชนิด สารกลุ่ม OPs จำนวน 21 ชนิด และสารกลุ่ม SPs จำนวน 8 ชนิด พบว่าการวิเคราะห์ method blank และ matrix blank ตรวจไม่พบสารรบกวนที่มีพีคใกล้กับสารมาตรฐาน จึงทำให้ไม่เกิดข้อผิดพลาดในการวิเคราะห์ ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC ภายใต้สภาวะที่กำหนด พบว่าสารทั้ง 3 กลุ่ม สามารถสร้างกราฟมาตรฐานของสารในช่วงความเข้มข้น 0.025-2.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร มีค่า r เท่ากับ 0.990-1.000 ค่า LOD เท่ากับ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ค่า LOQ เท่ากับ 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม การทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ในตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐาน (spiked sample) ในตัวอย่างน้ำฝรั่งที่ระดับความเข้มข้น 0.03, 0.09 และ 0.15 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ระดับละ 7 ซ้ำ ผลการทดสอบทุกกลุ่มสารมีช่วงความเป็นเส้นตรงและการใช้งานในช่วง 0.03-0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม สารกลุ่ม OCs มีค่า r ในช่วง 0.991-0.999 ความแม่นจาก % recovery เฉลี่ยทั้ง 3 ระดับอยู่ในช่วง 84.0-123.3% ความเที่ยงประเมินด้วยค่า HORRAT ในช่วง 0.2-1.3 (ตารางที่ 1) สารกลุ่ม OPs พบว่า มีค่า r ในช่วง 0.990-1.000 ความแม่นจาก % recovery เฉลี่ยทั้ง 3 ระดับอยู่ในช่วง 84.0-116.7% ความเที่ยงประเมินด้วยค่า HORRAT ในช่วง 0.1-1.5 (ตารางที่ 2) ผลการทดสอบสารกลุ่ม SPs มีค่า r ในช่วง 0.993-1.000 ความแม่นจาก % recovery เฉลี่ยทั้ง 3 ระดับอยู่ในช่วง 81.1-116.7% ความเที่ยงประเมินด้วยค่า HORRAT ในช่วง 0.3-1.4 (ตารางที่ 3)

ตารางที่ 1 ความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์สารเคมีกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนคลอรีน 20 ชนิด วิเคราะห์ระดับละ 7 ซ้ำ

Compounds	Spiked level 0.03 mg/kg			Spiked level 0.09 mg/kg			Spiked level 0.15 mg/kg		
	mean result (mg/kg)	mean recovery (%)	HORRAT	mean result (mg/kg)	mean recovery (%)	HORRAT	mean result (mg/kg)	mean recovery (%)	HORRAT
1. α-BHC	0.034	113.3	0.5	0.105	116.7	0.9	0.157	104.7	0.5
2. hexachlorobenzene	0.027	90.0	0.5	0.090	100.0	0.6	0.143	95.3	0.5
3. γ-BHC	0.031	103.3	0.5	0.103	114.4	0.6	0.158	105.3	0.4
4. heptachlor	0.031	103.3	0.3	0.106	117.8	0.7	0.150	100.0	0.7
5. aldrin	0.029	96.7	0.8	0.101	112.2	1.2	0.158	105.3	0.5
6. dicofol	0.028	93.3	0.4	0.083	92.2	1.2	0.140	93.3	1.0
7. oxy-chlordane	0.032	106.7	0.3	0.097	107.8	1.0	0.149	99.3	0.5
8. t-heptachlor-epoxide	0.028	93.3	0.3	0.108	120.0	0.8	0.154	102.7	0.4
9. γ-chlordane	0.035	116.7	0.4	0.102	113.3	1.1	0.150	100.0	0.5
10. α-chlordane	0.031	103.3	0.6	0.097	107.8	0.8	0.153	102.0	0.4
11. α-cndosulfan	0.031	103.3	0.6	0.092	102.2	0.8	0.153	102.0	0.4
12. pp′-DDE	0.031	103.3	0.4	0.090	100.0	1.2	0.143	95.3	0.6
13. dieldrin	0.031	103.3	0.4	0.086	95.6	1.0	0.151	100.7	0.4
14. endrin	0.032	106.7	0.8	0.076	84.4	0.6	0.126	84.0	0.4
15. β-endosulfan	0.037	123.3	0.4	0.123	82.6	1.0	0.147	98.0	0.4
16. pp′-DDD	0.032	106.7	0.6	0.099	110.0	1.1	0.155	103.3	0.2
17. endosulfan sulfate	0.036	120.0	0.5	0.102	113.3	1.3	0.158	105.3	0.3
18. pp′-DDT	0.035	116.7	0.5	0.095	105.6	0.9	0.164	109.3	0.5
19. methoxychlor	0.035	116.7	0.3	0.092	102.2	0.9	0.166	110.7	0.5
20. tetradifon	0.034	113.3	0.5	0.089	98.9	0.8	0.166	110.7	0.5

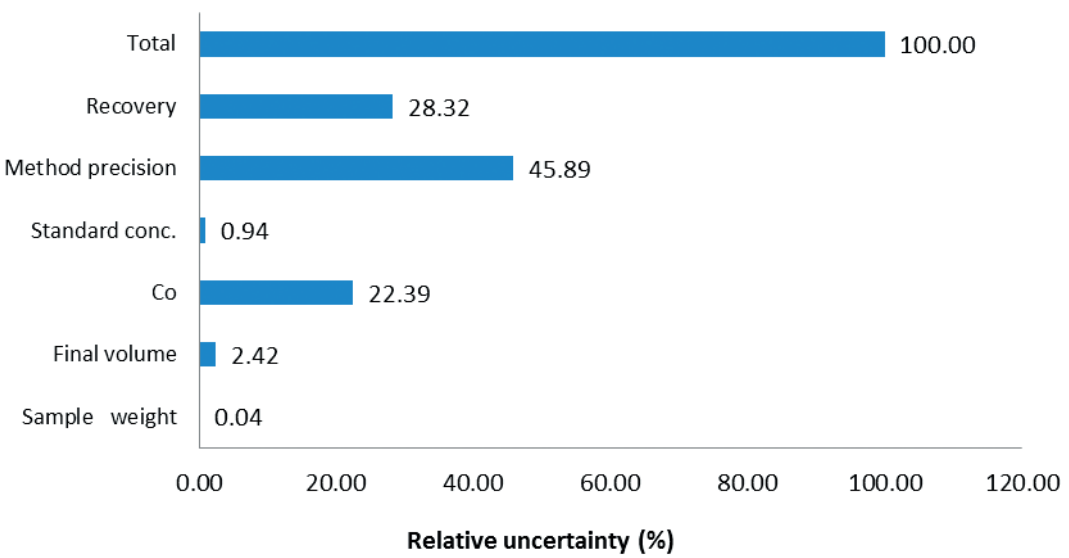
ตารางที่ 2 ความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์สารเคมีกำจัดศัตรูพืชกลุ่มออร์กาโนฟอรัส 21 ชนิดวิเคราะห์ระดับละ 7 ซ้ำ

Compounds	Spiked level 0.03 mg/kg			Spiked level 0.09 mg/kg			Spiked level 0.15 mg/kg		
	mean result (mg/kg)	mean recovery (%)	HORRAT	mean result (mg/kg)	mean recovery (%)	HORRAT	mean result (mg/kg)	mean recovery (%)	HORRAT
1. dichlorvos	0.032	106.7	0.6	0.105	116.7	0.8	0.148	98.7	0.2
2. methamidophos	0.033	110.0	0.6	0.096	106.7	1.4	0.139	92.7	0.3
3. mevinphos -E &Z	0.035	116.7	0.1	0.097	107.8	1.5	0.151	100.7	0.2
4. acephate	0.034	113.3	0.5	0.100	111.1	1.2	0.144	96.0	0.4
5. omethoate	0.034	113.3	0.6	0.101	112.2	1.0	0.152	101.3	0.2
6. diazinon	0.028	93.3	0.4	0.089	98.9	1.4	0.147	98.0	0.2
7. dicrotophos	0.032	106.7	0.3	0.097	107.8	1.1	0.144	96.0	0.2
8. monocrotophos	0.032	106.7	0.3	0.104	115.6	0.8	0.149	99.3	0.3
9. dimethoate	0.035	116.7	0.4	0.101	112.2	1.1	0.144	96.0	0.3
10. pirimiphos- methyl	0.033	110.0	0.5	0.098	108.9	1.0	0.147	98.0	0.2
11. chlorpyrifos	0.032	106.7	0.5	0.100	111.1	1.1	0.148	98.7	0.2
12. parathion-methyl	0.033	110.0	0.4	0.102	113.3	0.8	0.140	93.3	0.2
13. parathion	0.030	100.0	0.3	0.094	104.4	1.1	0.148	98.7	0.3
14. prothiophos	0.033	110.0	0.8	0.094	104.4	1.1	0.126	84.0	0.4
15. methidathion	0.033	110.0	0.4	0.093	103.3	1.3	0.145	96.7	0.2
16. profenofos	0.033	110.0	0.6	0.096	106.7	1.0	0.153	102.0	0.2
17. ethion	0.033	110.0	0.5	0.095	105.6	1.1	0.156	104.0	0.3
18. triazophos	0.032	106.7	0.5	0.100	111.1	1.2	0.164	109.3	0.5
19. EPN	0.030	100.0	0.3	0.101	112.2	0.9	0.165	110.0	0.5
20. phosalone	0.033	110.0	0.5	0.105	116.7	0.8	0.164	109.3	0.2
21. azinphos-methyl	0.032	106.7	0.3	0.105	116.7	0.8	0.148	98.7	0.9

ตารางที่ 3 ความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์สารเคมีกำจัดศัตรูพืชกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ 8 ชนิด วิเคราะห์ ระดับละ 7 ซ้ำ

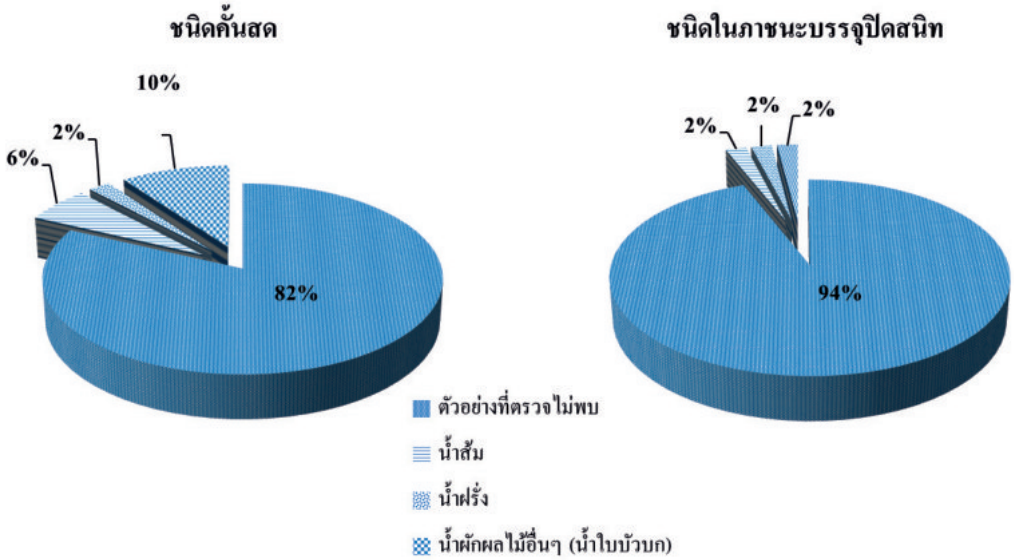
Compounds	Spiked level 0.03 mg/kg			Spiked level 0.09 mg/kg			Spiked level 0.15 mg/kg		
	mean result (mg/kg)	mean recovery (%)	HORRAT	mean result (mg/kg)	mean recovery (%)	HORRAT	mean result (mg/kg)	mean recovery (%)	HORRAT
1. bifenthrin	0.034	113.3	0.3	0.099	110.0	0.7	0.124	82.7	1.1
2. fenpropathrin	0.031	103.3	0.4	0.096	106.7	0.5	0.142	94.7	0.4
3. lambda-cyhalothrin	0.032	106.7	0.5	0.098	108.9	0.7	0.148	98.7	0.6
4. permethrin	0.026	86.7	0.4	0.094	104.4	1.0	0.145	96.7	1.0
5. cyfluthrin	0.025	83.3	1.3	0.073	81.1	1.3	0.163	108.7	1.4
6. cypermethrin	0.035	116.7	1.1	0.102	113.3	0.8	0.152	101.3	0.8
7. fenvalerate	0.033	110.0	1.0	0.075	83.3	1.0	0.123	82.0	0.7
8. deltamethrin	0.032	106.7	0.3	0.098	108.9	1.1	0.130	86.7	0.7

การประมาณค่าความไม่แน่นอนของการตรวจวิเคราะห์ แสดงให้เห็นถึงสายโซ่การสอบกลับได้ของการวัดนั้น ได้พิจารณาแหล่งความไม่แน่นอนที่จะมีผลกระทบต่อการตรวจวิเคราะห์ ได้แก่ ความไม่แน่นอนจากค่าความเข้มข้นของตัวอย่างที่อ่านได้จาก calibration curve สารมาตรฐาน ความเที่ยงของวิธีเมื่อทำซ้ำ รวมไปถึงประสิทธิภาพของวิธีที่ทำให้เกิด bias เมื่อประมาณค่าความไม่แน่นอนของการรายงานปริมาณที่ตรวจพบสาร chlorpyrifos ในน้ำฝรั่ง ปริมาณ 0.45 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม จะได้ค่าความไม่แน่นอนขยายที่ระดับความเชื่อมั่น 95% (k=2) เท่ากับ 0.11 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม สัดส่วนของแหล่งความไม่แน่นอนที่สำคัญที่มีผลต่อการตรวจวิเคราะห์ (ภาพที่ 1)



ภาพที่ 1 แหล่งความไม่แน่นอนที่สำคัญที่มีผลต่อการตรวจวิเคราะห์ สาร chlorpyrifos ในน้ำฝรั่งปริมาณที่ตรวจพบ 0.45 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

ผลการสำรวจปริมาณการตกค้างของสารเคมีกำจัดศัตรูพืชจำนวน 49 ชนิด ในเครื่องดื่มน้ำผักผลไม้ จำนวน 100 ตัวอย่าง เป็นชนิดคั้นสด 50 ตัวอย่าง และชนิดบรรจุในภาชนะปิดสนิท 50 ตัวอย่าง ในเขตกรุงเทพมหานคร และปริมณฑลแยกตามประเภทเครื่องดื่ม พบว่ามีการตกค้างของสารเคมีกำจัดศัตรูพืชในเครื่องดื่มคั้นสด 9 ตัวอย่าง (18%) และเครื่องดื่มภาชนะบรรจุปิดสนิท 3 ตัวอย่าง (6%) ดังรายละเอียดในภาพที่ 2



ภาพที่ 2 สัดส่วนการตรวจพบการตกค้างของสารเคมีกำจัดศัตรูพืชในเครื่องดื่มน้ำผักผลไม้ในเขตกรุงเทพฯ และปริมณฑล ปี พ.ศ. 2558 จำแนกตามชนิดเครื่องดื่ม

น้ำส้มชนิดคั้นสด พบการตกค้างของสาร chlorpyrifos, pirimiphos-methyl, profenofos และ ethion ชนิดละ 1 ตัวอย่าง ปริมาณ 0.05, น้อยกว่า 0.03, 0.08 และน้อยกว่า 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ น้ำส้มในภาชนะบรรจุปิดสนิทพบสาร ethion น้อยกว่า 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม น้ำฝรั่งชนิดคั้นสดและในภาชนะบรรจุปิดสนิทพบการตกค้างของสาร chlorpyrifos ชนิดละ 1 ตัวอย่าง ปริมาณน้อยกว่า 0.03 และ 0.05 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ น้ำแคร์รอตและน้ำทับทิม ไม่พบการตกค้างในเครื่องดื่มทั้ง 2 ประเภท ในส่วนของน้ำผักผลไม้ชนิดอื่น ๆ พบการตกค้างในน้ำใบบัวบกชนิดคั้นสด เป็นสาร chlorpyrifos ตั้งแต่ 0.03 ถึง 0.18 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม 1 ตัวอย่าง พบสาร chlorpyrifos 0.34 และ profenofos 1.22 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม 1 ตัวอย่าง พบสาร chlorpyrifos 0.05, profenofos น้อยกว่า 0.03 และ cypermethrin 0.04 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม 1 ตัวอย่าง และน้ำใบบัวบกในภาชนะบรรจุปิดสนิท พบสาร chlorpyrifos 0.06 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม 1 ตัวอย่าง (ตารางที่ 4)

ตารางที่ 4 การจำแนกชนิดและปริมาณสารเคมีกำจัดศัตรูพืชที่ตรวจพบในตัวอย่างแต่ละชนิด

ชนิดตัวอย่าง	ชนิดคั้นสด			ชนิดบรรจุในภาชนะปิดสนิท		
	จำนวนทั้งหมด	จำนวนที่ตรวจพบ	ชนิดและปริมาณ (mg/kg)	จำนวนทั้งหมด	จำนวนที่ตรวจพบ	ชนิดและปริมาณ (mg/kg)
น้ำส้ม	10	1	chlorpyrifos 0.05	10	1	ethion < 0.03
		1	ethion < 0.03			
		1	pirimiphos-methyl < 0.03			
		1	profenofos 0.08			
น้ำฝรั่ง	10	1	chlorpyrifos < 0.03	10	1	chlorpyrifos 0.05
น้ำแคร์รอต	10	ไม่พบ	-	10	ไม่พบ	-
น้ำทับทิม	10	ไม่พบ	-	10	ไม่พบ	-
น้ำผักผลไม้อื่น ๆ						-
- น้ำฟักข้าว	1	ไม่พบ	-	1	ไม่พบ	-
- น้ำมะเขือเทศ	2	ไม่พบ	-	2	ไม่พบ	-
- น้ำองุ่น	2	ไม่พบ	-	2	ไม่พบ	-
- น้ำใบบัวบก	5	3	chlorpyrifos 0.03-0.18	5	1	chlorpyrifos 0.06
		1	chlorpyrifos 0.34 และ profenofos 1.22			
		1	chlorpyrifos 0.05 profenofos < 0.03 และ cypermethrin 0.04			

หมายเหตุ : LOD เท่ากับ 0.01 mg/kg และ LOQ เท่ากับ 0.03 mg/kg

วิจารณ์

จากการศึกษาครั้งนี้พบว่าวิธี AOAC official method 2007.01 หรือ QuEChERS (Quick, Easy, Effective, Rugged and Safe) [8] มีขอบข่ายของการตรวจวิเคราะห์สารเคมีกำจัดศัตรูพืชได้ 29 ชนิด ใน matrix ผักผลไม้ ได้แก่ ผักกาดหอม องุ่น และส้ม และตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ แมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC/MS) ซึ่งสกัดตัวอย่างด้วย acetonitrile และการทำ liquid-liquid partition ใช้ $MgSO_4$ 4 กรัม ซึ่งเหมาะกับ matrix ผักผลไม้ แต่วิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ได้ปรับปรุงโดยใช้ วิธีของ Anastassiades M. และคณะ [9] เพิ่มการเติม NaCl 1 กรัม ซึ่งเหมาะสมกับ matrix เครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ โดยใช้หลักการ salting out เพิ่มเข้ามาในขั้นตอนการทำ liquid-liquid partition เนื่องจาก matrix เป็นเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ ซึ่งมีน้ำมากจะทำให้ไปลด co-extraction ของสารเคมีกำจัดศัตรูพืชที่มีขั้ว (polar pesticides) ทำให้การแยกระหว่างชั้นน้ำและชั้น pesticides ดีขึ้น คือแยกตกตะกอนออกมาทำให้เพิ่มประสิทธิภาพการสกัด (% recovery) สูงขึ้น และปรับเปลี่ยนมาใช้กับเครื่อง GC-μECD detector และ GC-FPD detector ซึ่งเป็นเครื่องมือพื้นฐานที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการ โดยมีขอบข่ายของการตรวจวิเคราะห์เป็นเครื่องดื่มจากผักผลไม้ โดยใช้น้ำฝรั่งเป็นตัวแทนของตัวอย่าง และเมื่อนำมาขยายทำการตรวจวิเคราะห์ในตัวอย่างเครื่องดื่ม ได้แก่ น้ำฝรั่ง น้ำส้ม น้ำแคร์รอต น้ำทับทิม และน้ำผักผลไม้อื่น ๆ แล้ว สามารถให้ประสิทธิภาพการสกัดอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ ไม่แตกต่างจากน้ำฝรั่ง ทำการตรวจวิเคราะห์

เครื่องดื่มทั้งชนิดคั้นสดและบรรจุในภาชนะปิดสนิท โดยทำการสุ่มเก็บตัวอย่างในเขตกรุงเทพมหานครและปริมณฑล ในปี พ.ศ 2558 สามารถตรวจวิเคราะห์สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชในครั้งเดียวกัน (multiresidue method) รวม 49 ชนิด ได้แก่ OCs 20 ชนิด กลุ่ม OPs 21 ชนิด และกลุ่ม SPs 8 ชนิด ใช้สารเคมีและตัวทำละลายอินทรีย์ในขั้นตอนการสกัดปริมาณน้อย สามารถสกัดได้จำนวนตัวอย่างมากกว่าวิธีเดิมถึง 4 เท่าเป็นวิธีที่รวดเร็ว ง่าย ประหยัดค่าใช้จ่าย มีประสิทธิภาพ คงทน และปลอดภัยต่อผู้ทำการวิเคราะห์ เมื่อเทียบกับการสกัดแบบเดิม โดยวิธีสกัดแบบเดิม ใช้ n- hexane, acetone และ dichloromethane เป็นตัวทำละลายอินทรีย์ในขั้นตอนการสกัด ต่อ 1 ตัวอย่าง ใช้ในปริมาณมาก ใช้เวลายาวนาน waste solvent ที่เกิดจากการสกัดหาที่กำจัดยาก โดยวิธีที่ปรับปรุงนี้มีขีดจำกัดของการตรวจพบสารเคมีกำจัดศัตรูพืชทั้ง 3 กลุ่ม มีค่าเท่ากับ 0.01 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณมีค่าเท่ากับ 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม โดยกลุ่ม OCs, OPs และกลุ่ม SPs มีช่วงความเป็นเส้นตรงและช่วงการใช้งานของการวิเคราะห์ตั้งแต่ 0.03-0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ในการฉีดสารสกัดตัวอย่างผักผลไม้สด โดยปกติความเข้มข้นสุดท้ายที่ฉีดเข้าเครื่อง GC คือ 1 กรัมต่อมิลลิลิตร แต่เนื่องจากสารสกัดเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้มีความเจือจางกว่า ดังนั้นการฉีดสารสกัดที่มีความเข้มข้น 1 กรัมต่อมิลลิลิตร จะทำให้เห็นสัญญาณของสาร pesticides ไม่ครบทุกชนิด จึงทำการ concentrated สารสกัดให้มีความเข้มข้น 5 กรัมต่อมิลลิลิตรก่อนฉีด เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมที่จะเห็นสัญญาณของสารทุกชนิด มีการควบคุมคุณภาพภายใน (IQC) ทั้ง method blank, duplicate และ spiked sample ในทุกชนิดตัวอย่างเครื่องดื่ม โดย recovery ที่ระดับ 0.2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม อยู่ในช่วง 85.5-110.2% ในกรณีที่มีการตรวจพบการตกค้างมีการตรวจยืนยันผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-MS/MS ทำให้ผลการวิเคราะห์ในการระบุชนิดสารมีความถูกต้อง มั่นใจในคุณภาพผลการวิเคราะห์ยิ่งขึ้น นอกจากนั้นวัตถุประสงค์ของการตรวจวิเคราะห์ให้ถูกต้องแม่นยำ ผู้วิเคราะห์ยังต้องพิจารณาและหาวิธีลดค่าความไม่แน่นอนจากแหล่งที่ส่งผลกระทบต่อการวิเคราะห์ด้วย เช่น การเพิ่มจำนวนซ้ำของการวิเคราะห์ เพื่อลดความไม่แน่นอนจากการทำซ้ำ ในการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC มีข้อจำกัด คือ ในการฉีดสารตัวอย่างที่สกัดด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ เนื่องจากเป็นวิธี multiresidue มีการลดขั้นตอนการสกัด ระบบจึงมีพีครบกวนสูง ต้องเปลี่ยนเฟสจากตัวทำละลายที่อยู่ในรูปของ acetonitrile มาเป็นสารละลายผสมที่ไม่มีขั้วและมีขั้วระหว่าง n-hexane : ethyl acetate (3:1) ก่อนฉีดเข้าเครื่อง GC เนื่องจาก acetonitrile มีผลต่อ analytical phase column ของเครื่อง GC ทำให้ resolution ของ column ลดลง เมื่อใช้ไปเป็นเวลานาน ต้องทำการบำรุงรักษาเครื่องมืออยู่บ่อยครั้ง โดยทำความสะอาดหรือเปลี่ยน syringe, inlet liner และ septum สม่ำเสมอทุก 100-150 ของจำนวนการฉีดสาร รวมถึงการตัดหรือเปลี่ยน column เพราะจะเกิดการสกปรกได้ง่ายทำให้ส่งผลต่อการวิเคราะห์ ในอนาคตจะขยายขอบข่ายการตรวจวิเคราะห์ของชนิดสารเคมีป้องกันจำกัดศัตรูพืชให้จำนวนสารเพิ่มมากขึ้น และจะปรับเปลี่ยนมาใช้กับเครื่องมือ GC-MS/MS หรือ LC-MS/MS ซึ่งเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพสูง มีความถูกต้องแม่นยำสูง จากการสำรวจปริมาณการตกค้างของสารเคมีกำจัดศัตรูพืชในตัวอย่างเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ในเขตกรุงเทพฯ และปริมณฑล พบว่ามีการตกค้างมากที่สุดในกลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส รองลงมาคือกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ และไม่พบการตกค้างในกลุ่มออร์กาโนคลอรีน จากประกาศกระทรวงสาธารณสุข เรื่องอาหารที่มีสารพิษตกค้าง ฉบับที่ 387 พ.ศ. 2560 [10] ซึ่งมีการกำหนดปริมาณการตกค้างสูงสุด (Maximum Residue Limits, MRLs) ในวัตถุดิบสินค้าทางการเกษตร ได้แก่ ส้ม โดยสาร cypermethrin, profenofos และ ethion มีค่ากำหนดเท่ากับ 0.3, 0.1 และ 2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ ซึ่งสะท้อนให้เห็นว่ามีการตรวจพบสารตกค้างจากการใช้ในผลส้มและปนเปื้อนมาในน้ำส้มได้ อย่างไรก็ตามมีการตรวจพบสารที่ไม่ได้ระบุค่า MRLs เช่น chlorpyrifos และ pirimiphos-methyl ใน ส้ม ฝรั่ง และใบบัวบก แต่ตรวจพบการตกค้างของสารเคมีกำจัดศัตรูพืชในตัวอย่างน้ำส้มและน้ำฝรั่งในปริมาณต่ำ ยกเว้นตัวอย่างน้ำใบบัวบกซึ่งมีการรับประทานกันอย่างแพร่หลายทั้งชนิดสดและน้ำคั้นจากใบบัวบก เพราะมีสรรพคุณสามารถช่วยแก้ช้ำใน มีฤทธิ์สมานแผลและลดการ

อักเสบต่าง ๆ [11] เป็นต้น ผลการศึกษาครั้งนี้ พบสาร profenofos มีการตกค้างสูงสุดในน้ำใบบัวบก คือ 1.22 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม หากนำไปประเมินความเสี่ยงของการบริโภคน้ำใบบัวบกดังกล่าว โดยการเปรียบเทียบค่า Acceptable Daily Intake (ADI) คือปริมาณสูงสุดที่ร่างกายสามารถรับได้ต่อวัน สาร profenofos มีค่า ADI เท่ากับ 0.03 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม body weight [12] จะพบว่าถ้าเป็นผู้ใหญ่ที่น้ำหนักตัวเท่ากับ 60 กิโลกรัม จะต้องดื่มน้ำใบบัวบกมากกว่า 6 แก้ว และถ้าเป็นเด็กน้ำหนักตัว 20 กิโลกรัม จะต้องดื่มมากกว่า 3 แก้ว (เมื่อคิด 1 แก้ว เท่ากับ 250 มิลลิลิตร) จึงจะได้รับสาร profenofos มากกว่าค่า ADI จากการตรวจวิเคราะห์ปริมาณการตกค้างสารเคมีกำจัดศัตรูพืชในน้ำผักผลไม้ พบว่าเครื่องดื่มที่ผ่านกระบวนการผลิตและบรรจุในภาชนะบรรจุปิดสนิทโดยส่วนใหญ่พบอัตราการตกค้างน้อยกว่าเครื่องดื่มคั้นสดที่มีจำหน่ายตามท้องตลาด มีข้อสังเกตว่าเครื่องดื่มที่ผ่านกระบวนการผลิตและบรรจุในภาชนะบรรจุปิดสนิทฉลากโภชนาการระบุว่า “บรรจุด้วยระบบปลอดเชื้อ” [13] (aseptic packages) ในภาวะ Ultra High Temperature (UHT) คือฆ่าเชื้อโดยใช้ความร้อนที่อุณหภูมิสูง ซึ่งอาจส่งผลทำให้สารเคมีกำจัดศัตรูพืชบางชนิดสลายตัวจึงพบการตกค้างต่ำ แต่ก็ยังพบว่ามีการตกค้างของสาร ethion และ chlorpyrifos อยู่ ในปี พ.ศ. 2557 มีการนำเข้าสาร chlorpyrifos มากกว่า 2 ล้านกิโลกรัม [14] และยังพบว่าสาร chlorpyrifos นั้นเป็นสารเคมีกำจัดศัตรูพืชที่นิยมใช้กันแพร่หลายที่สุดในประเทศไทย ถึงแม้ว่า สารกลุ่ม OPs โดยส่วนใหญ่จะสามารถสลายตัวได้เองตามสภาพแวดล้อมที่ระยะเวลาประมาณ 24 ชั่วโมงถึง 1 สัปดาห์ [15] แต่ถ้าใช้ในปริมาณมากและติดต่อกันเป็นเวลานานก็สามารถตกค้างและสะสมในผลผลิตได้ จากข้อมูลการศึกษาสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้างในผลส้มของสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร ได้มีการเก็บตัวอย่างส้ม ทั้งที่ปลูกภายในประเทศและส้มนำเข้าจากต่างประเทศรวมทั้งหมด 203 ตัวอย่างในช่วงเดือนตุลาคม 2555 ถึงเดือนกันยายน 2557 ที่ผ่านมา มีการตกค้างของสาร ethion ถึง 82 ตัวอย่าง (40.4%) และสาร chlorpyrifos 94 ตัวอย่าง (46.3%) [16] ซึ่งมีความสอดคล้องกับข้อมูลการตกค้างในเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ จะเห็นว่าเครื่องดื่มน้ำผักผลไม้ชนิดคั้นสดพบอัตราการตกค้างมากกว่าเครื่องดื่มในภาชนะบรรจุปิดสนิท ทั้งนี้ในเครื่องดื่มชนิดคั้นสดโดยส่วนใหญ่มักจะคั้นทั้งเปลือก ซึ่งผู้บริโภคไม่ทราบว่าผักผลไม้ที่นำมาคั้นเพื่อจำหน่ายได้ผ่านกระบวนการล้างทำความสะอาดแล้วหรือไม่ ดังนั้นการรับประทานผักผลไม้แบบหลากหลายหมุนเวียน ไม่รับประทานชนิดเดิมติดต่อกันเป็นเวลานาน เป็นการลดการสะสมของปริมาณสารเคมีกำจัดศัตรูพืชที่จะเข้าสู่ร่างกายได้

สรุป

วิธีที่พัฒนาขึ้นจาก AOAC official method 2007.01 และวิธีของ Anastassiades M. และคณะ สามารถใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืช 49 ชนิดได้ ในเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ ประกอบด้วยสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน 20 ชนิด กลุ่มออร์กาโนฟอสฟอรัส 21 ชนิด และกลุ่มสารสังเคราะห์ไพรีทรอยด์ 8 ชนิด วิธีดังกล่าวเป็นวิธีที่เหมาะสมกับการใช้งานและให้ผลผ่านเกณฑ์ยอมรับ ทำให้ผลการทดสอบถูกต้อง เชื่อถือได้ และได้นำวิธีที่พัฒนานี้มาสำรวจปริมาณการตกค้างของสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชในเครื่องดื่มที่ทำจากผักผลไม้ พบว่าเครื่องดื่มทั้งชนิดคั้นสดและชนิดที่บรรจุในภาชนะปิดสนิทยังมีความปลอดภัยต่อผู้บริโภค

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ นางวิชาดา จงมีวาสนา นักวิทยาศาสตร์การแพทย์ชำนาญการพิเศษ สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร ที่ให้ข้อเสนอแนะในการทำวิจัย และนายธรณิศวร์ ไชยมงคล นักวิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ช่วยในขั้นตอนการเก็บตัวอย่าง เตรียมตัวอย่าง และขั้นตอนการสกัดในการทำวิจัยครั้งนี้

เอกสารอ้างอิง

1. สถาบันโภชนาการ มหาวิทยาลัยมหิดล. ผักและผลไม้ กินเท่าไรในแต่ละวันให้ได้ใยอาหารต่อสุขภาพ. กรุงเทพฯ : สำนักงานกองทุนสนับสนุนการส่งเสริมสุขภาพ (สสส.); 2557.
2. แสงโฉม ศิริพานิช. สถานการณ์และผลต่อสุขภาพจากสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืช ปี พ.ศ. 2556. รายงานการเฝ้าระวังทางระบาดวิทยาประจำสัปดาห์ 2556; 44: 689-92.
3. จอมสุดา อินทรกุล, ไกรชาติ ตันตระการอาภา, พงษ์ธร ชาติพิทักษ์, ปัญจพร อินบำรุง, พรพิมล ประดิษฐ์, เอกพงษ์ ณ น่าน. ผลกระทบต่อสุขภาพของเจ้าหน้าที่องค์กรปกครองส่วนท้องถิ่นที่มีการใช้สารเคมีทำลายยุงพาหะนำโรคไข้เลือดออกในพื้นที่สำนักงานป้องกันควบคุมโรคที่ 4 จังหวัดราชบุรี. วารสารควบคุมโรค 2561; 44(1): 77-91.
4. Makovi CM, Mcmahon BM, editors. Pesticide analytical manual volume I: multiresidue methods. 3rd ed. Washington, DC.: U.S. Department of Health and Human Services; 1999.
5. How should methods be validated?. In: Eurachem Guide. The fitness for purpose of analytical methods: a laboratory guide to method validation and related topics. United Kingdom: LGC (Teddington) Ltd; 1998. p. 5-25.
6. SANTE/11945/2015. Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues and analysis in food and feed. United Kingdom: European Commission; 2016.
7. Ellison SLR, Roesslein M, Williams A, editors. EURACHEM/CITAC Guide: Quantifying uncertainty in analytical measurement. 2nd ed. United Kingdom: EURACHEM; 2000.
8. AOAC Official Method 2007.01. Pesticide residues in foods by acetonitrile extraction and partitioning with Magnesium Sulfate. [Online]. 2007. [9 screens]. Available from: URL: http://www.weber.hu/Downloads/SPE/QuEChERS/AOAC_2007_01.pdf.
9. Anastassiades M, Lehotay SJ, Stajnbaher D, Schenck FJ. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticides residues in produce. J AOAC Int 2003; 86(2): 412-31.
10. พระราชบัญญัติอาหาร พ.ศ. 2522 ประกาศกระทรวงสาธารณสุข เลขที่ 387 (พ.ศ. 2560) เรื่องอาหารที่มีสารพิษตกค้าง. ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 134 ตอนพิเศษ 228 ง (วันที่ 18 กันยายน 2560).
11. จันทรพร ทองเอกแก้ว. บัวบก : สมุนไพรมากคุณประโยชน์. วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี 2556; 15(3): 70-5.
12. Agenda Item 6. In: Joint FAO/WHO Food Standards Programme. 48th session of Codex Committee on Pesticide Residues Chongqing, China. 25-30 April 2016. [Online]. 2016. [29 screens]. Available from: URL: https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/codex_ccpr_48_agenda-item-06.pdf.
13. พระราชบัญญัติอาหาร พ.ศ. 2522 ประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 355 (พ.ศ. 2556) เรื่องอาหารในภาชนะบรรจุที่ปิดสนิท. ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 130 ตอนพิเศษ 87 ง (วันที่ 24 กรกฎาคม 2556).
14. สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. รายงานสรุปการนำเข้าวัตถุอันตรายทางการเกษตร ปี พ.ศ. 2557. [ออนไลน์]. 2558; [สืบค้น 27 ก.ค. 2561]; [8 หน้า]. เข้าถึงได้ที่ : URL: http://www.thaipan.org/sites/default/files/file_info/StatisticsHazardName57.pdf.
15. สุทธิรักษ์ ผลเจริญ. สารเคมีตกค้างทางการเกษตร (ตอนที่ 1). ระบบการจัดการองค์ความรู้ มหาวิทยาลัยแม่โจ้-ชุมพร. [ออนไลน์]. 2560; [สืบค้น 27 ก.ค. 2561]; [1 หน้า]. เข้าถึงได้ที่ : URL: http://www.chumphon2.mju.ac.th/km/?p=471.
16. ทองสุข ปายะนันทน์, จิตผกา สันทัดรบ, วิชาดา จงมีวาสนา, รัติยากร ศรีโคตร, วีรวุฒิ วิทยานันท์. การศึกษาสารเคมีป้องกันกำจัดศัตรูพืชตกค้างในผลส้ม. ว กรมวิทย พ 2558; 57(4): 391-400.

Development of An Analytical Method for Pesticide Residues in Fruit or Vegetable Juices

Rattiyakorn Srikote and Weerawut Wittayanan

Bureau of quality and safety of Food, Department of Medical Sciences, Tiwanond, Road, Nonthaburi 11000 Thailand

Abstract The method for analysis of 49 pesticides including Organochlorine compounds (OCs), Organophosphorus compounds (OPs) and Synthetic Pyrethroids (SPs) in fruit or vegetable juices was developed. The AOAC Official Method 2007.01 and the method of Anastassiades M. et al have been modified by using salting out technique in extraction step to improve the efficiency of extraction. Pesticide residues were detected and quantified by GC-μECD and GC-FPD. Guava juice was used as representative matrix for method validation. Performance characteristics of a developed method defined by Limit of detection was 0.01 mg/kg and Limit of quantitation was 0.03 mg/kg. The method showed linearity of working range for all pesticides between 0.03-0.2 mg/kg. The accuracy expressed as percentage of recovery and the precision expressed as HORRAT were 64.2-118.6% and 0.1-1.3, respectively. The validation data showed that the developed method was fit for purpose and can be used in routine work. To monitor pesticide residues in beverages made from fruits and vegetables sold in Bangkok and vicinity area, 100 samples of orange juice, guava juice, pomegranate juice, carrot juice and other vegetable juices were collected and analyzed. Among those pesticides analyzed, the OPs was most frequently detected which were chlorpyrifos, ethion, pirimiphos-methyl and profenofos were found in the range of less than 0.03-1.22 mg/kg. Only cypermethrin in SPs was found with the residual level of 0.04 mg/kg. OCs residue was, however, not detected.

Keywords: pesticide residues, multi-residue analysis, juices, gas chromatography

ว กรมวิทย พ 2561; 60 (3) : 123-140

การทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์และตรวจสอบสารกลุ่มไดออกซินและพีซีบีในน้ำดื่มบรรจุขวดพลาสติกในสภาวะจำเพาะ

ศิริชัย สัญญะ และสุพัฒน์ แสงสวย

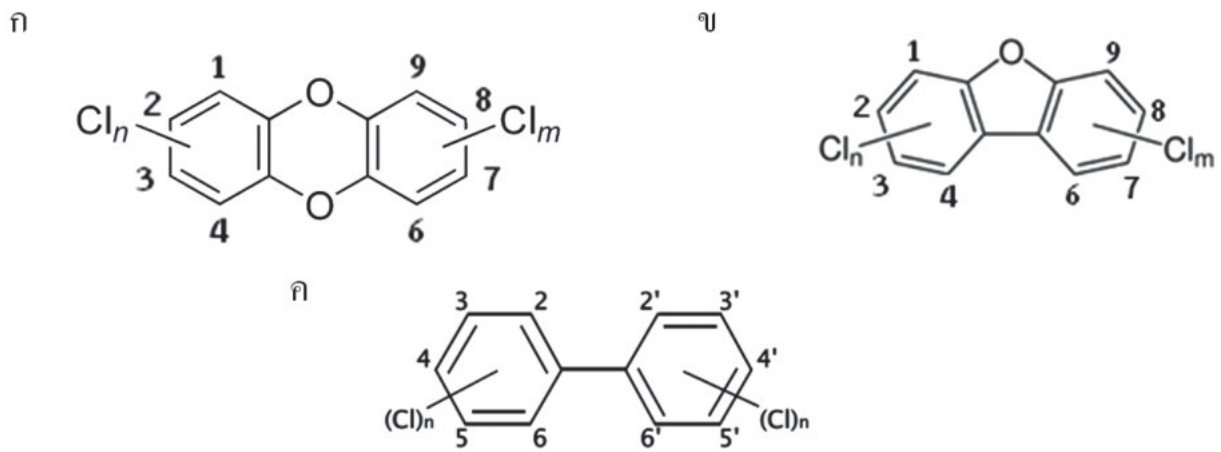
สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ถนนติวานนท์ นนทบุรี 11000

บทคัดย่อ ได้ทำการศึกษาเพื่อทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ที่ปรับจากวิธีอ้างอิง U.S. EPA Method 1613B และ 1668C ด้วยเทคนิค isotope dilution และวัดปริมาณด้วยเครื่อง High Resolution Gas Chromatograph/High Resolution Mass Spectrometer พบว่า ค่าขีดจำกัดของการวัดปริมาณสารกลุ่มไดออกซินมีค่าในช่วง 1.6-16 พิโคกรัมต่อลิตร สารกลุ่มพีซีบีคล้ายไดออกซินเท่ากับ 27 พิโคกรัมต่อลิตร และกลุ่มพีซีบีไม่คล้ายไดออกซินเท่ากับ 0.16 นาโนกรัมต่อลิตร ความแม่นและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ที่สากลยอมรับ จึงได้นำวิธีวิเคราะห์นี้ใช้ในการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำดื่มบรรจุขวดพลาสติกที่ทดลองเก็บไว้ในรถยนต์จอดตากแดดเป็นเวลา 1 วัน และ 7 วัน จำนวน 18 ตัวอย่าง ผลการศึกษาไม่พบสารกลุ่มไดออกซินและพีซีบีคล้ายไดออกซินในทุกตัวอย่าง ทำให้ผู้บริโภคมั่นใจได้ว่าไม่มีสารกลุ่มไดออกซินปนเปื้อนในน้ำดื่มบรรจุขวดพลาสติกที่อาจเป็นอันตรายต่อสุขภาพ

Accepted for publication, 28 August 2018

บทนำ

ไดออกซิน (dioxins) เป็นชื่อกลุ่มสารที่มีโครงสร้างและสมบัติทางเคมีใกล้เคียงกัน ประกอบด้วยสารกลุ่มโพลีคลอริเนตเตท ไดเบนโซ พาราไดออกซิน (polychlorinated dibenzo para dioxins, PCDDs) (ภาพที่ 1ก) สารกลุ่มโพลีคลอริเนตเตท ไดเบนโซ ฟูแรน (polychlorinated dibenzo furans, PCDFs) (ภาพที่ 1ข) สารกลุ่มพีซีบีคล้ายไดออกซิน (dioxin–like polychlorinated biphenyls, DL-PCBs) และสารกลุ่มพีซีบีไม่คล้ายไดออกซิน (non-dioxin–like polychlorinated biphenyls, NDL-PCBs) หรือเรียกว่าสารกลุ่มพีซีบีตัวชี้วัด (indicator PCBs) [1] (ภาพที่ 1ค) มีจำนวน 75, 135, 12 และ 197 ชนิด (หรือเรียกว่าคอนจีเนอร์) ตามลำดับ โครงสร้างทางเคมีของสารแต่ละกลุ่มแสดงในภาพที่ 1 ซึ่งเห็นว่าอะตอมของคลอรีนสามารถมีได้ตั้งแต่ 1 – 8 อะตอม และสามารถจับโมเลกุลที่ตำแหน่งต่าง ๆ ตั้งแต่ 1 – 4 และ 6 – 9 สำหรับสารกลุ่ม PCDDs และ PCDFs และตั้งแต่ 2 – 6 และ 2′ – 6′ สำหรับสารกลุ่มพีซีบี จึงทำให้เกิดคอนจีเนอร์ได้มากมาย สารแต่ละชนิดมีค่าความเป็นพิษที่แตกต่างกัน โดยมีหลักฐานทางวิทยาศาสตร์ที่น่าเชื่อถือว่า สาร 2,3,7,8–tetrachlorodibenzo-para-dioxin (2,3,7,8-TCDD) เป็นสารที่มีความเป็นพิษสูงสุด [2] เพื่อตรวจวิเคราะห์เชิงปริมาณในอาหารในการควบคุมคุณภาพให้เป็นไปตามกฎหมายของสหภาพยุโรป จะต้องตรวจสารในแต่ละกลุ่มจำนวน 7, 10, 12 และ 6 ชนิด ตามลำดับ [1]



ภาพที่ 1 สูตรโครงสร้างทางเคมี ก) สารกลุ่มโพลีคลอริเนตเตท ไดเบนโซ พาราไดออกซิน ข) สารกลุ่มโพลีคลอริเนตเตท ไดเบนโซ ฟูแรน และ ค) สารกลุ่มโพลีคลอริเนตเตท ไบฟีนิล (พีซีบี)

สารกลุ่มไดออกซินเป็นผลผลิตทางเคมีจากการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์ที่เกิดขึ้นโดยมิได้ตั้งใจที่อุณหภูมิสูงกว่า 450 องศาเซลเซียส [3] และจะถูกทำลายเมื่ออุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสขึ้นไป [2] แหล่งกำเนิดสำคัญของสารกลุ่มนี้ คือ กระบวนการผลิตเคมีภัณฑ์ที่มีสารคลอรีนเป็นองค์ประกอบ เช่น อุตสาหกรรมผลิตเยื่อกระดาษ เป็นต้น กระบวนการเผาไหม้อุณหภูมิสูง เช่น เตาเผาขยะทั่วไป เตาเผาขยะจากโรงพยาบาล เตาเผาศพ การเผาไหม้ของเชื้อเพลิง และการใช้ถ่านหินเป็นเชื้อเพลิง เป็นต้น ทำให้มีการปลดปล่อย ปนเปื้อนและสะสมของสารกลุ่มดังกล่าวในสิ่งแวดล้อม ซึ่งจัดเป็นสารมลพิษที่ตกค้างยาวนาน (Persistent Organic Pollutants, POPs) สารกลุ่มไดออกซินเป็นสารที่ละลายได้ดีในไขมัน มีความคงตัวทางเคมีสูง สลายตัวได้ยาก ค่าครึ่งชีวิต (half-life) ในร่างกายมนุษย์ประมาณ 7 – 10 ปี [2] และสามารถปนเปื้อนเข้าสู่ห่วงโซ่อาหารของมนุษย์ได้

ตั้งแต่ช่วงต้นปี พ.ศ. 2557 มีกระแสข่าวเรื่องไดออกซินละลายออกมาจากขวดบรรจุน้ำดื่มเมื่อวางไว้ในสถานที่ที่มีอุณหภูมิสูง และได้มีการส่งต่อข้อมูลทางสื่อสังคมออนไลน์อย่างรวดเร็วและแพร่หลายในประเทศไทย โดยไม่สามารถระบุแหล่งข้อมูลอ้างอิงที่ชัดเจนและเชื่อถือได้ จึงทำให้ผู้บริโภคเกิดความตื่นตระหนกและหวาดกลัวเป็นอย่างมากในการบริโภคน้ำดื่มบรรจุขวดที่เก็บไว้ในรถยนต์ตากแดด โดยเชื่อว่าเป็นหนึ่งในปัจจัยสำคัญที่ก่อให้เกิดโรคมะเร็งในมนุษย์ แม้ว่าหน่วยงานที่เกี่ยวข้องได้พยายามชี้แจงและเผยแพร่ข้อมูลทางวิชาการให้กับประชาชนโดยสรุปว่า ไม่เคยมีรายงานการตรวจพบสารกลุ่มไดออกซินละลายออกมาจากขวดพลาสติกทั้งในสภาวะอุณหภูมิสูงหรือสภาวะการแช่แข็งก็ตาม [4, 5] แต่ประชาชนส่วนใหญ่ยังคงมีความหวาดวิตกถึงภัยอันตรายดังกล่าว ดังนั้น สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ในฐานะหน่วยงานที่มีภารกิจหลักในการตรวจวิเคราะห์อาหารและพัฒนาห้องปฏิบัติการเพื่อการสนับสนุนกระบวนการคุ้มครองผู้บริโภค จำเป็นต้องพิสูจน์และสื่อสารข้อเท็จจริงที่อยู่บนพื้นฐานทางวิชาการที่เชื่อถือได้ งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์สารกลุ่มไดออกซินและพีซีบีในน้ำดื่ม และนำวิธีดังกล่าวตรวจหาสารกลุ่มไดออกซิน และสารกลุ่มพีซีบีคล้ายไดออกซินที่อาจละลายปนเปื้อนในน้ำดื่มบรรจุขวดพลาสติกเก็บในรถยนต์ตากแดด

วัสดุและวิธีการ

สารเคมี

Methanol, Dichloromethane (Pesticide grade), Acetone (Pesticide grade), n-Hexane 95% (AR grade และ Pesticide grade), Ethanol absolute (AR grade), Potassium oxalate (ACS), Sulfuric acid (AR grade), Potassium hydroxide (AR grade), Sodium sulfate (Na_2SO_4) anhydrous (Ultra-resi analyses), Silica gel 60 (for column chromatography), 40% H_2SO_4-SiO_2 (w/w), KOH-SiO_2 และ Alumina B Super I (for Dioxin Analysis, MP Biomedical)

สารมาตรฐาน

สารละลายมาตรฐานใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐาน ได้แก่ สารละลายมาตรฐานกลุ่ม PCDDs/Fs (EPA-1613CVS, U.S. EPA Method 1613 Calibration and Verification Solution plus Supplemental Calibration Solution EPA-1613CSL, Wellington laboratories) สารละลายมาตรฐานกลุ่ม DL-PCBs (WP-CVS, WHO/EPA PCB Calibration Solutions for HRGC/HRMS, Wellington laboratories) และสารละลายมาตรฐานกลุ่ม NDL-PCBs (P48-M-CVS BS EN 1948-4: 2010, HRGC/HRMS Calibration Solutions for the Marker PCBs, Wellington laboratories)

สารละลายมาตรฐานไอโซโทปใช้เติมก่อนขั้นตอนการสกัด (clean-up standards) ได้แก่ สารละลายมาตรฐานไอโซโทปกลุ่ม $^{13}C_{12}$-PCDDs/Fs (EPA-1613LCS, Labeled Compound Stock Solution, Wellington laboratories) สารละลายมาตรฐานไอโซโทปกลุ่ม $^{13}C_{12}$-DL-PCBs (WP-LCS, “Dioxin-Like” PCBs $^{13}C_{12}$-Surrogate Spiking Solution, Wellington laboratories) และสารละลายมาตรฐานไอโซโทปกลุ่ม $^{13}C_{12}$-NDL-PCBs (P48-M-ES, BS EN 1948-4: 2010, Mass-labeled Marker PCB Extraction Standard, Wellington laboratories)

สารละลายมาตรฐานไอโซโทปใช้เป็น internal standards ซึ่งเติมก่อนการฉีดตัวอย่างเข้าเครื่อง HRGC/HRMS ได้แก่ สารละลายมาตรฐาน $^{13}C_{12}$-PCDDs/Fs (EPA-1613ISS, Internal Standard Spiking Solution, Wellington laboratories) ซึ่งในสารละลายมาตรฐานนี้ประกอบด้วย $^{13}C_{12}$-1,2,3,4-TCDD และ $^{13}C_{12}$-1,2,3,7,8,9-HxCDD และสารละลายมาตรฐานกลุ่ม $^{13}C_{12}$-PCBs (WP-ISS, $^{13}C_{12}$-PCB Internal Standard Solution WHO/EPA PCBs, Stock Syringe Standard, Wellington laboratories)

สารละลายมาตรฐานกลุ่ม native PCDDs/Fs (EPA-1613PAR, US EPA Method 1613B Native PCDD/PCDF Solution/Mixture, Wellington laboratories) สารละลายมาตรฐานกลุ่ม native DL-PCBs (WP-STK, Native PCB Solution WHO/EPA PCBs, Stock Standard, Wellington laboratories) และสารละลายมาตรฐานกลุ่ม native NDL-PCBs (Cambridge Isotope Laboratories, Inc.)

เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่อง High Resolution Gas Chromatograph/High Resolution Mass Spectrometer (HRGC/HRMS, Agilent, GC7890A/Waters, AutoSpec Premier), GC capillary column (BPX-DXN 60 m x ID 0.25 mm, SGE และ HT8 60 m x ID 0.25 mm, SGE), เครื่องระเหยสุญญากาศ (Vacuum rotary evaporator, Buchi, R-215), เครื่องเขย่าแบบหมุนส่าย (Shaker orbital, IKA, KS 501 digital), เครื่องระเหยแบบหลายหลอดแก้ว (Multiple tube evaporator, Zymark, Turbo Vap LV), เครื่องชั่ง 2 และ 4 ตำแหน่ง (Mettler Toledo) ไมโครปิเปต ใยแก้ว GC vials ความจุ 1.2 มิลลิลิตร glass insert with spring ความจุ 300 ไมโครลิตร

เครื่องแก้ว ได้แก่ ขวดแก้วก้นกลมความจุ 500 มิลลิลิตร ขวดแก้วรูปชมพู่ความจุ 1,000 มิลลิลิตร กรวยแยกความจุ 1 ลิตร คอลัมน์แก้วเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 5 มิลลิเมตร ยาว 23 เซนติเมตร หลอดแก้วก้นแคบความจุ 30 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

วิธีวิเคราะห์สารกลุ่มไดออกซินและพีซีบีในตัวอย่างน้ำได้ปรับจากวิธีอ้างอิง U.S. EPA 1613B [6] ซึ่งเป็นวิธีวิเคราะห์สารกลุ่มไดออกซิน และ U.S. EPA 1668C [7] ซึ่งเป็นวิธีวิเคราะห์สารกลุ่มพีซีบีในน้ำที่มีอนุภาคของแข็งไม่เกินร้อยละ 1 โดยประกอบด้วยขั้นตอนการสกัด (extraction) การทำให้บริสุทธิ์ (clean-up) การแยกสาร (fractionation) การแยกและวัดปริมาณด้วยเครื่อง HRGC/HRMS และการคำนวณผล

การสกัด ชั่งตัวอย่างน้ำ 0.75 กิโลกรัม ใส่ในกรวยแยกขนาด 1 ลิตร จำนวน 2 ชุด เติมสารละลายมาตรฐานไอโซโทปเจือจางของกลุ่ม $^{13}C_{12}$-PCDDs/DFs ปริมาณ 50 พิโคกรัม (ยกเว้น $^{13}C_{12}$-OCDD ปริมาณ 100 พิโคกรัม) กลุ่ม $^{13}C_{12}$-DL-PCBs ปริมาณ 100 พิโคกรัม และกลุ่ม $^{13}C_{12}$-NDL-PCBs ปริมาณ 1,000 พิโคกรัม เขย่านาน 2 นาที ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1-2 ชั่วโมง พร้อมทั้งเขย่าด้วยมือเป็นครั้งคราว เติม hexane ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่าด้วยความเร็วรอบ 100 rpm เป็นเวลา 5 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น เปิดเอาชั้นน้ำ (ชั้นล่าง) เก็บไว้ในบีกเกอร์และเก็บชั้น hexane (ชั้นบน) ในขวดแก้วก้นกลมความจุ 500 มิลลิลิตร ต่อมานำชั้นน้ำไปสกัดซ้ำอีก 2 ครั้งด้วย hexane ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ชั้น hexane ที่รวมกันไว้ กรองผ่าน Na_2SO_4, anhydrous เพื่อกำจัดน้ำ แล้วนำไประเหยด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศให้เหลือปริมาตร 1-2 มิลลิลิตร

การทำให้บริสุทธิ์ ด้วย multi-layer silica column โดยบรรจุ silica 0.3 กรัม KOH-SiO_2 0.3 กรัม silica 0.1 กรัม 40% H_2SO_4-SiO_2 (w/w) 0.6 กรัม silica 0.1 กรัม และ Na_2SO_4, anhydrous 0.3 กรัม ตามลำดับ ในคอลัมน์แก้วเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 5 มิลลิเมตร ผ่านสารละลาย hexane ปริมาตร 5 มิลลิลิตร เมื่อระดับ hexane อยู่ที่ชั้น Na_2SO_4, anhydrous ใส่สารสกัดที่ได้จากขั้นตอนที่ผ่านมาชะด้วย hexane ปริมาตร 10 มิลลิลิตร รองรับสารสกัดด้วยขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร ปล่อยให้ hexane ไหลจนหยดสุดท้ายแล้วนำไประเหยให้เหลือปริมาตร 0.5-1.0 มิลลิลิตร

การแยกสารกลุ่ม PCDDs/Fs, DL-PCBs และ NDL-PCBs ด้วย alumina B column โดยบรรจุ silica 0.3 กรัม, Alumina B Super I 1.8 กรัม, silica 0.2 กรัม และ Na_2SO_4, anhydrous 0.3 กรัมตามลำดับในคอลัมน์แก้วเส้นผ่านศูนย์กลางภายในขนาด 5 มิลลิเมตร ผ่านสารละลาย hexane ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ใส่สารสกัดที่ได้จากขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ ชะด้วย hexane ปริมาตร 5 มิลลิลิตร รองรับสารด้วยหลอดแก้วก้นแคบความจุ 50 มิลลิลิตร (fraction 1) ชะต่อด้วย hexane/dichloromethane (49:1) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร รองรับสารด้วยหลอดแก้วก้นแคบความจุ 50 มิลลิลิตร (fraction 2) และสุดท้ายชะด้วย hexane/dichloromethane (1:1) ปริมาตร 25 มิลลิลิตร รองรับสารด้วยหลอดแก้วก้นแคบความจุ 50 มิลลิลิตร (fraction 3) ระเหยตัวทำละลายทั้งสามหลอดแก้วด้วยเครื่องระเหยแบบหลายหลอดแก้วให้เหลือปริมาตร 100 ไมโครลิตร และไปเปตใส่ใน glass insert ความจุ 300 ไมโครลิตร ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้ตัวทำละลายระเหยไปจนหมด เติม nonane, internal standards สำหรับ $^{13}C_{12}$-DL-PCBs และ $^{13}C_{12}$-PCDDs/PCDFs ปริมาตร 20, 20 และ 20 ไมโครลิตร ลงใน glass insert ของ fraction 1, 2 และ 3 ตามลำดับ เขย่าด้วยเครื่องเขย่า 30 วินาที จากนั้นไปเปตสารสกัดตัวอย่าง fraction ละ 5 ไมโครลิตรผสมกันใส่ glass insert (fraction 1+2+3) แล้วเขย่าด้วยเครื่องเขย่า 30 วินาที

การแยกและวัดสารกลุ่ม PCDDs/Fs, DL-PCBs และ NDL-PCBs ด้วยเครื่อง HRGC/HRMS ก่อนการฉีดตัวอย่างเข้าเครื่องต้องปรับแต่งพารามิเตอร์ต่าง ๆ (instrument tuning) ในส่วน HRMS และสอบเทียบเครื่อง (instrument calibration) ด้วยมวลไอออนที่เกิดจากการแตกตัวของสาร perfluorokerosene (PFK) ให้มีค่า resolution ที่ 10% ซึ่งเหมาะกับการวิเคราะห์สารในแต่ละกลุ่ม กล่าวคือค่าการแยกของการวิเคราะห์สารกลุ่ม PCDDs/Fs ต้องไม่น้อยกว่า 10,000 [6] และค่าการแยกของการวิเคราะห์สารกลุ่ม DL-PCBs และ NDL-PCBs ต้องไม่น้อยกว่า 8,000 [7] ตลอดระยะเวลาในการฉีดตัวอย่าง โดยตรวจวัดชนิดและปริมาณสารกลุ่ม PCDDs/Fs จำนวน 17 คอนจีเนอร์ใน fraction 3, กลุ่ม DL-PCBs จำนวน 12 คอนจีเนอร์ และ NDL-PCBs จำนวน 6 คอนจีเนอร์ใน fraction 1+2+3 ตามสภาวะเครื่องที่กำหนด

การคำนวณ

สร้างกราฟมาตรฐานโดยใช้เทคนิค Isotope Dilution และ Internal Standard ตามวิธีอ้างอิง U.S. EPA 1613B [6] และ U.S. EPA 1668C [7] และคำนวณความเข้มข้นในสารสกัด โดยใช้โปรแกรม Masslynx™ v 4.1 ต่อด้วยการคำนวณหาปริมาณและค่าสมมูลความเป็นพิษของสารแต่ละคอนจีเนอร์ในน้ำโดยใช้โปรแกรม Microsoft Excel 2007 ซึ่งใช้หลักการขององค์การอนามัยโลกในการคำนวณหาค่าสมมูลความเป็นพิษ (toxic equivalent quotient, TEQ) ของสารแต่ละกลุ่ม มีค่าเท่ากับผลรวมของความเข้มข้นของสารแต่ละคอนจีเนอร์คูณด้วยค่าคงที่สมมูลความเป็นพิษของสารแต่ละคอนจีเนอร์ (toxic equivalency factor, TEF) [8] (เนื่องจากระดับความเป็นพิษของแต่ละคอนจีเนอร์มีค่าแตกต่างกัน)

การทดสอบความใช้ได้วิธีวิเคราะห์ (Method validation)

การทดสอบช่วงของการวิเคราะห์และความเป็นเส้นตรง (Working range and linearity)

เตรียมสารละลายมาตรฐานกลุ่ม PCDDs/Fs, DL-PCBs และ NDL-PCBs ให้มีความเข้มข้น 6 ระดับวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HRGC/HRMS ระดับละ 3 ซ้ำ สร้างกราฟมาตรฐานและทดสอบความเป็นเส้นตรง คำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) ของ response factor (RF) ระหว่าง native isotope และ labeled isotope โดยใช้โปรแกรม Masslynx™ v 4.1 คำนวณค่า % RSD

การทดสอบความจำเพาะเจาะจง (Specificity/Selectivity)

ทำการศึกษา Method blank ด้วยสกัดตามวิธีวิเคราะห์ที่ปรับใช้ โดยใช้สารเคมีทั้งหมด แต่ไม่มีตัวอย่าง

ทำการศึกษา matrix blank ด้วยสกัดตัวอย่างตามวิธีที่ปรับใช้ จำนวน 6 ซ้ำโดยใช้น้ำ deionised pure water (18.2 MΩ.cm) เพื่อตรวจสอบสารรบกวนที่อาจมาจากสารเคมี หรืออุปกรณ์ที่ใช้ หรือจากตัวอย่างที่อาจมีผลกระทบต่อการวิเคราะห์ ทั้งนี้เพื่อป้องกันความผิดพลาดในการจำแนกชนิด หรือคำนวณปริมาณสาร

การทดสอบค่าต่ำสุดที่ตรวจพบ (Limit of detection, LOD)

ทดสอบโดยการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ deionised pure water (18.2 MΩ.cm) จำนวน 6 ซ้ำ แล้วใช้โปรแกรม Masslynx™ v 4.1 (TargetLynx, Waters) คำนวณแบบอัตโนมัติค่า LOD (มีหน่วยเป็นพิโคกรัม) จากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสัญญาณจากการวัด matrix blank คำนวณหา LOD ด้วยการหารด้วยปริมาตรน้ำที่ใช้ทดสอบ (มีหน่วยเป็นลิตร)

การทดสอบค่าต่ำสุดที่วิเคราะห์ปริมาณได้ (Limit of quantitation, LOQ)

ทดสอบโดยการเติมสารมาตรฐานลงในตัวอย่าง matrix blank วิเคราะห์ 6 ซ้ำ ที่ระดับ LOQ คำนวณปริมาณที่วัดได้เทียบกับสารมาตรฐาน แล้วคำนวณร้อยละการกลับคืน (% recovery) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD)

การทดสอบความแม่น (Accuracy) และความเที่ยง (Precision)

U.S. EPA ได้กำหนดค่าความเข้มข้นสูงสุดที่อนุญาตให้ปนเปื้อนได้ (maximum limit, ML) ของสาร 2,3,7,8–TCDD ในน้ำดื่มเท่ากับ 30 พิโคกรัมต่อลิตร [9] ซึ่งเป็นการกำหนดสารเพียงชนิดเดียวเท่านั้น ดังนั้นการคำนวณปริมาณในการเติมสารมาตรฐาน ได้ใช้ปริมาณสาร 2,3,7,8–TCDD เป็นหลักในการคำนวณสำหรับสารกลุ่มไดออกซิน นอกจากนี้ได้ทดสอบความใช้ได้ของการวิเคราะห์สาร 2,3,7,8–TCDD และสารชนิดอื่นที่ปรากฏในข้อกำหนดของสหภาพยุโรปในอาหารด้วย โดยการเติมสารมาตรฐาน 2,3,7,8–TCDD ในตัวอย่าง matrix blank ที่ระดับ LOQ, 1 เท่าของ ML และ 1.5 เท่าของ ML และเติมสารมาตรฐานชนิดอื่นในกลุ่ม PCDDs/Fs ดังแสดงในตารางที่ 2 และเติมสารมาตรฐานในกลุ่ม DL–PCBs และ NDL–PCBs ที่ระดับ LOQ, 40 เท่าของ LOQ และ 60 เท่าของ LOQ และนำไปวิเคราะห์ระดับละ 6 ซ้ำ แล้วคำนวณ % recovery และ % RSD

ตัวอย่างน้ำและการออกแบบการทดลอง

ตัวอย่างน้ำดื่มบรรจุขวดพลาสติกหลากหลายชนิด และมีตราสินค้าที่เก็บจากตลาดสดและซูเปอร์มาร์เกตในจังหวัดนนทบุรี ช่วงเดือนมีนาคม พ.ศ. 2557 ประกอบด้วย ขวดชนิดพอลิเอทิลีน (polyethylene, PE) ขนาดบรรจุ 0.8 ลิตรจำนวน 5 ตัวอย่าง พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (polyethylene terephthalate, PET) ขนาดบรรจุ 0.6 ลิตร จำนวน 2 ตัวอย่าง ขนาดบรรจุ 1.5 ลิตร จำนวน 1 ตัวอย่าง และขนาดบรรจุ 20 ลิตร จำนวน 2 ตัวอย่าง โพลิโพรพิลีน (polypropylene, PP) ขนาดบรรจุ 20 ลิตร จำนวน 5 ตัวอย่าง พอลิคาร์บอเนต (polycarbonate, PC) ขนาดบรรจุ 20 ลิตร จำนวน 2 ตัวอย่าง และพอลิไวนิลคลอไรด์ (polyvinyl chloride, PVC) ขนาดบรรจุ 1.5 ลิตร จำนวน 1 ตัวอย่าง (เป็นขวด PVC ที่นำมาล้างให้สะอาดและใส่น้ำที่เป็น matrix blank ปริมาณ 1.5 ลิตร) จำนวนรวมทั้งหมด 18 ตัวอย่าง โดยจำลอง 3 เหตุการณ์ ได้แก่ กลุ่มที่ 1 กลุ่มควบคุมคือตัวอย่างน้ำวางไว้ภายในห้องปฏิบัติการที่อุณหภูมิห้อง (25–30 องศาเซลเซียส) กลุ่มที่ 2 ใส่ไว้ในรถที่จอดตากแดด 1 วัน และกลุ่มที่ 3 ใส่ไว้ในรถที่จอดตากแดด 7 วัน และนำน้ำกลุ่มต่าง ๆ มาวิเคราะห์สารกลุ่ม PCDDs/Fs และกลุ่ม DL–PCBs และได้ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างกลุ่มที่ 3 ทุกตัวอย่างและตรวจวิเคราะห์กลุ่มที่ 1 และ 2 จำนวน 2 ตัวอย่างของแต่ละชนิดขวดพลาสติก ถ้าพบสารกลุ่ม PCDDs/Fs และ DL–PCBs ในตัวอย่างกลุ่มที่ 3 ทำการตรวจตัวอย่างของกลุ่มที่ 1 และ 2 ทุกตัวอย่าง

การควบคุมคุณภาพ

ทุกครั้งของการทดสอบทำการวิเคราะห์ method blank วิเคราะห์ตัวอย่างซ้ำ (duplicate) โดยเกณฑ์การยอมรับของความแตกต่าง (Relative Percent Difference, RPD) ต้องไม่เกินร้อยละ 30 (ใช้ในกรณีที่ตรวจพบมากกว่าค่า LOQ) และวิเคราะห์ spiked sample โดยเติมสารกลุ่ม native PCDD/PCDFs และสารกลุ่ม native DL/NDL-PCBs เพื่อดูประสิทธิภาพของการวิเคราะห์ โดยเกณฑ์การยอมรับของ % Recovery อยู่ที่ 50-120%

ผล

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method validation)

จากการทดสอบช่วงและความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ (working range and linearity) ของสารแต่ละตัวในกลุ่ม PCDDs/Fs จำนวน 17 คอนจีเนอร์ DL-PCBs จำนวน 12 คอนจีเนอร์ และ NDL-PCBs จำนวน 6 คอนจีเนอร์ โดยใช้เทคนิคไอโซโทปไดลูชัน (isotope dilution technique) และวัดปริมาณด้วยเครื่อง HRGC/HRMS ภายใต้สภาวะที่กำหนด พบว่าสามารถสร้างกราฟมาตรฐานของสารแต่ละตัวที่ความเข้มข้น 6 ระดับของสารกลุ่ม PCDDs/Fs อยู่ในช่วง 0.25-25.0 พิโคกรัมต่อไมโครลิตร (ยกเว้น 2,3,7,8-TCDD และ 2,3,7,8-TCDF อยู่ในช่วง 0.05-5.0 พิโคกรัมต่อไมโครลิตร และ OCDD/OCDF อยู่ในช่วง 0.50-50.0 พิโคกรัมต่อไมโครลิตร) สารกลุ่ม DL-PCBs อยู่ในช่วง 0.25-20.0 พิโคกรัมต่อไมโครลิตร และสารกลุ่ม NDL-PCBs อยู่ในช่วง 0.25-125 พิโคกรัมต่อไมโครลิตร โดยมีค่าเฉลี่ยร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) ของ response factor (RF) ของจากการวัด 3 ซ้ำของสารกลุ่ม PCDDs/Fs อยู่ในช่วง 3.4-12.2% สารกลุ่ม DL-PCBs อยู่ในช่วง 5.4-11.2% และสารกลุ่ม NDL-PCBs อยู่ในช่วง 8.0-9.9% (ตารางที่ 1) การศึกษาความเจาะจงของวิธีเชิงคุณภาพ ด้วยการวิเคราะห์ method blank และ matrix blank ด้วยวิธีที่ปรับใช้ พบว่าตรวจไม่พบสารรบกวนบริเวณพีคที่อาจเกิดจากสารเคมีหรืออุปกรณ์ที่ใช้หรือตัวอย่าง เพื่อป้องกันความผิดพลาดในการจำแนกชนิดหรือคำนวณปริมาณสาร

ผลการทดสอบขีดจำกัดของการตรวจพบ (LOD) ของสารกลุ่ม PCDDs/Fs มีค่าเท่ากับ 0.6 พิโคกรัมต่อลิตร (ยกเว้น 2,3,7,8-TCDD และ 2,3,7,8-TCDF มีค่าเท่ากับ 0.3 พิโคกรัมต่อลิตร; OCDD และ OCDF มีค่าเท่ากับ 1 พิโคกรัมต่อลิตร) สารกลุ่ม DL-PCBs มีค่าเท่ากับ 2.5 พิโคกรัมต่อลิตร และสารกลุ่ม NDL-PCBs มีค่าเท่ากับ 0.006 นาโนกรัมต่อลิตร

ผลการทดสอบขีดจำกัดของการวัดปริมาณ (LOQ) โดยวิเคราะห์น้ำ deionised pure water (18.2 MΩ.cm) ที่เติมสารมาตรฐานกลุ่ม native PCDDs/Fs, native DL-PCBs และ native NDL-PCBs มีค่าเท่ากับ 8.1 พิโคกรัมต่อลิตร (ยกเว้น 2,3,7,8-TCDD และ 2,3,7,8-TCDF มีค่าเท่ากับ 1.6 พิโคกรัมต่อลิตร; OCDD และ OCDF มีค่าเท่ากับ 16.1 พิโคกรัมต่อลิตร) (ตารางที่ 2) 27.3 พิโคกรัมต่อลิตร (ตารางที่ 3) และ 0.162 นาโนกรัมต่อลิตร (ตารางที่ 4) ตามลำดับ และทำการวิเคราะห์จำนวน 6 ซ้ำ ความแม่นจาก % recovery เฉลี่ยที่ระดับ LOQ ของสารกลุ่ม PCDDs/Fs อยู่ในช่วง 91.7-118.9% สารกลุ่ม DL-PCBs อยู่ในช่วง 87.4-100.1% และสารกลุ่ม NDL-PCBs อยู่ในช่วง 99.3-109.7% และความเที่ยงจาก % RSD เฉลี่ยของสารกลุ่ม PCDDs/Fs อยู่ในช่วง 4.1-13.6% สารกลุ่ม DL-PCBs อยู่ในช่วง 3.5-8.3% และสารกลุ่ม NDL-PCBs อยู่ในช่วง 2.1-17.2% (ตารางที่ 2, 3 และ 4 ตามลำดับ)

ตารางที่ 1 ผลการทดสอบช่วงการวิเคราะห์และความเป็นเส้นตรงของสารกลุ่ม PCDDs/Fs, DL-PCBs และ NDL-PCBs

ชื่อสาร	ช่วงความเข้มข้นของสารมาตรฐานและความเป็นเส้นตรง				
	ช่วงความเข้มข้น (pg/μL)	RF, % RSD	ชื่อสาร	ช่วงความเข้มข้น (pg/μL)	RF, % RSD
สารกลุ่ม PCDDs/Fs			**สารกลุ่ม DL-PCBs**		
2,3,7,8-TCDD	0.05 - 5.0	6.7	PCB 77	0.25 – 20.0	6.4
1,2,3,7,8-PeCDD	0.25 – 25.0	5.5	PCB 81	0.25 – 20.0	7.8
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.25 – 25.0	5.3	PCB 126	0.25 – 20.0	5.4
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.25 – 25.0	5.3	PCB 169	0.25 – 20.0	7.5
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.25 – 25.0	4.4	PCB 105	0.25 – 20.0	6.4
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.25 – 25.0	7.8	PCB 114	0.25 – 20.0	5.9
OCDD	0.50 – 50.0	8.5	PCB 118	0.25 – 20.0	7.1
2,3,7,8-TCDF	0.05 - 5.0	6.6	PCB 123	0.25 – 20.0	5.5
1,2,3,7,8-PeCDF	0.25 – 25.0	5.8	PCB 156	0.25 – 20.0	7.3
2,3,4,7,8-PeCDF	0.25 – 25.0	5.4	PCB 157	0.25 – 20.0	11.2
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.25 – 25.0	6.7	PCB 167	0.25 – 20.0	7.1
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.25 – 25.0	5.9	PCB 189	0.25 – 20.0	6.3
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.25 – 25.0	5.4	สารกลุ่ม NDL-PCBs		
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.25 – 25.0	3.4	PCB 28	0.25 – 125	9.7
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.25 – 25.0	8.3	PCB 52	0.25 – 125	8.5
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.25 – 25.0	7.3	PCB 101	0.25 – 125	8.0
OCDF	0.50 – 50.0	12.2	PCB 138	0.25 – 125	8.0
			PCB 153	0.25 – 125	9.9
			PCB 180	0.25 – 125	8.7

ตารางที่ 2 ผลการทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์น้ำเมื่อเติมสารมาตรฐานกลุ่ม native PCDDs/Fs จำนวน 17 ชนิด

ชื่อสาร	Spiked level (pg/L)	n = 6 % Recovery mean ± SD	% RSD	ชื่อสาร	Spiked level (pg/L)	n = 6 % Recovery mean ± SD	% RSD
2,3,7,8-TCDD	1.6	91.7 ± 3.7	4.1	2,3,4,7,8-PeCDF	8.1	110.0 ± 6.8	6.2
	30.4	104.0 ± 5.7	5.4		152.1	112.9 ± 1.8	1.6
	45.4	104.5 ± 3.3	3.2		227.1	109.8 ± 3.7	3.4
1,2,3,7,8-PeCDD	8.1	92.2 ± 5.5	6.0	1,2,3,4,7,8-HxCDF	8.1	118.9 ± 8.1	6.8
	152.1	103.7 ± 4.1	4.0		152.1	105.9 ± 2.9	2.7
	227.1	107.8 ± 5.3	4.9		227.1	108.0 ± 4.6	4.3
1,2,3,4,7,8-HxCDD	8.1	101.8 ± 6.9	6.8	1,2,3,6,7,8-HxCDF	8.1	111.0 ± 6.9	6.3
	152.1	99.9 ± 4.4	4.4		152.1	103.7 ± 3.4	3.3
	227.1	108.9 ± 6.3	5.8		227.1	110.0 ± 2.4	2.2
1,2,3,6,7,8-HxCDD	8.1	101.5 ± 7.2	7.1	1,2,3,7,8,9-HxCDF	8.1	109.0 ± 6.4	5.9
	152.1	104.8 ± 4.5	4.3		152.1	103.6 ± 2.6	2.5
	227.1	107.5 ± 6.2	5.8		227.1	108.9 ± 6.8	6.3
1,2,3,7,8,9-HxCDD	8.1	116.9 ± 8.8	7.5	2,3,4,6,7,8-HxCDF	8.1	113.5 ± 7.5	6.6
	152.1	100.1 ± 4.9	4.3		152.1	105.4 ± 6.4	6.1
	227.1	106.9 ± 3.7	3.4		227.1	106.0 ± 5.9	5.6
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	8.1	96.3 ± 5.1	5.3	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	8.1	117.1 ± 9.5	8.1
	152.1	98.4 ± 7.4	7.5		152.1	105.6 ± 6.0	5.6
	227.1	102.7 ± 5.7	5.5		227.1	104.8 ± 7.1	6.7
OCDD	16.1	103.6 ± 13.7	13.2	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	8.1	94.3 ± 12.8	13.6
	304.2	95.2 ± 6.3	6.6		152.1	101.8 ± 5.8	5.7
	454.2	105.0 ± 4.8	4.6		227.1	103.8 ± 6.5	6.3
2,3,7,8-TCDF	1.6	109.0 ± 10.0	9.2	OCDF	16.1	102.1 ± 7.6	7.5
	30.4	106.4 ± 4.6	4.3		304.2	99.0 ± 4.2	4.3
	45.4	105.5 ± 5.2	5.0		454.2	100.6 ± 3.9	3.9
1,2,3,7,8-PeCDF	8.1	108.5 ± 5.3	4.9				
	152.1	110.5 ± 4.5	4.1				
	227.1	108.1 ± 3.7	3.4				
ผลรวมไดออกซิน (WHO – PCDDs/Fs, pg TEQ/L) ที่ระดับ LOQ					18.5	100.6 ± 4.4	4.4

หมายเหตุ ผลรวมค่าสมมูลความเป็นพิษของสารกลุ่ม PCDDs/Fs (WHO – PCDDs/Fs, pg TEQ/L) ของ lower bound, medium bound และ upper bound มีค่าเท่ากัน

ตารางที่ 3 ผลการทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์น้ำเมื่อเติมสารมาตรฐานกลุ่ม native DL-PCBs จำนวน 12 ชนิด ที่ระดับ LOQ, 40 เท่าของ LOQ และ 60 เท่าของ LOQ

ชื่อสาร	Spiked level (pg/L)	n = 6		ชื่อสาร	Spiked level (pg/L)	n = 6	
		% Recovery mean ± SD	% RSD			% Recovery mean ± SD	% RSD
PCB 77	27.3	93.7 ± 6.6	7.0	PCB 118	27.3	87.4 ± 6.3	7.3
	1067.9	94.6 ± 4.3	4.5		1067.9	85.5 ± 6.0	7.0
	1619.9	87.9 ± 5.2	6.0		1619.9	85.6 ± 8.4	9.8
PCB 81	27.3	92.6 ± 3.2	3.5	PCB 123	27.3	100.1 ± 4.2	4.2
	1067.9	96.3 ± 2.8	2.9		1067.9	99.3 ± 2.2	2.2
	1619.9	91.5 ± 14.4	15.7		1619.9	97.5 ± 5.6	5.7
PCB 126	27.3	89.9 ± 7.5	8.3	PCB 156	27.3	91.2 ± 4.7	5.1
	1067.9	101.5 ± 8.6	8.5		1067.9	96.3 ± 5.1	5.3
	1619.9	89.8 ± 5.8	6.4		1619.9	92.5 ± 8.3	8.9
PCB 169	27.3	95.3 ± 5.7	5.9	PCB 157	27.3	88.5 ± 6.7	7.6
	1067.9	97.9 ± 6.7	6.9		1067.9	91.1 ± 5.2	5.7
	1619.9	91.8 ± 6.9	7.5		1619.9	90.1 ± 5.3	5.9
PCB 105	27.3	98.9 ± 6.0	6.0	PCB 167	27.3	94.3 ± 5.9	6.2
	1067.9	100.8 ± 2.8	2.8		1067.9	89.8 ± 3.5	3.9
	1619.9	99.5 ± 11.5	11.5		1619.9	93.8 ± 6.6	7.0
PCB 114	27.3	96.4 ± 5.1	5.3	PCB 189	27.3	93.8 ± 5.1	5.4
	1067.9	100.1 ± 3.6	3.6		1067.9	93.3 ± 4.3	4.6
	1619.9	92.8 ± 10.6	11.5		1619.9	87.4 ± 6.1	6.9
ผลรวมพีซีบีคล้ายไดออกซิน (WHO – DL-PCBs, pg TEQ/L) ระดับ spiked LOQ					3.6	91.1 ± 6.5	7.1
ผลรวมพีซีบีคล้ายไดออกซิน (WHO – DL-PCBs, pg TEQ/L) ระดับ spiked 40×LOQ					139.5	100.6 ± 7.1	7.1
ผลรวมพีซีบีคล้ายไดออกซิน (WHO – DL-PCBs, pg TEQ/L) ระดับ spiked 60×LOQ					211.6	90.3 ± 5.6	6.2

หมายเหตุ ผลรวมค่าสมมูลความเป็นพิษของสารกลุ่ม DL-PCBs (WHO – DL-PCBs, pg TEQ/L) ของ lower bound, medium bound และ upper bound มีค่าเท่ากัน

ตารางที่ 4 ผลการทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์น้ำเมื่อเติมสารมาตรฐานกลุ่ม native NDL-PCBs จำนวน 6 ชนิดที่ระดับ LOQ, 40 เท่าของ LOQ และ 60 เท่าของ LOQ

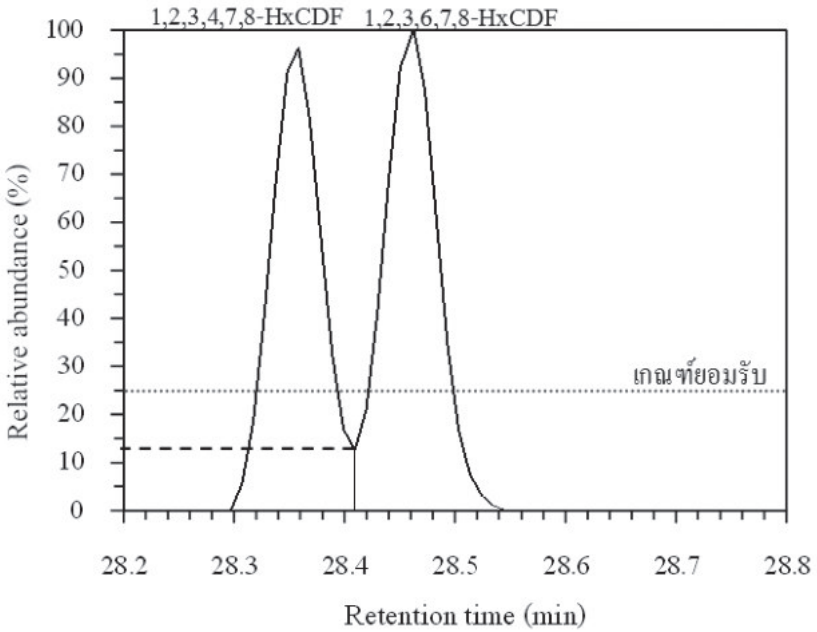
ชื่อสาร	Spiked level (pg/L)	n = 6		ชื่อสาร	Spiked level (pg/L)	n = 6	
		% Recovery mean ± SD	% RSD			% Recovery mean ± SD	% RSD
PCB 28	0.162	103.0 ± 6.6	6.4	PCB 138	0.162	103.4 ± 17.7	17.2
	6.758	107.1 ± 3.8	3.6		6.758	95.7 ± 29.1	30.5
	10.126	110.6 ± 2.7	2.4		10.126	100.5 ± 17.3	17.2
PCB 52	0.162	102.6 ± 3.2	3.2	PCB 153	0.162	109.7 ± 4.3	3.9
	6.758	103.4 ± 4.0	3.9		6.758	119.5 ± 6.3	5.3
	10.126	99.8 ± 2.7	2.7		10.126	114.4 ± 3.5	3.1
PCB 101	0.162	99.3 ± 2.0	2.1	PCB 180	0.162	101.2 ± 2.3	2.3
	6.758	101.9 ± 4.1	4.0		6.758	109.9 ± 3.8	3.5
	10.126	102.3 ± 3.2	3.1		10.126	116.4 ± 3.4	2.9
ผลรวมพีซีบีไม่คล้ายไดออกซิน (NDL-PCBs, ng /L) ระดับ spiked LOQ					0.97	100.5 ± 6.8	6.7
ผลรวมพีซีบีไม่คล้ายไดออกซิน (NDL-PCBs, ng /L) ระดับ spiked 40×LOQ					40.55	97.3 ± 9.9	10.1
ผลรวมพีซีบีไม่คล้ายไดออกซิน (NDL-PCBs, ng /L) ระดับ spiked 60×LOQ					60.76	101.3 ± 9.6	9.5

หมายเหตุ ผลรวมพีซีบีไม่คล้ายไดออกซิน (NDL-PCBs, ng/L) ของ lower bound, medium bound และ upper bound มีค่าเท่ากัน

ผลการทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์สารกลุ่ม PCDDs/Fs ในตัวอย่างน้ำ deionised pure water ที่เติมสารมาตรฐาน 3 ระดับ วิเคราะห์ระดับละ 6 ซ้ำ ได้แก่ ที่ความเข้มข้นของสาร 2,3,7,8-TCDD และสาร 2,3,7,8-TCDF มีค่าเท่ากับ 1.6, 30.4 และ 45.4 พิโคกรัมต่อลิตร ระดับความเข้มข้นของสาร OCDD และ OCDF มีค่าเท่ากับ 16.1, 304.2 และ 454.2 พิโคกรัมต่อลิตร ระดับความเข้มข้นของสารกลุ่ม PCDDs/Fs ที่เหลือมีค่าเท่ากับ 8.1, 152.1 และ 227.1 พิโคกรัมต่อลิตร ตามลำดับ พบว่าความแม่นที่ประเมินจาก % recovery เฉลี่ยทั้ง 3 ระดับของสาร 2,3,7,8-TCDD และสาร 2,3,7,8-TCDF อยู่ในช่วง 91.7-109.0% สาร OCDD และ OCDF อยู่ในช่วง 95.2-105.0% และสารกลุ่ม PCDDs/Fs ที่เหลืออยู่ในช่วง 92.2-118.9% ความเที่ยงที่ประเมินด้วย % RSD เฉลี่ยของสาร 2,3,7,8-TCDD และสาร 2,3,7,8-TCDF อยู่ในช่วง 3.2-9.2% สาร OCDD และ OCDF อยู่ในช่วง 3.9-13.2% และสารกลุ่ม PCDDs/Fs ที่เหลืออยู่ในช่วง 1.6-13.6% (ตารางที่ 2)

ผลการทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์สารกลุ่ม DL-PCBs และ NDL-PCBs ในตัวอย่างน้ำที่เติมสารมาตรฐาน (spiked samples) ที่ระดับ LOQ, 40×LOQ, 60×LOQ (แต่ละระดับวิเคราะห์ 6 ซ้ำ) ได้แก่ ที่ระดับความเข้มข้นของสารกลุ่ม DL-PCBs มีค่าเท่ากับ 27.3, 1067.9 และ 1619.9 พิโคกรัมต่อลิตร ตามลำดับ และสารกลุ่ม NDL-PCBs มีค่าเท่ากับ 0.162, 6.758 และ 10.126 นาโนกรัมต่อลิตรตามลำดับ พบว่าความแม่นที่ประเมินจาก % recovery เฉลี่ยทั้ง 3 ระดับของสารกลุ่ม DL-PCBs อยู่ในช่วง 85.5-101.5% (ตารางที่ 3) และสารกลุ่ม NDL-PCBs อยู่ในช่วง 95.7-119.5% (ตารางที่ 4) และความเที่ยงที่ประเมินด้วย % RSD เฉลี่ยของสารกลุ่ม DL-PCBs อยู่ในช่วง 2.2-15.7% (ตารางที่ 3) และสารกลุ่ม NDL-PCBs อยู่ในช่วง 2.1-30.5% (ตารางที่ 4)

เกณฑ์วิกฤตของการแยกสารกลุ่ม PCDDs/Fs ทำโดยพิจารณาจาก % relative abundance ของ valley ระหว่างพีคของ 1,2,3,4,7,8-HxCDF และ 1,2,3,6,7,8-HxCDF โดยนำความเข้มข้นที่ต่ำที่สุดของสารมาตรฐานในการสร้างกราฟมาตรฐานมาประเมิน พบว่า % relative abundance ของ valley ของระหว่างพีคของ 1,2,3,4,7,8-HxCDF และ 1,2,3,6,7,8-HxCDF มีค่าเท่ากับ 13% ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้[10] (ภาพที่ 2)



ภาพที่ 2 % Relative abundance ของ valley ระหว่างพีคของ 1,2,3,4,7,8-HxCDF และ 1,2,3,6,7,8-HxCDF

ผลการวิเคราะห์น้ำดื่มบรรจุขวดในสภาวะจำเพาะ

การวิเคราะห์ปริมาณสารกลุ่ม PCDDs/Fs และ DL-PCBs ในตัวอย่างน้ำดื่มเก็บจากตลาดสดและซูเปอร์มาร์เกตที่บรรจุในขวดพลาสติกกลุ่มที่ 1 กลุ่มควบคุม กลุ่มที่ 2 ใส่ไว้ในรถที่จอดตากแดด 1 วัน และกลุ่มที่ 3 ใส่ไว้ในรถที่จอดตากแดด 7 วัน ผลตรวจไม่พบปริมาณสารกลุ่ม PCDDs/Fs และ DL-PCBs ในทุกตัวอย่างของทุกชุดการศึกษา (ตารางที่ 5)

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ปริมาณสารกลุ่ม PCDDs/Fs และ DL-PCBs น้ำดื่มบรรจุขวดพลาสติกในสภาวะจำเพาะ

ชื่อตัวอย่าง	กลุ่มที่ 1		กลุ่มที่ 2		กลุ่มที่ 3	
	ปริมาณรวม PCDDs/Fs (pg/L)	ปริมาณรวม DL-PCBs (pg/L)	ปริมาณรวม PCDDs/Fs (pg/L)	ปริมาณรวม DL-PCBs (pg/L)	ปริมาณรวม PCDDs/Fs (pg/L)	ปริมาณรวม DL-PCBs (pg/L)
น้ำดื่มตรา 1 PE (0.8L)	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 2 PE (0.8L)	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 3 PE (0.8L)	-	-	-	-	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 4 PE (0.8L)	-	-	-	-	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 5 PE (0.8L)	-	-	-	-	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 6 PET (20L)	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 7 PET (20L)	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 8 PET (0.6L)	-	-	-	-	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 9 PET (0.6L)	-	-	-	-	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 10 PET (1.5L)	-	-	-	-	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 11 PP (20L)	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 12 PP (20L)	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 13 PP (20L)	-	-	-	-	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 14 PP (20L)	-	-	-	-	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 15 PP (20L)	-	-	-	-	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 16 PC (20L)	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 17 PC (20L)	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
น้ำดื่มตรา 18 PVC (1.5L)	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ

วิจารณ์

วิธีวิเคราะห์ที่ปรับใช้ (modified method) โดยอ้างอิงตามวิธีของ U.S. EPA Method 1613B [6] และ U.S. EPA Method 1668C [7] ด้วยเทคนิคไอโซโทปไดลูชัน (isotope dilution technique) วัดปริมาณด้วยเครื่อง HRGC/HRMS ภายใต้สภาวะที่กำหนด ซึ่งเป็นวิธีแบบ multiresidue method ในการวิเคราะห์สารกลุ่ม PCDDs/Fs จำนวน 17 คอนจีเนอร์ DL-PCBs จำนวน 12 คอนจีเนอร์ และ NDL-PCBs จำนวน 6 คอนจีเนอร์ ขั้นตอนที่ปรับจากวิธีของ U.S. EPA ได้แก่ ปริมาณตัวอย่างที่ใช้ ขั้นตอนการสกัด การทำให้บริสุทธิ์และการแยกสารแต่ละกลุ่ม (ตารางที่ 6) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้ 1) ปริมาณตัวอย่างที่ใช้เพิ่มจาก 1.0 ลิตร เป็น 1.5 ลิตร เพื่อเพิ่ม detection limit และให้เป็นตัวแทนของตัวอย่างที่ดียิ่งขึ้น 2) ขั้นตอนการสกัด วิธีอ้างอิงใช้ dichloromethane เป็นตัวทำละลายอินทรีย์ ซึ่งได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบประสิทธิภาพการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ระหว่าง dichloromethane และ hexane พบว่าร้อยละการคืนกลับของสารกลุ่มไดออกซินและพีซีบีที่สกัดด้วย dichloromethane ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ จึงได้เลือกใช้ hexane เป็นตัวทำละลายอินทรีย์ เมื่อพิจารณาด้านความเป็นพิษของสารดังกล่าว องค์การ International Agency for Research on Cancer (IARC) ได้ประเมินและจัดสาร dichloromethane

ให้อยู่ในกลุ่มที่อาจจะเป็นสารก่อมะเร็งในมนุษย์ (group 2B: possibly carcinogenic to humans) [11] ในขณะที่ hexane ไม่จัดเป็นสารก่อมะเร็ง นอกจากนี้ หน่วยงาน Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR) ได้รายงานค่าความปลอดภัย (minimal risk levels, MRLs) คือ ค่า MRL ของ dichloromethane โดยการสูดดมที่จะทำให้เกิดความเป็นพิษแบบเรื้อรังมีค่าเท่ากับ 0.3 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ในขณะที่ค่า MRL ของ hexane มีค่าเท่ากับ 0.6 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม [12] กล่าวคือความเป็นพิษของ dichloromethane มีความเสี่ยงที่จะก่อให้เกิดผลเสียต่อสุขภาพในระยะยาวมากกว่า hexane ถึง 2 เท่า อย่างไรก็ตามตัวทำละลายเหล่านี้ควรทำในตู้ดูดควัน (fume hood) เพื่อความปลอดภัยของผู้วิเคราะห์และลดความเสี่ยงการได้รับสัมผัสสาร 3) ขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ (ด้วยคอลัมน์โครมาโตกราฟีบรรจุ silica, KOH-SiO_2, silica, 40% H_2SO_4-SiO_2 (w/w), silica และ Na_2SO_4) โดยการลดขนาดคอลัมน์แก้วจากเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 15 มิลลิเมตร [6] เป็น 5 มิลลิเมตร จึงสามารถลดปริมาณการใช้สารเคมีและสารละลายอินทรีย์ได้มากกว่าร้อยละ 50 และ 4) ขั้นตอนการแยกสารทั้ง 3 กลุ่ม ได้เลือกใช้ aluminium oxide (Alumina B Super I) ซึ่งสามารถดูดซับสารรบกวนต่าง ๆ ได้ดี ทั้งยังมีราคาถูกกว่า florisil ทำให้ประหยัดค่าใช้จ่าย นอกจากนี้ ตามวิธี U.S. EPA Method 1613B มีขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์อีกครั้งหลังจากขั้นตอนการแยกสาร แต่ได้ตัดขั้นตอนนี้ออก จากการศึกษาวิธีวิเคราะห์ที่ปรับใช้สามารถลดปริมาณสารเคมีและสารละลาย ลดระยะเวลาในการวิเคราะห์มากกว่าร้อยละ 30 และเลือกใช้ตัวทำละลายที่มีความเป็นพิษน้อยกว่าเพื่อความปลอดภัยของผู้ทำการวิเคราะห์

ตารางที่ 6 การเปรียบเทียบวิธีมาตรฐานกับวิธีวิเคราะห์ที่ปรับใช้

ขั้นตอน	U.S. EPA methods 1613B/1668C [6,7]	Modified U.S. EPA methods 1613B/1668C
ปริมาณตัวอย่าง	1 ลิตร	1.5 ลิตร
การสกัด	สกัดด้วย dichloromethane	สกัดด้วย n-hexane
การทำให้บริสุทธิ์	Multi-layer silica gel column (เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 15 มิลลิเมตร)	Multi-layer silica gel column (เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 5 มิลลิเมตร)
การแยกกลุ่มสาร	ใช้ florisil, carbopak/celite หรือ alumina column	ใช้ alumina column
การทำให้บริสุทธิ์อีกครั้ง	Multi-layer silica gel column	ไม่ใช้
การวัดปริมาณ	HRGC/HRMS	HRGC/HRMS

เมื่อการเปรียบเทียบผลการทดสอบความถูกต้องของวิธีกับเกณฑ์ยอมรับในการประกันคุณภาพผลการวิเคราะห์ ตามวิธีอ้างอิงของ U.S. EPA 1613B [6] และ U.S. EPA 1668C [7] พบว่าผลทดสอบความเป็นเส้นตรงของการสร้างกราฟมาตรฐานของสารแต่ละชนิดที่ความเข้มข้น 6 ระดับ มีค่าเฉลี่ยของร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) ของ response factor (RF) จากการวัด 3 ซ้ำ อยู่ในช่วง 3.4-12.2% ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับคือน้อยกว่า 20% [6,7] โดยมีขีดจำกัดของการวัดปริมาณของสาร 2,3,7,8-TCDD มีค่าเท่ากับ 1.6 พิโคกรัมต่อลิตร คิดเป็นประมาณหนึ่งส่วนสิบแปดเท่าของค่าความปลอดภัย ซึ่งถือว่าอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้เมื่อเปรียบเทียบกับเกณฑ์ของ U.S. EPA 1613B [6] ที่กำหนด น้อยกว่าหนึ่งในสามเท่าของค่า ML หรือ Codex Committee on Methods and Sampling (CCMAS) ที่กำหนด น้อยกว่าหรือเท่ากับหนึ่งในห้าเท่าของค่า ML (เมื่อค่า ML < 0.1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าวิธีนี้มีค่า LOQ ที่ต่ำกว่าเกณฑ์ยอมรับมาก จึงเหมาะสำหรับการตรวจหาสารดังกล่าวในน้ำดื่ม

ผลการทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ของสารกลุ่ม PCDDs/Fs พบว่า ความแม่นที่ประเมินจาก % recovery เฉลี่ยอยู่ในช่วง 92.2-118.9% ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับคือ ระหว่าง 70-140% [6] และความเที่ยงที่ประเมินด้วย % RSD เฉลี่ยอยู่ในช่วง 1.6-13.6% ซึ่ง U.S. EPA 1613B ไม่ได้กำหนดเกณฑ์การยอมรับของแต่ละคอนจีเนอร์ไว้ อย่างไรก็ตามสหภาพยุโรปได้กำหนดเกณฑ์การยอมรับของผลรวมค่าสมมูลความเป็นพิษ (toxic equivalents, TEQ) ของสารกลุ่ม PCDDs/Fs ไว้ที่ % RSD < 15 [10] และค่า % RSD ของการเติมสารมาตรฐานทั้ง 3 ระดับอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ กล่าวคืออยู่ในช่วง 1.7-4.4% (ตารางที่ 2)

ผลการทดสอบความแม่นและความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ของสารกลุ่ม DL-PCBs และ NDL-PCBs พบว่า ความแม่นที่ประเมินจาก % recovery เฉลี่ยของสารกลุ่ม DL-PCBs อยู่ในช่วง 85.5-101.5% ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับคือ 60-135% [7] และสารกลุ่ม NDL-PCBs อยู่ในช่วง 95.7-119.5% ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับคือ 70-120% [10] และความเที่ยงที่ประเมินด้วย % RSD เฉลี่ยของสารกลุ่ม DL-PCBs อยู่ในช่วง 2.2-15.7% ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับคือ น้อยกว่า 25% [10] (ตารางที่ 3) และ % RSD ของผลรวมของ NDL-PCBs อยู่ในช่วง 6.7-10.1% ซึ่งอยู่ในเกณฑ์การยอมรับคือ น้อยกว่า 20% [10] (ตารางที่ 4) จากการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ในแต่ละขั้นตอน สรุปได้ว่า วิธีนี้สามารถวัดปริมาณสารกลุ่ม PCDDs/Fs จำนวน 17 คอนจีเนอร์ DL-PCBs จำนวน 12 คอนจีเนอร์ และ NDL-PCBs จำนวน 6 คอนจีเนอร์ ได้ดีและเหมาะสำหรับการตรวจหาสารทั้งสามกลุ่มในน้ำดื่ม

ผลการตรวจวิเคราะห์น้ำดื่มบรรจุขวดพลาสติกที่จำหน่ายในตลาดสดและซูเปอร์มาร์เกตในเดือนมีนาคม พ.ศ. 2557 จำนวนรวม 18 ตัวอย่าง ไม่พบสารกลุ่มไดออกซินและพีซีบีคล้ายไดออกซินในทุกตัวอย่าง แสดงให้เห็นว่าไม่มีการละลายของสารกลุ่มไดออกซินออกมาจากขวดบรรจุน้ำดื่มเมื่อเก็บไว้ในรถยนต์ตากแดด ทั้งนี้โดยปกติสารกลุ่มไดออกซินเกิดจากการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์ของสารเคมีจำพวกอะโรมาติกที่มีคลอไรด์เป็นองค์ประกอบ ซึ่งเป็นการเผาไหม้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 450 องศาเซลเซียส และลดลงอย่างมีนัยสำคัญเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 850 องศาเซลเซียส [2,3] ดังนั้นอุณหภูมิภายในรถยนต์ไม่สูงพอที่จะทำให้เกิดการก่อตัวของสารกลุ่มไดออกซิน อนึ่งถ้าพิจารณาถึงคุณภาพน้ำดื่ม สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา กระทรวงสาธารณสุขกำหนดให้น้ำบริโภคในภาชนะบรรจุที่ปิดสนิท เป็นอาหารควบคุมเฉพาะ ตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 61 (พ.ศ. 2524) และแก้ไขเพิ่มเติมฉบับที่ 284 (พ.ศ. 2547) ซึ่งผู้ผลิตต้องขออนุญาตผลิต ขอขึ้นทะเบียนตำรับอาหารและขออนุญาตใช้ฉลากให้ถูกต้อง โดยระบุกรรมวิธีการผลิตน้ำดื่มให้มีคุณภาพตามมาตรฐาน ในกรณีที่มีการปนเปื้อนของสารกลุ่มนี้ในแหล่งตามธรรมชาติที่นำมาใช้ในการผลิตน้ำดื่ม หนึ่งในขั้นตอนที่มีประสิทธิภาพในการกำจัดสารกลุ่มนี้ คือผ่านการกรองที่มีเกร็ดคาร์บอน (granular activated carbon) [13] ซึ่งเป็นขั้นตอนหลักของกระบวนการการผลิตน้ำดื่ม

นอกจากนี้ คุณภาพของขวดบรรจุน้ำดื่มมีการควบคุม ตั้งแต่สารเคมีที่ใช้ในการผลิตพลาสติก โดยประเทศต่าง ๆ มีการควบคุมทางกฎหมายซึ่งมีข้อกำหนดที่แตกต่างกันไป แต่มีจุดมุ่งหมายที่ใกล้เคียงกัน คือควบคุมการใช้สารเคมีในกระบวนการผลิต และทดสอบการละลายออกมาของสารเคมีจากภาชนะที่ขึ้นรูปเสร็จแล้ว ให้อยู่ในระดับที่ปลอดภัยต่อการนำไปใช้งาน ประเทศไทยมีประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 295 (พ.ศ. 2548) เรื่อง กำหนดคุณภาพหรือมาตรฐานของภาชนะบรรจุที่ทำจากพลาสติก (ประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 295 พ.ศ. 2548) ที่ใช้บรรจุอาหาร นอกจากนี้ยังมีมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (มอก.) 998-2553 ภาชนะพลาสติกสำหรับน้ำบริโภค ซึ่งทำให้มั่นใจได้ว่า เมื่อผู้บริโภคใช้ขวดพลาสติกอย่างถูกต้องเป็นไปตามคำแนะนำของผู้ผลิต จะมีความปลอดภัยต่อสุขภาพ

สรุป

วิธีวิเคราะห์สารกลุ่มไดออกซินและพีซีบีในน้ำดื่มได้มีการทดสอบขีดจำกัดของการวัดปริมาณ ความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ความแม่นและความเที่ยง พบว่าเหมาะสมสำหรับนำไปใช้วิเคราะห์หาปริมาณสารกลุ่ม PCDDs/Fs DL-PCBs และ NDL-PCBs ในน้ำดื่มได้อย่างถูกต้องแม่นยำ และเชื่อถือได้ และผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่า น้ำบรรจุขวดพลาสติกที่เก็บไว้ในรถยนต์ตากแดดไม่มีสารกลุ่มไดออกซินและพีซีบีคล้ายไดออกซินปนเปื้อนในน้ำดื่ม

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณนางสาวจารุวรรณ ลิ้มสัจจะสกุล รองอธิบดีกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ นางลัดดาวัลย์ โรจนพรรณทิพย์ อดีตผู้อำนวยการสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร และนางอุมา บริบูรณ์ รองผู้อำนวยการสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร ที่ให้การสนับสนุนการดำเนินโครงการ ให้คำแนะนำและข้อเสนอแนะ นางพลอยแก้ว เอี่ยมศิริ และนายจตุรงค์ สินแก้ว ให้ความช่วยเหลือในการจัดหาตัวอย่าง ซึ่งทำให้โครงการนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

1. Commission regulation (EU) No 1259/2011 of 2 December 2011 amending regulation (EC) No 1881/2006 as regards maximum levels for dioxins, dioxin-like PCBs and non dioxin-like PCBs in foodstuffs. Off J Eur Union. [Online]. 2011 [cited 2018 May 31]; [6 screens]. Available from: URL: http://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/PDF/?uri=CELEX:32011R1259&from=EN
2. WHO. Dioxins and their effects on human health (Fact sheet N°225). [Online]. 2016 [cited 2018 May 31]; [6 screens]. Available from: URL: http://www.who.int/mediacentre/factsheets/fs225/en/.
3. Shibamoto T, Yasuhara A, Katami T. Dioxin formation from waste incineration. Rev Environ Contam Toxicol 2007; 190: 1–41.
4. Johns Hopkins Bloomberg School of Public Health. Researcher dispels myth of dioxins and plastic water bottles. [Online]. 2004 [cited 2018 May 31]; [4 screens]. Available from: URL: http://www.jhsph.edu/news/stories/2004/halden-dioxins-two.html.
5. Cancer Research UK. Do plastic bottles or food containers cause cancer? [Online]. 2015 [cited 2018 May 31]; [5 screens]. Available from: URL: http://www.cancerresearchuk.org/about-cancer/causes-of-cancer/cancer-controversies/plastic-bottles-and-cling-film#RwtYmmoeDMfxiVrl.99
6. U.S. Environmental Protection Agency. Method 1613, revision B tetra-through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS. [Online]. 1994 [cited 2018 May 31]; [89 screens]. Available from: URL: https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-08/documents/method_1613b_1994.pdf.
7. U.S. Environmental Protection Agency. Method 1668C chlorinated biphenyl congeners in water, soil, sediment, biosolids, and tissue by HRGC/HRMS. [Online]. 2010 [cited 2018 May 31]; [118 screens]. Available from: URL: https://nepis.epa.gov/Exe/ZyPDF.cgi/P100IJHQ.PDF?Dockey=P100IJHQ.PDF.

8. Van den Berg M, Birnbaum LS, Denison M, De Vito M, Farland W, Feeley M, et al. The 2005 World Health Organization reevaluation of human and mammalian toxic equivalency factors for dioxins and dioxin-like compounds. Toxicol Sci 2006; 93(2): 223-41.
9. U.S. Environmental Protection Agency. National primary drinking water regulations dioxin (2,3,7,8-TCDD). [Online]. 1995 [cited 2018 May 31]; [2 screens]. Available from: URL: https://nepis.epa.gov/Exe/ZyPDF.cgi/9100PO3I.PDF?Dockey=9100PO3I.PDF.
10. Commission regulation (EU) No 589/2014 of 2 June 2014 laying down methods of sampling and analysis for the control of levels of dioxins, dioxin-like PCBs and non-dioxin-like PCBs in certain foodstuffs and repealing Regulation (EU) No 252/2012. Off J Eur Union. [Online]. 2014 [cited 2018 May 31]; [23 screens]. Available from: URL: https://www.fsai.ie/uploadedFiles/Reg589_2014.pdf.
11. Caldwell J, Lunn R. Dichloromethane, methylene chloride (DCM). [Online]. 1999 [cited 2018 May 31]; [14 screens]. Available from: URL: https://monographs.iarc.fr/ENG/Publications/techrep42/TR42-13.pdf.
12. ATSDR. Minimal risk levels (MRLs) for hazardous substances. [Online]. 2016 [cited 2018 May 31]; [12 screens]. Available from: URL: https://www.atsdr.cdc.gov/mrls/index.asp.
13. U.S. Environmental Protection Agency. Fact sheet dioxin (2,3,7,8-TCDD). [Online]. [cited 2018 May 31]; [3 screens]. Available from: URL: https://safewater.zendesk.com/hc/en-us/sections/202346377.

Method Validation and Determination of Dioxins and PCBs in Plastic Bottled Water at A Specific Condition

Sirichai Sunya and Supat Sangsuay

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

Abstract The objective of this study was to validate a modified method, based on the U.S. EPA Methods 1613B and 1668C, using isotope dilution technique and High Resolution Gas Chromatograph/High Resolution Mass Spectrometer. As a result of the method validation, limits of quantitation were 1.6-16 picogram/Litre (pg/L) for polychlorinated dibenzo para dioxins/furans (PCDDs/Fs), 27 pg/L for dioxin-like polychlorinated biphenyls (DL-PCBs) and 0.16 nanogram/Litre (ng/L) for non-dioxin-like polychlorinated biphenyls (NDL-PCBs). Its accuracy and precision has been shown within acceptable ranges. Consequently, the validated method was used for analyzing 18 samples of plastic bottled water, which had been left in cars exposed to sunlight for 1 day and 7 days. The obtained results revealed that PCDDs/Fs and DL-PCBs were not found in all samples. Therefore, consumers could be ensured that there is no dioxin contamination in plastic-bottled water that might affect human health.

Keywords: dioxins and PCBs, method validation, plastic bottles, drinking water

ว กรมวิทย พ 2561; 60 (3) : 141-154

การประเมินความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์กรดซาลิซิลิก ในเครื่องสำอางครีมโดยห้องปฏิบัติการ ด้านเครื่องสำอางของอาเซียน

สุดธิดา หมีทอง ชุณห์กฤดา เก้าเอี้ยน และจำเริญ ดวงงามยิ่ง
สำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ถนนติวานนท์ นนทบุรี 11000

บทคัดย่อ ประเทศไทยได้นำเสนอวิธีวิเคราะห์ปริมาณกรดซาลิซิลิก โดยใช้เอชพีแอลซี ซึ่งมีห้องปฏิบัติการของประเทศสมาชิกอาเซียนสมัครเข้าร่วมทดสอบวิธีจำนวน 8 แห่ง แต่ละแห่งได้รับวิธีวิเคราะห์ที่ได้ผ่านการทดสอบความถูกต้องของวิธีโดยห้องปฏิบัติการเดียว และตัวอย่างผลิตภัณฑ์ครีมผสมกรดซาลิซิลิกร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก จำนวน 1 ตัวอย่าง ผลที่ได้คือ มีห้องปฏิบัติการสมาชิกส่งผลทดสอบ 5 แห่ง ไม่ส่งผลทดสอบ 3 แห่ง ปรับเปลี่ยนวิธีวิเคราะห์ 1 แห่ง จึงมีข้อมูลที่ใช้ได้จำนวน 4 แห่ง จากการศึกษาและประเมินผลทางสถิติ โดยประเมินค่าที่ผิดปกติด้วย Cochran's test และ Grubb's test ไม่พบผลทดสอบเป็น outlier และการประเมินความเที่ยงของวิธีอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ โดยมีค่า repeatability standard deviation (S_r) เท่ากับ 0.002, repeatability relative standard deviation (RSD_r,%) เท่ากับ 0.43, repeatability limit (r_{95}) เท่ากับ 0.006, reproducibility standard deviation (S_R) เท่ากับ 0.039, reproducibility relative standard deviation (RSD_R, %) เท่ากับ 7.68, reproducibility limit (R_{95}) เท่ากับ 0.109 และร้อยละการกลับคืน (% R) อยู่ระหว่าง 95.60-101.38 จากผลการศึกษาจึงได้ถูกกำหนดเป็นวิธีวิเคราะห์เครื่องสำอางของอาเซียนชื่อ ACM 009 และให้ประเทศไทยเป็นหน่วยงานจัดการทดสอบความชำนาญทางห้องปฏิบัติการของการวิเคราะห์ด้วยวิธี ACM 009

Accepted for publication, 20 August 2018

บทนำ

งานด้านเครื่องสำอางภายใต้ประชาคมเศรษฐกิจอาเซียน (ASEAN Economic Community; AEC) เริ่มดำเนินการตั้งแต่ปี พ.ศ. 2540 โดยคณะกรรมการเครื่องสำอางอาเซียน หรือ ASEAN Cosmetic Committee; ACC ภายใต้คณะกรรมการที่ปรึกษาด้านมาตรฐานและคุณภาพผลิตภัณฑ์ของอาเซียน (ASEAN Consultative Committee on Standards and Quality; ACCSQ) ได้ดำเนินการปรับกฎระเบียบด้านเครื่องสำอางของประเทศสมาชิก (ASEAN Member States; AMS) เรียกว่า บทบัญญัติเครื่องสำอางแห่งอาเซียน (ASEAN Cosmetic Directive; ACD) ในการประชุม ACC ครั้งที่ 9 เมื่อปี 2550 ได้ให้การรับรองการจัดตั้ง ASEAN Cosmetics Reference Laboratories (ACRL) จำนวน 4 ประเทศ ได้แก่ สาธารณรัฐอินโดนีเซีย, สหพันธรัฐมาเลเซีย, สาธารณรัฐสิงคโปร์ และราชอาณาจักรไทย ACC ได้แต่งตั้งคณะกรรมการห้องปฏิบัติการเครื่องสำอางอาเซียน (ASEAN Cosmetic Testing Laboratory Committee; ACTLC) เมื่อวันที่ 12 กรกฎาคม 2555 โดยมีหน้าที่ความรับผิดชอบพัฒนาศักยภาพของห้องปฏิบัติการของประเทศสมาชิกตามวิธีทดสอบที่ได้กำหนดเป็นวิธีวิเคราะห์เครื่องสำอางอาเซียน (ASEAN Cosmetic Method; ACM) ACRL ทำหน้าที่ให้ความช่วยเหลือด้านเทคนิคให้แก่ภาครัฐเกี่ยวกับกิจกรรมการกำกับดูแลหลังออกสู่ตลาดและด้านห้องปฏิบัติการอาเซียน การทดสอบความชำนาญทางห้องปฏิบัติการ (proficiency testing) ที่เกี่ยวข้องและพัฒนาวิธีการใหม่ เพื่อรองรับความต้องการการทดสอบในอนาคต [1]

การจัดทำวิธีวิเคราะห์เครื่องสำอางเพื่อกำหนดเป็นวิธีวิเคราะห์เครื่องสำอางอาเซียน (ASEAN Cosmetic Method: ACM) มีขั้นตอนตาม Guideline on Establishing ASEAN Cosmetic Method (ACM) [2] กล่าวคือ ACTLC จะคัดเลือกสารที่สนใจซึ่งอาจเป็นสารห้ามใช้ หรืออยู่ในรายการสารควบคุมที่ระบุไว้ใน ACD และมีวิธีวิเคราะห์ที่ได้ทดสอบความถูกต้องของวิธีแล้ว หรืออาจเป็นการทดสอบสารที่ ACC ร้องขอ หลังจากนั้นจะเวียนเอกสารวิธีวิเคราะห์ให้ประเทศสมาชิกทบทวนและให้ข้อคิดเห็นเพื่อเสนอเป็นร่างวิธีวิเคราะห์ ซึ่งจะจัดให้มีการทดสอบความถูกต้องของวิธีโดยห้องปฏิบัติการหลายแห่งที่มีความเชี่ยวชาญ (interlaboratory comparison study) โดยประเทศที่เป็นห้องปฏิบัติการเริ่มต้น (initiating laboratory) จะส่งร่างวิธีวิเคราะห์ที่นำเสนอ พร้อมตัวอย่างทดสอบให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมการทดสอบ และนำผลการวิเคราะห์ที่ดำเนินการทดสอบตามร่างวิธีวิเคราะห์ที่นำเสนอมาทดสอบทางสถิติเพื่อประเมินความถูกต้องและแม่นยำของวิธี เป็นข้อมูลในการปรับปรุง หรือนำเสนอวิธีเป็น ACM ใหม่ต่อไป

กรดซาลิซิลิก (Salicylic Acid) เป็นกรดอินทรีย์ที่เป็นอนุพันธ์ของสารฟีนอล ใช้เป็นส่วนผสมเครื่องสำอางหลายชนิด โดยเป็นสารสำคัญสำหรับใช้ลอกผิว และผลัดเซลล์ผิว ซึ่งจะช่วยเร่งวงจรการผลัดเซลล์ผิวทำให้สีผิวมีความสม่ำเสมอ ช่วยต้านเชื้อแบคทีเรีย ลดอาการเกิดสิว และการอุดตันของสิว การออกฤทธิ์สำหรับการลอกผลัดเซลล์ผิวของกรดซาลิซิลิกเกิดจากการออกฤทธิ์ลดความเป็นกรด-ด่างของผิว ทำให้เกิดการบวมน้ำของเคราตินในชั้นผิวหนังเร่งการผลัดผิวของชั้นถัดไป นอกจากนี้ยังใช้เป็นส่วนผสมของน้ำยาทำความสะอาดที่ใช้สำหรับร่างกาย และเป็นส่วนประกอบของเคมีภัณฑ์เครื่องสำอางเพื่อจุดประสงค์ในการต้าน และกำจัดเชื้อแบคทีเรีย เชื้อรา และจุลินทรีย์ชนิดอื่น ๆ โดยกรดซาลิซิลิกทำให้สารละลายมีสภาพเป็นกรด ช่วยต่อต้าน และยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียได้ [3, 4, 5]

ASEAN Cosmetic Document (Update September 2007) [5] กำหนดสารควบคุมปริมาณและเงื่อนไขใน Annex III Part 1 - List of Substances Which Cosmetic Products Must Not Contain Except Subject to Restrictions and Conditions Laid Down ลำดับที่ a 98 อนุญาตให้ใช้กรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์สำหรับเส้นผมที่ใช้แล้วล้างออกในปริมาณไม่เกิน 3.0% ผลิตภัณฑ์ประเภทอื่น ๆ ใช้ในปริมาณไม่เกิน 2.0% และห้ามใช้ในผลิตภัณฑ์ที่ใช้กับเด็กอายุต่ำกว่า 3 ปี และกำหนดปริมาณและเงื่อนไขสารที่ใช้เป็นวัตถุกันเสียใน Annex VI - List of preservatives allowed for use in cosmetic products ลำดับที่ a 3 อนุญาตให้ใช้กรดซาลิซิลิกและเกลือของสารนี้เป็นวัตถุกันเสียในเครื่องสำอางได้ในปริมาณไม่เกิน 0.5% (คำนวณในรูปกรด) ห้ามใช้ในผลิตภัณฑ์ที่ใช้กับเด็กอายุต่ำกว่า 3 ปี ยกเว้นในแชมพู ทั้งนี้ข้อกำหนดดังกล่าวราชอาณาจักรไทยได้นำมาเป็นประกาศกระทรวงสาธารณสุขด้วย [6], [7]

ราชอาณาจักรไทยโดยสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข เป็นห้องปฏิบัติการอ้างอิงของประเทศด้านเครื่องสำอางได้เสนอวิธีวิเคราะห์ปริมาณกรดซาลิซิลิกในเครื่องสำอางครีม โดยวิธีเอชพีแอลซีให้เป็นวิธีวิเคราะห์ของอาเซียนครั้งแรกในการประชุมคณะกรรมการเครือข่ายห้องปฏิบัติการอาเซียน (ASEAN Cosmetic Testing Laboratory Network; ACTLN) ซึ่งเป็นคณะกรรมการเริ่มต้นก่อนที่จะเป็น ACTLC วิธีนี้ได้รับการทวนสอบโดยห้องปฏิบัติการเดียว (single laboratory validation) ของสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย และได้รับการรับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2005 สำหรับการวิเคราะห์กรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง เพื่อควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนผสมของกรดซาลิซิลิกตามข้อกำหนดของอาเซียนและราชอาณาจักรไทย

การศึกษานี้เป็นการทำ Interlaboratory comparison study จัดเป็น multi-laboratory method validation ที่มีการดำเนินการตามขั้นตอน (protocol) ที่นานาชาติยอมรับ เพื่อได้ข้อมูลสนับสนุนให้วิธีมีความน่าเชื่อถือและยอมรับให้เป็นวิธีวิเคราะห์เครื่องสำอางอาเซียน

วัสดุและวิธีการ

การทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์โดยห้องปฏิบัติการเดียว

1. การทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์[8] กรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยวิธีเอชพีแอลซี

1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

High Performance Liquid Chromatography (HPLC) (Waters, USA) ประกอบด้วยระบบ HPLC (Alliance 2698, Waters, USA) คอลัมน์ (Hypersil gold, 5 μm, 4.6 mm x 150 mm (Thermo SCIENTIFIC) และ photodiode array detector (2998, Waters, USA), Hot air incubator (Thermark, Germany)

1.2 สารเคมีและสารมาตรฐาน

- สารเคมี : methyl alcohol (HPLC), glacial acetic acid (AR), น้ำบริสุทธิ์ (pure water)
- สารมาตรฐาน : salicylic acid พร้อมใบรับรอง (COA)

1.3 ตัวอย่างทดสอบ

ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางประเภทครีมผลิตจากสูตรครีมพื้นฐานผสมกรดซาลิซิลิกความเข้มข้นร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก จำนวน 1 ตัวอย่าง (ความเข้มข้นนี้กำหนดให้ใช้ได้สูงสุดในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ไม่ต้องล้างออก เช่น ประเภทครีม)

1.4 วิธีวิเคราะห์

ละลายตัวอย่างด้วย methyl alcohol 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยตัวทำละลายโมบายเฟส ฉีดสารละลายและวิเคราะห์ปริมาณสารกรดซาลิซิลิกด้วยเครื่องของเหลวประสิทธิภาพสูง (HPLC) โดยมีรายละเอียดตามวิธีวิเคราะห์ที่ส่งให้ห้องปฏิบัติการในการทำ interlaboratory comparison

1.5 การทดสอบความเป็นเส้นตรงและช่วงการทดสอบ (Linearity and Range)

เตรียมสารละลายมาตรฐานกรดซาลิซิลิก 5 ระดับความเข้มข้น 2, 6, 10, 20 และ 30 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร วิเคราะห์ความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ คำนวณค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient, r) ต้องมีค่าไม่น้อยกว่า 0.995

1.6 การทดสอบความเที่ยง (precision)

1.6.1 ความทำซ้ำได้ (repeatability)

วิเคราะห์ปริมาณกรดซาลิซิลิกในตัวอย่างครีม ซ้ำ 7 ครั้ง คำนวณค่าเฉลี่ยและร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (relative standard deviation, % RSD)

1.6.2 Intermediate precision

วิเคราะห์ปริมาณกรดซาลิซิลิกในตัวอย่างครีม ซ้ำ 7 ครั้ง 5 วัน คำนวณค่าเฉลี่ยและร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

1.7 การทดสอบความแม่น (accuracy)

เตรียมตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานกรดซาลิซิลิกที่ 3 ระดับความเข้มข้น ความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ คือ ร้อยละ 50, 100 และ 150 ของระดับความเข้มข้นที่พบกรดซาลิซิลิกในตัวอย่างครีมที่เตรียม คำนวณค่าร้อยละของการคืนกลับ (% recovery)

1.8 การประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัด (measurement uncertainty)

ประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวิเคราะห์กรดซาลิซิลิก โดยการคิดความไม่แน่นอนของการวิเคราะห์เป็นค่ารวมของทุกแหล่งที่มีผลกระทบต่อผลทดสอบที่เป็นเชิงปริมาณ

$$\frac{u_c(salicylic\ acid)}{content\ of\ salicylic\ acid} = \sqrt{\left[\frac{u(W)}{W}\right]^2 + \left[\frac{u(V)}{V}\right]^2 + \left[\frac{u(C_x)}{C_x}\right]^2 + \left[\frac{u(C_0)}{C_0}\right]^2 + \left[\frac{u(Pre)}{Pre}\right]^2 + \left[\frac{u(Rec)}{Rec}\right]^2}$$

2. การทดสอบคุณสมบัติ [2] ของตัวอย่างที่ผลิตขึ้นโดยห้องปฏิบัติการก่อนนำเสนอขั้นตอนการดำเนินงาน

เตรียมตัวอย่างครีมจากสูตรพื้นฐานผสมกรดซาลิซิลิกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก จำนวน 40 หลอด หลอดละ 20 กรัม เพื่อทดสอบคุณสมบัติที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความคงตัวต่อสภาวะต่าง ๆ ได้แก่ อุณหภูมิห้อง อุณหภูมิบ่มเร่ง และสภาวะขนส่ง

2.1 การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneity test)

โดยการสุ่มตัวอย่างแบบคละ จำนวน 10 หลอด ทดสอบหลอดละ 2 ซ้ำ นำผลวิเคราะห์ที่ได้ประเมินผลทางสถิติ โดยทดสอบความเบี่ยงเบนภายในตัวอย่าง (within sample variation) เพื่อศึกษาความเที่ยง (precision) ของเนื้อครีมในแต่ละหลอดใช้ Cochran'test ค่า C_{cal} ต้องน้อยกว่าค่าจากตาราง (Cochran's table: C_{table}) ซึ่ง C_{table} เท่ากับ 0.602 (C95%, n = 10) และทดสอบความเบี่ยงเบนระหว่างตัวอย่าง (between-sample variation) โดยประเมินค่า between-sample standard deviation; s_s ต้องน้อยกว่า $0.3\sigma_p$ ที่คำนวณจาก Horwitz's equation ($\sigma_p = 0.02\ c^{0.8495}$) แสดงว่า ตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกันเพียงพอ

2.2 ทดสอบความคงตัว (stability test)

โดยสุ่มตัวอย่างแบบคละ จำนวน 10 หลอด แบ่งตัวอย่างเก็บในสภาวะอุณหภูมิห้อง (25 ± 5 องศาเซลเซียส : °ซ) จำนวน 5 ตัวอย่าง และเก็บตัวอย่างในสภาวะอุณหภูมิบ่มเร่ง (42 ± 1°ซ) จำนวน 5 ตัวอย่าง นำมาทดสอบแต่ละสภาวะทุก 10 วัน รวมทดสอบ 5 ครั้ง เป็นเวลา 50 วัน เปรียบเทียบค่าความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยของผลทดสอบทุก 10 วัน กับค่าเฉลี่ยจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันจากข้อ 2.1 ต้องมีค่าน้อยกว่า $0.3\sigma_p$ แสดงว่า ตัวอย่างมีความคงตัวเพียงพอตลอดระยะกำหนดเวลาศึกษา

การทดสอบคุณสมบัติของตัวอย่าง [2] ก่อนส่งให้ห้องปฏิบัติการสมาชิก

1. ตัวอย่างทดสอบ

ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางประเภทครีม ผลิตจากสูตรครีมพื้นฐานผสมกรดซาลิซิลิกเช่นเดียวกับการทดสอบคุณสมบัติตัวอย่างโดยห้องปฏิบัติการเดียวก่อนนำเสนอให้เป็นวิธีใหม่ เพื่อคัดเลือกเป็นวิธีวิเคราะห์เครื่องสำอางอาเซียน (ACM) แต่ปรับให้มีส่วนผสมของกรดซาลิซิลิกเข้มข้นร้อยละ 0.50 โดยน้ำหนัก จำนวน 1 ตัวอย่าง เนื่องจากกรดซาลิซิลิกที่ความเข้มข้นดังกล่าวถูกกำหนดให้เป็นวัตถุกันเสียในเครื่องสำอางที่ยังไม่มีข้อจำกัดด้านความปลอดภัยเหมือนวัตถุกันเสียชนิดอื่น เช่น สารกลุ่มพาราเบน เป็นต้น

2. การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

ทดสอบและประเมินเช่นเดียวกับการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของการทดสอบความถูกต้องวิธีวิเคราะห์โดยห้องปฏิบัติการเดียว

3. การทดสอบความคงตัว

ทดสอบและประเมินผลความคงตัวของตัวอย่าง 2 ช่วงเวลา คือ ก่อนส่งตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการสมาชิกและหลังจากห้องปฏิบัติการสมาชิกส่งผลทดสอบ ดังนี้

3.1 เปรียบเทียบค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์ตัวอย่างก่อนส่งให้ห้องปฏิบัติการสมาชิก ($\bar{y}_1$) กับค่าเฉลี่ยจากการศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกัน ($\bar{x}$) จากข้อ 2. ค่าแตกต่างต้องไม่เกิน $0.3\sigma_p$

3.2 เปรียบเทียบค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์ตัวอย่างหลังจากห้องปฏิบัติการสมาชิกส่งผลการทดสอบ ($\bar{y}_2$) กับค่าเฉลี่ยจากการศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกัน ($\bar{x}$) จากข้อ 2. ค่าแตกต่างต้องไม่เกิน $0.3\sigma_p$

3.3 เปรียบเทียบค่าความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์ตัวอย่างก่อนส่งตัวอย่างให้สมาชิก ($\bar{y}_1$) กับค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์ตัวอย่างหลังสมาชิกส่งผลการทดสอบ ($\bar{y}_2$) ต้องไม่เกิน $0.3\sigma_p$

การส่งตัวอย่างทดสอบและเอกสารสำหรับห้องปฏิบัติการสมาชิก

บรรจุตัวอย่างครีมผสมกรดซาลิซิลิกความเข้มข้นร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก จำนวน 1 หลอด ที่ห่อหุ้มด้วยวัสดุกันกระแทก วิธีวิเคราะห์ แบบตอบรับตัวอย่าง คำแนะนำ แบบรายงานผล รวมใส่ซองกระดาษปิดผนึก ส่งทางไปรษณีย์ลงทะเบียนด่วนพิเศษ

ในคำแนะนำระบุให้ห้องปฏิบัติการเก็บรักษาตัวอย่างที่อุณหภูมิห้อง ตรวจวิเคราะห์ตามวิธีที่กำหนด ส่งผลกลับภายในกำหนด โดยรายงานข้อมูลสารมาตรฐานที่ใช้ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 5 ระดับ และข้อมูลของกราฟมาตรฐานที่ได้ สภาวะเครื่องมือ ผลทดสอบในแบบฟอร์มที่กำหนดด้วยทศนิยม 2 ตำแหน่ง ร้อยละของการคืนกลับ

วิธีวิเคราะห์ประกอบด้วยรายละเอียดของวิธีวิเคราะห์ การทดสอบร้อยละการคืนกลับของกรดซาลิซิลิก ดังนี้

1. การทดสอบตัวอย่างครีมผสมกรดซาลิซิลิก

1.1 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง (sample preparation)

1.1.1 ชั่งตัวอย่างครีม 0.5 กรัม หรือน้ำหนักที่ได้จากการคำนวณให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วงกราฟมาตรฐาน (ความละเอียด ± 0.0001 กรัม) ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 25 มล. ซ้ำ 2 ครั้ง ระบุฉลาก A และ B

1.1.2 เติมเมทิลแอลกอฮอล์ 10 มล. ละลายตัวอย่างด้วยเครื่องวอร์เทคสลับกับเครื่องเขย่าความถี่สูง ปรับปริมาตรด้วยวัฏภาคเคลื่อนที่ (mobile phase)

1.1.3 กรองด้วยแผ่นกรองชนิด PVDF ขนาด 0.45 ไมโครเมตร ใส่ในขวดฉีดสำหรับเครื่องเอชพีแอลซี

1.2 การคำนวณ (calculation)

$$\text{กรดซาลิซิลิก (ร้อยละของน้ำหนัก)} = \frac{c \times 25 \times 100}{w \times 100000}$$

เมื่อ c = ความเข้มข้นของกรดซาลิซิลิกที่ได้จากสมการเส้นตรง (ไมโครกรัมต่อกรัม)

w = น้ำหนักของตัวอย่างครีมผสมกรดซาลิซิลิก (กรัม)

2. การทดสอบร้อยละการคืนกลับของกรดซาลิซิลิก (% recovery)

2.1 การเตรียมสารละลายตัวอย่างครีมที่เติมสารมาตรฐานกรดซาลิซิลิก

2.1.1 ชั่งตัวอย่างครีมเช่นเดียวกับการเตรียมสารละลายตัวอย่าง ข้อ 1.1.1 โดยทำ 2 ซ้ำ ระบุฉลาก C และ D

2.1.2 เติมสารละลายมาตรฐานให้มีความเข้มข้นเท่ากับปริมาณกรดซาลิซิลิกที่พบในตัวอย่างครีมที่ยังไม่ได้เติมสารมาตรฐานกรดซาลิซิลิก (คิดเป็นร้อยละ 100 ของปริมาณกรดซาลิซิลิกที่พบในตัวอย่างครีม)

2.1.3 ทำตามขั้นตอน ข้อ 1.1.2 และ 1.1.3

2.2 การคำนวณ

$$\%\ \text{recovery} = \frac{(C_1 - C_2)}{C_3} \times 100$$

เมื่อ

C_1 = ปริมาณกรดซาลิซิลิกในตัวอย่างครีมรวมกับปริมาณกรดซาลิซิลิกที่เติมในตัวอย่างครีม (ร้อยละโดยน้ำหนัก)

C_2 = ปริมาณกรดซาลิซิลิกที่พบในตัวอย่างครีม (ร้อยละโดยน้ำหนัก)

C_3 = ปริมาณกรดซาลิซิลิกที่เติมในตัวอย่างครีม (ร้อยละโดยน้ำหนัก)

การประเมินผลทดสอบของสมาชิกด้วยวิธีทางสถิติ [2, 9] (statistic evaluation of member results)

1. ทดสอบหาค่าผิดปกติระหว่างห้องปฏิบัติการ (interlaboratory outlier test)

1.1 ทดสอบความแตกต่างของผล within-laboratory ของห้องปฏิบัติการสมาชิกจาก Cochran test โดยเปรียบเทียบค่า C จากการคำนวณกับตาราง Cochran สำหรับค่า P = 2.5% (1-tail) และ L = จำนวนห้องปฏิบัติการ

$$C = \frac{S_{max}}{\sum s_i}$$

1.2 ทดสอบความแตกต่างของผล between-laboratory ของห้องปฏิบัติการสมาชิกจากกรณีค่าสงสัยมีค่าเดียว (single Grubbs' test)

คำนวณค่าเฉลี่ยผลการทดสอบแต่ละห้องปฏิบัติการสมาชิก ($\bar{x}$) คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของผลทดสอบจากห้องปฏิบัติการสมาชิก (S) คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลเมื่อไม่มีค่าต่ำสุดของข้อมูล (S_L) และคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลเมื่อไม่มีค่าสูงสุดของข้อมูล (S_H) คำนวณค่าร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ลดลง ดังนี้

$$G_L = 100 \times [1-(S_L/S)] \text{ และ } G_H = 100 \times [1-(S_H/S)]$$

เมื่อ G_L = ร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ลดลงเมื่อไม่มีค่าต่ำสุดของข้อมูล

G_H = ร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ลดลงเมื่อไม่มีค่าสูงสุดของข้อมูล

เปรียบเทียบค่า G_L และค่า G_H ที่คำนวณได้กับค่าวิกฤติในตาราง Grubb's table ที่จำนวน L ข้อมูล ถ้าค่า G สูงกว่าค่าวิกฤติที่ P = 2.5% (2-tail) แสดงว่า ค่าที่สงสัยนั้นเป็นค่าผิดปกติ

2. คำนวณความเที่ยงของวิธี (precision)

คำนวณจากผลการทดสอบจากห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ทดสอบค่าผิดปกติแล้ว ถ้าไม่พบให้ใช้ผลการทดสอบทั้งหมดในการคำนวณ

2.2.1 Reproducibility standard deviation (S_R)

$$S_R = \sqrt{(S_L^2+S_r^2)}$$

เมื่อ y_i = ค่าเฉลี่ยของการทำ 2 ซ้ำของแต่ละห้องปฏิบัติการสมาชิก

p = จำนวนห้องปฏิบัติการสมาชิก

$$S_L^2 = \frac{pT_2-T_1^2}{p(p-1)} - \frac{S_r^2}{2}$$

$$T_1 = \sum_{i=1}^{P} y_i$$

$$T_2 = \sum_{i=1}^{P} y_i^2$$

2.2.2 Reproducibility relative standard deviation (% RSD_R)

$$\%RSD_R = \frac{S_R \times 100}{X}$$

เมื่อ X = ค่าเฉลี่ยผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการสมาชิก

2.2.3 Reproducibility limit, $R = 2.8S_R$

2.2.4 The Horwitz Ratio (HORRAT)

ค่า HORRAT ใช้เป็นค่าการยอมรับความเที่ยงของวิธี คำนวณจาก

$$\text{HORRAT} = \frac{RSD_R(Calc.)\%}{RSD_R(Exp.)\%}$$

เมื่อ

$RSD_R(Calc.)\%$ = % RSD ที่คำนวณได้จากการทดสอบ

$RSD_R(Exp.)\%$ = % RSD ที่คำนวณได้จาก Horwitz's equation

2.2.5 Repeatability standard deviation (S_r)

$$S_r = \sqrt{\frac{T_3}{2p}}$$

เมื่อ $T_3 = \sum_{i=1}^{P} w_i^2$

w_i = ค่าต่างของการทำ 2 ซ้ำของแต่ละห้องปฏิบัติการสมาชิก

p = จำนวนห้องปฏิบัติการสมาชิก

2.2.6 Repeatability relative standard deviation (% RSD_r)

$$\% RSD_r = \frac{S_r \times 100}{X}$$

เมื่อ X = ค่าเฉลี่ยผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ทดสอบค่าผิดปกติแล้ว

2.2.7 Repeatability limit, $r = 2.8S_r$

3. การทดสอบความแม่นของวิธี

คำนวณค่าร้อยละการคืนกลับของกรดซาลิซิลิก (% recovery) จากการวิเคราะห์ตัวอย่างครีมที่เติมสารมาตรฐานกรดซาลิซิลิกในความเข้มเท่ากับความเข้มข้นของกรดซาลิซิลิกที่ตรวจพบในตัวอย่าง ต้องได้ค่าร้อยละของการคืนกลับไม่น้อยกว่าร้อยละ 90

ผล

การทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์และคุณสมบัติของตัวอย่างโดยห้องปฏิบัติการเดียว

ทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์กรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยวิธีเอชพีแอลซี

ผลการทดสอบและประเมิน ความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 2 ถึง 30 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ของห้องปฏิบัติการด้านเครื่องสำอางทางเคมีของสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข ได้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.9996 ทดสอบความเที่ยงของวิธีได้ร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพันธ์ เท่ากับ 0.04 อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ (% RSD < 3) ความแม่นจากการทดสอบตัวอย่างเติมสารมาตรฐานในช่วงใช้งาน 3 ระดับ ระดับละ 7 ซ้ำ ได้ค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ระหว่างร้อยละ 96.79 ถึง 104.57 จากการทดสอบค่าขีดจำกัดของการตรวจพบเชิงคุณภาพ (LOD) เท่ากับร้อยละ 0.005 และทดสอบขีดจำกัดของการตรวจพบเชิงปริมาณ (LOQ) เท่ากับร้อยละ 0.01 ค่าความไม่แน่นอนของวิธีวิเคราะห์ที่ความเชื่อมั่นร้อยละ 95 เท่ากับร้อยละ 0.11 โดยน้ำหนัก (ตารางที่ 1)

ตารางที่ 1 ผลการตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์กรดซาลิซิลิกในเครื่องสำอางโดยวิธีเอชพีแอลซี

Parameter	Results
1. Linearity and range	
1.1 System linearity: standard solution	1 – 30 μg/mL
– correlation coefficient (r)	0.9996
1.2 Method linearity: spiked sample at level 50%, 100% and 150% of salicylic acid in cream sample	0.9988
2. Precision	
2.1 Precision (method)	
2.1.1 Repeatability: % RSD: n = 7	0.04%
2.1.2 Intermediate precision: % RSD	
– between days: 5 days, n = 7	0.08%
– between analysts: n = 2	0.04%
3. % recovery: (spiked sample at levels 50%, 100%, and 150% of salicylic acid in cream sample)	97 – 104%
4. Limit of Detection (LOD)	0.005% w/w
5. Limit of Quantitation (LOQ)	0.01% w/w
6. Expanded uncertainty at 95% confidence level, U_{95}	0.11% w/w

การทดสอบคุณสมบัติของตัวอย่างที่ผลิตขึ้นโดยห้องปฏิบัติการก่อนนำเสนอวิธีดำเนินการ

ความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างทดสอบสูตรตำรับ

จากการทดสอบตัวอย่างครีมผสมกรดซาลิซิลิกเข้มข้นร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก จำนวน 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ นำผลการทดสอบประเมินทางสถิติ โดยคำนวณจาก Cochran test ได้ค่า $C_{cal = 0.393} < C_{table = 0.602}$ แสดงว่า ไม่มีความแตกต่างภายในตัวอย่าง และคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (s_s) ได้เท่ากับ 0.0001 เปรียบเทียบกับค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเป้าหมายที่คำนวณจาก Horwitz's equation ได้ค่า $0.3\sigma_p$ เท่ากับร้อยละ 0.0217 โดยน้ำหนัก จึงได้ ค่า $s_s < 0.3\sigma_p$ แสดงว่าไม่มีความแตกต่างระหว่างตัวอย่าง ดังนั้น ตัวอย่างที่ผลิตขึ้นโดยห้องปฏิบัติการมีความเป็นเนื้อเดียวกันเพียงพอ

ความคงตัวของตัวอย่างทดสอบสูตรตำรับ

จากการทดสอบตัวอย่างครีมผสมกรดซาลิซิลิกเข้มข้นร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก โดยสุ่มตัวอย่างแบบคละ จำนวน 10 หลอด แบ่งตัวอย่างเก็บในสภาวะอุณหภูมิห้อง (25 ± 5°ซ) จำนวน 5 ตัวอย่าง นำมาทดสอบแต่ละสภาวะทุก 10 วัน รวมทดสอบ 5 ครั้ง เป็นเวลา 50 วัน เปรียบเทียบค่าความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยของผลทดสอบทุก 10 วัน กับค่าเฉลี่ยจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (ร้อยละ 2.0071 โดยน้ำหนัก) ได้ค่าความแตกต่างร้อยละ 0.0021, 0.0069, 0.0036, 0.0013 และ 0.0034 ตามลำดับ และเก็บตัวอย่างในสภาวะอุณหภูมิบ่มเร่ง (42 ± 1°ซ) จำนวน 5 ตัวอย่าง นำมาทดสอบเช่นเดียวกัน ได้ค่าความแตกต่างร้อยละ 0.0026, 0.0072, 0.0036, 0.0048 และ 0.0014 ตามลำดับ ซึ่งทุกค่ามีค่าน้อยกว่า $0.3\sigma_p$ (ร้อยละ 0.0217 โดยน้ำหนัก) แสดงว่า ตัวอย่างมีความคงตัวเพียงพอต่อสภาวะทดสอบตลอดระยะกำหนดเวลาศึกษา

การทดสอบคุณสมบัติของตัวอย่างก่อนส่งให้ห้องปฏิบัติการสมาชิก

ความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างทดสอบ

จากการทดสอบตัวอย่างครีมผสมกรดซาลิซิลิกเข้มข้นร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก จำนวน 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ นำผลการทดสอบประเมินทางสถิติ จาก Horwitz's equation ได้ค่า $0.3\sigma_p$ เท่ากับ 0.007 คำนวณจาก Cochran test ได้ค่า $C_{cal = 0.333} < C_{table = 0.602}$ แสดงว่า ไม่มีความแตกต่างภายในตัวอย่าง และคำนวณค่า s_s เท่ากับ 0.001 มีค่าน้อยกว่า $0.3\sigma_p$ แสดงว่า ไม่มีความแตกต่างระหว่างตัวอย่าง ดังนั้น ตัวอย่างทดสอบจึงมีความเป็นเนื้อเดียวกันเพียงพอสำหรับใช้ประเมินผลทดสอบวิธีวิเคราะห์

ความคงตัวของตัวอย่างทดสอบ

จากการทดสอบตัวอย่างครีมผสมกรดซาลิซิลิกเข้มข้นร้อยละ 0.5 จำนวน 2 ตัวอย่าง ก่อนส่งให้ห้องปฏิบัติการสมาชิก $|\bar{y}_1|$ มีค่าความเข้มข้นเฉลี่ยร้อยละ 0.5487 และหลังห้องปฏิบัติการสมาชิกส่งผลทดสอบ $|\bar{y}_2|$ มีค่าความเข้มข้นเฉลี่ยร้อยละ 0.5491 เมื่อเปรียบเทียบกับค่าเฉลี่ยของตัวอย่างจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (ความเข้มข้นเฉลี่ยร้อยละ 0.5483) พบว่า น้อยกว่า $0.3\sigma_p$ แสดงว่า ตัวอย่างทดสอบมีความคงตัวเพียงพอตลอดระยะเวลาศึกษา

การประเมินผลการทดสอบตัวอย่างโดยห้องปฏิบัติการสมาชิก

สมาชิกสมัครเข้าร่วมทวนสอบวิธีวิเคราะห์กรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์ครีม จำนวน 8 แห่ง แต่เมื่อครบกำหนดเวลาห้องปฏิบัติการสมาชิกส่งผลเพียง 5 แห่ง ซึ่งห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ 4 ใช้สภาวะของเครื่องมือในการทดสอบต่างไปจากวิธีวิเคราะห์ที่กำหนดให้ทวนสอบ จึงมีข้อมูลที่ใช้ในการประเมินผลเพียง 4 แห่ง โดยรายงานผลทดสอบปริมาณกรดซาลิซิลิกของตัวอย่าง A และ B จากห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ 1 เท่ากับร้อยละ 0.46 และ 0.46 โดยน้ำหนัก, จากห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ 2 เท่ากับร้อยละ 0.521 และ 0.527 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ, จากห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ 3 เท่ากับร้อยละ 0.5487 และ 0.5499 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ และห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ 5 เท่ากับร้อยละ 0.492 และ 0.491 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ นอกจากนี้พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับของห้องปฏิบัติการจำนวน 4 แห่ง อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ทั้งหมด (ตารางที่ 2)

ตารางที่ 2 ผลทดสอบของห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ใช้วิธีวิเคราะห์เหมือนกัน 4 แห่ง

ห้องปฏิบัติการที่	ปริมาณกรดซาลิซิลิก (% w/w)		ร้อยละการคืนกลับ (%)	
	A	**B**	**C**	**D**
1	0.46	0.46	101.38	100.12
2	0.521	0.527	NR	NR
3	0.5487	0.5499	96.29	95.60
4*	-	-	-	-
5	0.492	0491	98.2	100.2
mean	0.51		98.63	
SD	0.04		2.33	
RSD (%)	7.84		2.36	

หมายเหตุ **NR** หมายถึง ห้องปฏิบัติการสมาชิกไม่ได้รายงาน

*ห้องปฏิบัติการที่ 4 ใช้สภาวะของระบบเครื่องมือในการทดสอบต่างไปจากวิธีวิเคราะห์ที่กำหนด จึงไม่นำผลทดสอบมาประเมิน

การทดสอบหาค่าผิดปกติระหว่างห้องปฏิบัติการ (interlaboratory outlier test) คำนวณโดยใช้สถิติ Cochran's test; P = 2.5% (1-tail) ไม่พบค่าสุดต่าง โดยค่า Cochran statistic $C_{cal\ =\ 78.67} < C_{tab\ =\ 94.30}$ ที่จำนวนห้องปฏิบัติการ L = 4 และผลทดสอบจากห้องปฏิบัติการสมาชิกมีค่าน่าสงสัยที่อาจเป็นค่าผิดปกติ คือ ค่าต่ำสุดเท่ากับ 0.46 ค่าสูงสุดเท่ากับ 0.5499 (ตารางที่ 2) และจากการคำนวณโดยใช้ Grubb's test; P = 2.5% (1-tail) ไม่พบค่าผิดปกติของผลทดสอบจากห้องปฏิบัติการสมาชิกในทุกแห่ง โดยค่า G_L เท่ากับร้อยละ 28.14 และ G_H เท่ากับร้อยละ 9.47 ดังนั้นค่า G ของค่าน่าสงสัยทั้ง 2 มีค่าน้อยกว่า G_{table} ที่จำนวนห้องปฏิบัติการ L = 4 ค่าเท่ากับร้อยละ 86.1 แสดงว่า ค่าน่าสงสัยต่ำสุดและค่าน่าสงสัยสูงสุดไม่เป็นค่าสุดต่าง

การศึกษาความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์จากห้องปฏิบัติการสมาชิก ทำโดยการคำนวณค่า S_r, % RSD_r, r พบว่า Repeatability standard deviation (S_r), repeatability relative standard deviation (% RSD_r) และ Repeatability limit (r) เท่ากับ 0.002, 0.43 และ 0.006 ตามลำดับ โดยที่ค่า Reproducibility standard deviation (S_R), reproducibility relative standard deviation (% RSD_R) และ Reproducibility limit (R) เท่ากับ 0.039, 7.68 และ 0.109 ตามลำดับ ค่า HORRAT เท่ากับ 1.73 (ตารางที่ 3)

ตารางที่ 3 สรุปผลการประเมินคุณลักษณะเฉพาะของวิธีวิเคราะห์กรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางประเภทครีมของผลทดสอบจากห้องปฏิบัติการสมาชิก 4 ประเทศ รวม 4 แห่ง

หัวข้อการประเมิน	ผลลัพธ์
ความเข้มข้นของกรดซาลิซิลิกเฉลี่ยจากผลทดสอบของห้องปฏิบัติการสมาชิก 4 แห่ง (g/100 g)	0.5063
จำนวนห้องปฏิบัติการสมาชิก (L)	4
Repeatability standard deviation (S_r)(g/100 g)	0.002
Reproducibility standard deviation (S_R)(g/100 g)	0.039
Repeatability standard deviation (RSD_r)	0.43
Reproducibility standard deviation (RSD_R)	7.68
Repeatability (r) (g/100 g)	0.006
Reproducibility (R) (g/100 g)	0.11
relative reproducibility standard deviation (Horwitz equation) (RSD_R) (Exp.)	4.43
HORRAT value	1.73

วิจารณ์

การทำ interlaboratory comparison study เป็น multi-laboratory method validation ซึ่งเป็นการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ที่สมบูรณ์และน่าเชื่อถือ มีขั้นตอนที่ยอมรับในระดับสากล ตั้งแต่การเตรียมและการประเมินคุณสมบัติของตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบ ได้แก่ การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่าง การประเมินความแตกต่างภายในตัวอย่าง จากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานภายในตัวอย่าง (within standard deviation) ด้วยการเปรียบเทียบค่า C_{cal} กับค่า C_{table} (Cochcran's table) โดยต้องได้ค่า $C_{cal} < C_{table}$ และการประเมินความแตกต่าง

ระหว่างตัวอย่าง จากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (between standard deviation) ด้วยการเปรียบเทียบค่า s_s กับค่า $0.3\sigma_p$ จากการ predicted standard deviation โดยใช้ The Modified Horwitz Equation ได้ค่า $s_s \leq 0.3\sigma_p$ แสดงว่าตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกันเพียงพอ และการทดสอบความคงตัวของตัวอย่างโดยการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยปริมาณของกรดซาลิซิลิกในตัวอย่างก่อนการส่งตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการสมาชิกและหลังห้องปฏิบัติการสมาชิกส่งผลทดสอบได้น้อยกว่า $0.3\sigma_p$ แสดงว่าตัวอย่างมีความคงตัวเพียงพอตลอดระยะเวลาศึกษา

การศึกษาครั้งนี้ไม่รวมผลทดสอบของห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ใช้วิธีวิเคราะห์ต่างจากวิธีที่เสนอประเมิน จึงประเมินผลทดสอบที่ได้จากห้องปฏิบัติการสมาชิกทั้งหมด 4 แห่ง ไม่พบผลทดสอบจากห้องปฏิบัติการสมาชิกเป็น outlier จากการทดสอบด้วย Cochran's test และ Grubb's test ความเที่ยงของวิธีเมื่อแสดงด้วยค่า Repeatability Relative Standard Deviation; RSD_r เท่ากับ 0.43, Reproducibility Relative Standard Deviation; RSD_R เท่ากับ 7.68 ค่า HORRAT เท่ากับ 1.73 ซึ่งมีค่าสูงกว่า 1.5 แสดงว่าวิธีวิเคราะห์ไม่มีความเที่ยงในการวิเคราะห์ต่างห้องปฏิบัติการ แม้ว่าจำนวนห้องปฏิบัติการสมาชิกที่ส่งผลทดสอบถูกต้องตามเกณฑ์มีจำนวนน้อยเกินค่ามาตรฐานกำหนดคือ ต้องไม่ต่ำกว่า 6 แห่ง แต่ได้มติยอมรับโดยหลักการให้เป็นวิธีวิเคราะห์ปริมาณกรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยวิธีเอชพีแอลซีและประกาศใช้เป็น ASEAN Cosmetic Method (ACM) ชื่อ ACM 009 [10] อย่างไรก็ตามจำเป็นต้องศึกษาเพิ่มเติมเพื่อให้ได้ข้อมูลที่สมบูรณ์โดยการเปรียบเทียบผลทางห้องปฏิบัติการในรูปแบบการทดสอบความชำนาญทางห้องปฏิบัติการที่ใช้วิธีวิเคราะห์ที่กำหนด

ห้องปฏิบัติการสมาชิกทั้ง 4 แห่ง ทดสอบความแม่นของวิธีโดยการทดสอบร้อยละการคืนกลับของกรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางประเภทครีม ซึ่งเป็นตัวอย่างเดียวกับที่ใช้ทวนสอบวิธีวิเคราะห์ โดยการเติมสารมาตรฐานกรดซาลิซิลิกเพิ่มในตัวอย่างครีมด้วยความเข้มข้นเท่ากับปริมาณกรดซาลิซิลิกที่พบในตัวอย่าง (คิดเป็นความเข้มข้นร้อยละ 100 ของปริมาณกรดซาลิซิลิกที่พบในตัวอย่างครีม) ผลทดสอบของห้องปฏิบัติการสมาชิกได้ค่าเฉลี่ยของร้อยละการคืนกลับของกรดซาลิซิลิกร้อยละ 98.63 อยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด (ในช่วงร้อยละ 97–104 ดังแสดงในตารางที่ 1) แสดงว่ามีการสูญเสียกรดซาลิซิลิกระหว่างการเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปของสารละลายตัวอย่างน้อยมากถึงไม่สูญเสียเลย

วิธีวิเคราะห์ที่จัดทำนี้จึงเป็นวิธีมาตรฐานในการตรวจกรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ได้แก่ ทำให้เส้นผมอ่อนนุ่ม (ความเข้มข้นของกรดซาลิซิลิกไม่เกินร้อยละ 3.0 โดยน้ำหนัก) [5,6] ลดรอยหยาบกร้านของผิวหนัง (ความเข้มข้นของกรดซาลิซิลิกไม่เกินร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก) [5,6] และเป็นวัตถุกันเสียในการยับยั้งการเกิดเชื้อจุลินทรีย์ (ความเข้มข้นของกรดซาลิซิลิกไม่เกินร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก) [5,6]

สรุป

การประเมินความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์โดยการทำ Interlaboratory comparison study ในครั้งนี้ทำให้ได้วิธีวิเคราะห์กรดซาลิซิลิก หรืออีกในชื่อเรียกว่า เบต้าไฮดรอกซีแอซิดในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง โดยวิธีเอชพีแอลซีและได้รับมติเห็นชอบจากคณะกรรมการเครื่องสำอางอาเซียน (ASEAN Cosmetic Testing Laboratory Committee; ACTLC) และจากคณะกรรมการเครื่องสำอางอาเซียน (ASEAN Cosmetic Committee; ACC) ให้เป็นวิธีวิเคราะห์เครื่องสำอางอาเซียน รหัส ACM 009 พร้อมทั้งให้ประเทศไทยเป็นหน่วยงานจัดการทดสอบความชำนาญทางห้องปฏิบัติการการวิเคราะห์ด้วยวิธีดังกล่าวด้วย

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณห้องปฏิบัติการสมาชิกอาเซียนที่ให้ความร่วมมือในการเข้าร่วมประเมินความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์กรดซาลิซิลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยวิธีเอชพีแอลซี ดังรายชื่อต่อไปนี้ Cosmetic Laboratory National, Quality Control Laboratory of Drug and Food Indonesia สาธารณรัฐอินโดนีเซีย, Cosmetic Testing Unit, Center of Quality Control, National Pharmaceutical Regulatory Agency, Ministry of Health สหพันธรัฐมาเลเซีย, ห้องปฏิบัติการเครื่องสำอางด้านเคมี สำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข ราชอาณาจักรไทย, Laboratory for Testing of Cosmetics (NIDQC) สาขาเมืองฮานอย สาธารณรัฐสังคมนิยมเวียดนามและ Cosmetics Analysis Department-Institute of Drug Quality control (IDQC-HCMC) สาขาเมืองโฮจิมินห์ซิตี้ สาธารณรัฐสังคมนิยมเวียดนาม

เอกสารอ้างอิง

1. Terms of reference of ASEAN cosmetic testing laboratories committee (ACTLC), Adopted at 3rd ACTLN, 2012 Jul 10.
2. ASEAN guideline on establishing ASEAN cosmetic method (ACM). Jakarta: ASEAN Secretariat; 2016.
3. Nikitakis JM, Rieger MM, Hewitt GT. CTFA cosmetic ingredient handbook. Washington, D.C.: Cosmetic, Toiletry, and Fragrance Association; 1988.
4. ASEAN consumer information handbook on cosmetic product. [Online]. 2014 [cited 2017 May 27]; [20 screens]. Available from: URL: http://www.asean.org/storage/images/Community/AEC/Sectoral/standarandconformance/Handbook%20web%20publishing.pdf.
5. ASEAN cosmetic documents (update September 2007). Bangkok: The Thai Cosmetic Manufacturers Association, 2008. Annex III Part 1, Annex VI Part 1.
6. พระราชบัญญัติเครื่องสำอาง พ.ศ. 2535 ประกาศกระทรวงสาธารณสุข เรื่อง กำหนดชื่อและปริมาณของวัตถุที่อาจใช้เป็นส่วนผสมในการผลิตเครื่องสำอาง. ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 125 ตอนพิเศษ 162 ง (วันที่ 9 ตุลาคม 2551).
7. พระราชบัญญัติเครื่องสำอาง พ.ศ. 2558 ประกาศกระทรวงสาธารณสุข เรื่อง กำหนดวัตถุกันเสียที่อาจใช้เป็นส่วนผสมในการผลิตเครื่องสำอาง (พ.ศ. 2560). ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 134 ตอนพิเศษ 167 ง (วันที่ 22 มิถุนายน 2560).
8. ทิพวรรณ นิ่งน้อย. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว. นนทบุรี : กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข; 2549.
9. Baker CD. Statistical methods for collaborative analytical trials. [Online]. 1989 [cited 2017 May 27]; [3 screens]. Available from: URL: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/j.2050-0416.1989.tb04629.x.
10. Report reference number 10th meeting of ACTLC, Final. Summary report The tenth meeting of the ASEAN cosmetic testing laboratories committee (ACTLC). 2017 Nov 14-15; Bandung, Indonesia; 2017

Multi-laboratory Method Validation on Determination of Salicylic Acid in Cosmetic Cream by ASEAN Cosmetic Testing Laboratory Network

Sudthida Meethong Chungrida Kao-ian and Jumrern Duangamying

Bureau of Cosmetics and Hazardous Substances. Department of Medical Sciences. Tiwanond Road, Nonthaburi 11000, Thailand

Abstract Thailand proposed a testing for determination of salicylic acid in cosmetic cream using High Performance Liquid Chromatography (HPLC) method. There were 8 ASEAN laboratories participating in validation of the test. A sample of skincare cream containing 0.5% w/w salicylic acid and a protocol to perform the test were distributed to each laboratory. A total of five laboratories submitted their results while no results were obtained from the rest. However, only results from 4 participating laboratories could be analyzed due to the fact that one laboratory did not conduct the test according to the protocol provided. Cochran's test and Grubb's test were used for statistical analysis. We found no outliers of the results and precision of the method was within acceptable criteria: repeatability standard deviation (S_r) was 0.002, repeatability relative standard deviation (RSD_r, %) was 0.43, repeatability limit (r_{95}) was 0.006, reproducibility standard deviation (S_R) was 0.039, reproducibility relative deviation (RSD_R, %) was 7.68, reproducibility limit (R_{95}) was 0.109 and a mean percentage of recovery was in a range of 95.60-101.38. Taken together, the proposed testing method "Determination of Salicylic Acid (Beta Hydroxy Acid) in Cosmetic Products by High Performance Liquid Chromatography (HPLC)" is approved to be used as a new ASEAN Cosmetic Method (ACM) entitled ACM 009. In addition, Thailand has been assigned as the Proficiency Testing Provider (PTP) for the ASEAN cosmetic laboratories on determining BHA using the ACM 009.

Keywords: BHA analysis, salicylic acid analysis, ASEAN cosmetic method, ACM 009

ว กรมวิทย พ 2561; 60 (3) : 155-167

การวิเคราะห์พหุหลักเกณฑ์สำหรับมาตรการการควบคุมวัตถุอันตรายทางการเกษตรในผักและผลไม้

ทิพย์วรรณ ปริญญาศิริ* และชนิพรรณ บุตรยี่**

**สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา ถนนติวานนท์ นนทบุรี 11000*

***สถาบันโภชนาการ มหาวิทยาลัยมหิดล ศาลายา อำเภอพุทธมณฑล นครปฐม 73000*

บทคัดย่อ การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อจัดทำมาตรการกฎหมายภายใต้ พระราชบัญญัติอาหาร พ.ศ. 2522 เพื่อควบคุมความปลอดภัยของผักและผลไม้สดในประเทศ ตามแนวทางหลักปฏิบัติที่ดีด้านกฎระเบียบ (Good Regulatory Practices: GRP) โดยมีขั้นตอนการศึกษา ได้แก่ กำหนดทางเลือกทางกฎหมายด้วยการวิเคราะห์ข้อมูลด้านกฎหมายและระเบียบที่เกี่ยวข้องกับการกำกับดูแลคุณภาพและความปลอดภัยผักและผลไม้ทั้งในและต่างประเทศ จากข้อมูลทุติยภูมิ โดยการศึกษาเอกสารและข้อมูลปฐมภูมิโดยการประชุมกลุ่มเป้าหมาย และประเมินผลกระทบเชิงบวกจากทางเลือกกฎหมายที่กำหนดขึ้นด้วยวิธีวิเคราะห์แบบพหุหลักเกณฑ์ (Multi-criteria analysis) โดยใช้แบบประเมินผลกระทบจากมาตรการกฎหมายที่ประยุกต์จาก OECD Reference Checklist for Regulatory Decision-Making เพื่อตัดสินใจคัดเลือกมาตรการที่มีความสำคัญและมีประสิทธิผลมากที่สุด ซึ่งประกอบด้วยการประเมินตัวชี้วัดของผลกระทบ 5 ด้าน ได้แก่ ด้านผู้บริโภค ผู้ประกอบการ เศรษฐกิจ สังคม สิ่งแวดล้อมและสุขภาพ และความพร้อมในการปฏิบัติตามมาตรการ โดยมีผู้ทำแบบประเมิน คือ เจ้าหน้าที่รัฐ นักวิชาการและผู้บริโภค รวม 20 คน ผลการประเมินพบว่าการกำหนดให้หลักเกณฑ์วิธีการปฏิบัติทางการผลิตที่ดีของสถานที่คัด ตัดแต่งและบรรจุผักและผลไม้สดเป็นมาตรฐานบังคับควบคู่กับการบังคับแสดงฉลาก และให้มีระบบตามสอบย้อนกลับ ณ สถานที่จำหน่าย ได้คะแนนผลรวมของประสิทธิผลจากทุกตัวชี้วัดสูงที่สุด (210 คะแนน) จึงอาจเป็นมาตรการที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการกำหนดเป็นมาตรการทางกฎหมายเพื่อกำกับดูแลความปลอดภัยผักและผลไม้สด

Accepted for publication, 7 September 2018

บทนำ

ผักและผลไม้เป็นหนึ่งในอาหารหลักที่จำเป็นต่อการดำรงชีวิต ซึ่งองค์การอนามัยโลก (World Health Organization: WHO) ได้แนะนำให้ประชาชนบริโภคผักและผลไม้อย่างน้อย 400 กรัมต่อวัน เพื่อส่งเสริมสุขภาพและลดความเสี่ยงของโรคไม่ติดต่อเรื้อรัง [1] อย่างไรก็ตาม จากการเฝ้าระวังความปลอดภัยผักและผลไม้ที่จำหน่ายในตลาดภายในประเทศระหว่างปี พ.ศ. 2556-2558 โดยสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา (ข้อมูลไม่ได้เผยแพร่) พบว่าผักและผลไม้ที่ผลิตภายในประเทศจำนวน 183,533 ตัวอย่างนั้น ประมาณร้อยละ 3 มีการบ่งชี้ถึงการตกค้างของวัตถุอันตรายทางการเกษตร (สารเคมีป้องกันและกำจัดศัตรูพืช) เมื่อตรวจวิเคราะห์ด้วยชุดทดสอบเบื้องต้น (Primary screening test) ขณะที่ร้อยละ 4 (ผักและผลไม้นำเข้า 3,233 ตัวอย่าง) มีการตกค้างของสารเคมีป้องกันและกำจัดศัตรูพืชไม่เป็นไปตามมาตรฐาน เมื่อตรวจวิเคราะห์ด้วยวิธีมาตรฐานทางปฏิบัติการ ซึ่งอาจส่งผลต่อสุขภาพประชาชนได้ในระยะยาว ดังนั้นเพื่อควบคุมคุณภาพและความปลอดภัยของผักและผลไม้ที่จำหน่ายในประเทศให้เหมาะสมไม่เป็นอันตรายต่อสุขภาพประชาชน จึงมีการกำหนดกฎหมายหรือระเบียบที่เกี่ยวข้องกับการกำกับดูแลความปลอดภัยของผักและผลไม้ตลอดห่วงโซ่อุปทาน มีกฎหมายที่ให้อำนาจโดยตรงในการกำกับดูแลจำนวน 2 ฉบับ ซึ่งอยู่ในอำนาจหน้าที่ของหน่วยงานหลัก 2 กระทรวง ได้แก่ กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ กำกับดูแลช่วงต้นของห่วงโซ่อุปทานตามอำนาจ พระราชบัญญัติ (พ.ร.บ.) มาตรฐานสินค้าเกษตร พ.ศ. 2551 คือ การเพาะปลูก เก็บเกี่ยว และการจัดการหลังการเก็บเกี่ยว ในกรณีที่ผักและผลไม้นั้นไม่มีวัตถุประสงค์เพื่อเป็นอาหารพร้อมปรุง/พร้อมบริโภคทันที และส่วนใหญ่เป็นมาตรฐานภาคสมัครใจ (Voluntary standard) ขณะที่ส่วนกลางและปลายห่วงโซ่อุปทาน กำกับดูแลโดยกระทรวงสาธารณสุขตามอำนาจใน พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 คือ ควบคุมมาตรฐานการแปรรูปเบื้องต้นเพื่อจำหน่ายเป็นอาหารพร้อมปรุง/พร้อมบริโภค (ประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 342 พ.ศ. 2555 เรื่อง วิธีการผลิตเครื่องมือเครื่องใช้ในการผลิต และการเก็บรักษาอาหารแปรรูปที่บรรจุในภาชนะพร้อมจำหน่าย) การควบคุมการนำเข้า การจำหน่าย การแสดงฉลากและโฆษณา ซึ่งทั้งหมดเป็นมาตรฐานบังคับ (Mandatory standard) ตลอดกระบวนการ

จากข้อมูลดังกล่าวแสดงว่าระบบกำกับดูแลผักและผลไม้ตลอดห่วงโซ่อุปทานของประเทศไทยมีจุดแข็ง คือ การมีกฎหมายแม่บทที่ให้อำนาจกำกับดูแลผักและผลไม้ตลอดห่วงโซ่อุปทาน แต่ยังมีจุดอ่อน คือ การบังคับใช้กฎหมายตลอดห่วงโซ่อุปทาน โดยช่วงต้นของห่วงโซ่การผลิตยังเป็นภาคสมัครใจ เช่น มาตรฐานทั่วไปว่าด้วย Good Agricultural Practices: GAP การปลูกพืชภายใต้ พ.ร.บ.มาตรฐานสินค้าเกษตร พ.ศ. 2551 เป็นต้น ขณะที่ช่วงกลางและปลายของห่วงโซ่อุปทานนั้น กฎหมาย GMP ว่าด้วยการแปรรูปเบื้องต้นผักและผลไม้ภายใต้ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 ยังไม่ครอบคลุมจุดรวบรวม ทำความสะอาด คัดและตัดแต่งผักและผลไม้เพื่อจำหน่ายเป็นอาหาร รวมถึงไม่บังคับให้แสดงฉลากผักและผลไม้ในกรณีหากไม่ประสงค์แสดงเลขสารบบอาหาร (เลข อย.) เพื่อเป็นการให้ข้อมูลแก่ผู้บริโภค นอกจากนี้ยังพบว่าการเฝ้าระวังที่ดำเนินงานโดยภาครัฐ ยังไม่สามารถดำเนินการได้อย่างครอบคลุมและสม่ำเสมอ อีกทั้งยังไม่มีการจัดทำระบบสืบย้อนกลับ และไม่มีกฎหมายรองรับระบบการเรียกคืนสินค้า จึงเป็นปัจจัยเสริมให้เกิดจุดอ่อนในระบบการกำกับและเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ยังพบการตกค้างของสารเคมีป้องกันและกำจัดศัตรูพืชที่เกินมาตรฐาน ดังนั้นเพื่อลดช่องว่างในการกำกับดูแลห่วงโซ่อุปทานผักและผลไม้ จึงจำเป็นต้องกำหนดมาตรการเพิ่มเติม โดยเฉพาะอย่างยิ่งมาตรการเชิงป้องกัน (Preventive measure) ในช่วงกลางของห่วงโซ่อุปทาน เพื่อสร้างแรงผลักไปที่ช่วงต้นของห่วงโซ่อุปทานให้เกิดการผลิตสินค้าเกษตรที่มีคุณภาพและปลอดภัย และส่งต่อสินค้าที่มีคุณภาพปลอดภัยไปที่ช่วงปลายของห่วงโซ่อุปทาน

การวิเคราะห์แบบพหุหลักเกณฑ์ (Multi-criteria analysis: MCA) [2-3] เป็นวิธีการหนึ่งที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์เพื่อตัดสินใจเลือกมาตรการในการดำเนินการใด ๆ หรือเพื่อการแก้ไขปัญหาภายใต้เงื่อนไขการตัดสินใจที่มากกว่าหนึ่งเงื่อนไข โดยคำนึงถึงศักยภาพและลำดับความสำคัญของมาตรการที่กำหนด โดยกระบวนการการวิเคราะห์ MCA จำเป็นต้องมีการกำหนดข้อมูลสำคัญ 2 ส่วน คือ (1) การกำหนดมาตรการที่เป็นไปได้ทั้งหมดที่ได้จากการทบทวนสภาพปัญหาหรือจุดอ่อน และ (2) กำหนดเงื่อนไขในการตัดสินใจหรือตัวชี้วัดที่ได้จากการวิเคราะห์โอกาสหรือจุดแข็ง จากนั้นจึงให้กลุ่มผู้มีส่วนตัดสินใจ (Decision makers) ทำการประเมินทางเลือกโดยการให้คะแนนตามเกณฑ์ที่กำหนด และทำการวิเคราะห์ข้อมูลเพื่อหาทางเลือกหรือมาตรการที่ดีที่สุด ซึ่งอาจใช้วิธีการรวมคะแนนแบบถ่วงน้ำหนักอย่างง่าย (Simple additive weighting) หรือใช้วิธีการที่มีความซับซ้อนมากขึ้น เช่น กระบวนการวิเคราะห์แบบลำดับขั้น (Analysis hierarchy process) ดังนั้น ด้วยกระบวนการตัดสินใจอย่างเป็นระบบดังกล่าว จึงทำให้การวิเคราะห์แบบ MCA ได้รับความนิยมในการกำหนดนโยบายหรือมาตรการการดำเนินงานแก้ไขปัญหาต่าง ๆ เช่น การศึกษาทางเลือกเชิงนโยบายเพื่อการควบคุมสถานที่ผลิตเครื่องสำอางควบคุม [4] การใช้ MCA ในการตัดสินใจกำหนดมาตรการแก้ไขปัญหาภาวะความแห้งแล้ง [5] เป็นต้น การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนามาตรการทางกฎหมายตามอำนาจใน พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 บนพื้นฐานหลักปฏิบัติที่ดีด้านกฎระเบียบ (Good Regulatory Practices: GRP) โดยการประเมินผลกระทบจากมาตรการทางกฎหมายและประยุกต์ใช้การวิเคราะห์แบบพหุหลักเกณฑ์ (Multi-criteria analysis: MCA) ในการตัดสินใจคัดเลือกมาตรการทางกฎหมายที่เหมาะสม เพื่อเสริมสร้างความเข้มแข็งในระบบกำกับดูแลความปลอดภัยตลอดห่วงโซ่อุปทานผักและผลไม้

วัสดุและวิธีการ

การพัฒนาทางเลือกทางกฎหมาย (Option development) ทำการสังเคราะห์ข้อมูลทุติยภูมิที่ได้จากการศึกษาเอกสาร และข้อมูลปฐมภูมิโดยการประชุมกลุ่มเป้าหมายในประเด็นด้านนโยบายและมาตรการกำกับดูแลทางกฎหมายของหน่วยงาน ที่เกี่ยวข้องกับความปลอดภัยของผักและผลไม้ รวม 20 คน จากนั้นจึงวิเคราะห์เนื้อหาเพื่อจัดทำเป็นข้อเสนอทางเลือกทางกฎหมาย

การประเมินผลกระทบเชิงบวกจากมาตรการทางกฎหมาย (Regulation impact assessment: RIA) นำข้อเสนอทางเลือกทางกฎหมายมาวิธีวิเคราะห์แบบพหุหลักเกณฑ์ (Multi-criteria analysis) เพื่อตัดสินใจคัดเลือกมาตรการที่มีความสำคัญและมีประสิทธิผลต่อการแก้ไขปัญหามากที่สุด ประกอบด้วยขั้นตอน ดังนี้

1. สร้างแบบประเมินผลกระทบจากการออกมาตรการกฎหมายที่ประยุกต์จาก OECD (Organization for Economic Co-Operation and Development) Reference Checklist for Regulatory Decision-Making [6] และจัดประชุมกลุ่มเป้าหมาย (Focus group) ประกอบด้วยนักวิชาการและผู้มีส่วนได้ส่วนเสีย (Stakeholder) ทั้งจากหน่วยงานภาครัฐ ภาคเอกชน สถาบันการศึกษา และองค์กรอิสระรวม 25 คน เพื่อให้ข้อคิดเห็นในการกำหนดเงื่อนไขการตัดสินใจเป็นรูปแบบตัวชี้วัดของผลกระทบ 5 ด้าน (รวม 24 ตัวชี้วัด) การกำหนดน้ำหนักคะแนนความสำคัญของแต่ละตัวชี้วัด และการให้คะแนนขนาดผลกระทบจากมาตรการกฎหมายที่มีผลต่อตัวชี้วัด ดังแสดงในตารางที่ 1 และ 2

ตารางที่ 1 การกำหนดตัวชี้วัดของผลกระทบเชิงบวกด้านต่าง ๆ จากการออกมาตรการกฎหมาย

ผลกระทบ	ตัวชี้วัด
ด้านผู้บริโภค	1. ผู้บริโภคมีความเชื่อมั่นในการบริโภคผักและผลไม้สด (5)*
	2. ผู้บริโภคสามารถใช้ข้อมูลบนฉลากเป็นเครื่องมือในการเลือกซื้อผักและผลไม้สดที่ปลอดภัย (5)
	3. ผู้บริโภคสามารถเข้าถึงข้อมูลและมั่นใจในระบบการเฝ้าระวังของภาครัฐและเอกชน (3)
	4. ผู้บริโภคสามารถเข้าถึงแหล่งจำหน่ายผักและผลไม้สดที่คุณภาพและความปลอดภัย (3)
	5. ผู้บริโภคมีผลกระทบด้านราคาของผักและผลไม้สดปลอดภัยที่สูงขึ้น (4)
ด้านผู้ประกอบการ	1. ผู้ประกอบการทุกระดับสามารถนำมาตรการที่กำหนดไปปฏิบัติได้จริง (5)
	2. ผู้ประกอบการได้รับผลประโยชน์ที่คุ้มค่าจากการปฏิบัติตามมาตรการที่กำหนดทั้งด้านสุขภาพ เศรษฐกิจ และสังคม (5)
	3. เกิดการยกระดับคุณภาพมาตรฐานและความปลอดภัยของผลผลิตผักและผลไม้สด (6)
	4. ช่วยเพิ่มมูลค่าของผลผลิตผักและผลไม้สด (6)
	5. ช่วยลดการสูญเสียผลผลิตผักและผลไม้สดระหว่างกระบวนการผลิต ขนส่ง และจำหน่าย (6)
	6. ผู้ประกอบการมีความรับผิดชอบและความรู้ในการใช้สารเคมีทางการเกษตร (6)
	7. ผู้ประกอบการมีต้นทุนเพิ่มขึ้นจากดำเนินการตามมาตรการที่กำหนด (6)
ด้านเศรษฐกิจการค้าทั้งในและระหว่างประเทศ	1. เกิดความเท่าเทียมในการกำกับดูแลผักและผลไม้สดทั้งผลิตในประเทศและนำเข้า (1.5)
	2. ค่าใช้จ่ายในการดำเนินการสูงขึ้นในมุมมองภาครัฐและผู้ประกอบการ (1.5)
	3. ช่วยส่งเสริมการส่งออกผักและผลไม้ (0.5)
	4. ทำให้เกิดการขายและการใช้สารเคมีทางการเกษตรอย่างเหมาะสม (1)
	5. เพิ่มรายได้ภายในท้องถิ่น (0.5)
ด้านสังคมสิ่งแวดล้อมและสุขภาพ	1. ลดค่าใช้จ่ายในการรักษาโรคที่เกิดจากการได้รับสารเคมีทางการเกษตร (2)
	2. ลดผลกระทบด้านลบต่อสิ่งแวดล้อม (1)
	3. เกิดการรวบกลุ่มเกษตรกร ไม่ย้ายถิ่นฐานที่อยู่ (1)
	4. เสริมสร้างความมั่นคงด้านอาหาร (1)
ด้านความพร้อมในการปฏิบัติตามมาตรการที่กำหนด	1. ระยะเวลาที่ภาครัฐต้องใช้ในการเตรียมความพร้อมเพื่อบังคับใช้มาตรการที่กำหนด (บุคลากร งบประมาณ อุปกรณ์ คู่มือ ห้องปฏิบัติการ) (12)
	2. ระยะเวลาที่ผู้ประกอบการต้องใช้ในการเตรียมความพร้อมหากต้องปฏิบัติตามมาตรการที่กำหนด (บุคลากร งบประมาณ อุปกรณ์ คู่มือการปฏิบัติงาน ห้องปฏิบัติการ) (15)
	3. ระยะเวลาในการบังคับใช้ (3)

*น้ำหนักคะแนนความสำคัญ

ตารางที่ 2 คำอธิบายระดับคะแนนของขนาดผลกระทบจากมาตรการกฎหมายที่มีผลต่อตัวชี้วัด

ตัวชี้วัด	ขนาดผลกระทบต่อตัวชี้วัด
1.1–1.4	3 คะแนน หมายถึง มาตรการนั้นมีผลอย่างมากต่อตัวชี้วัด
2.1–2.7	2 คะแนน หมายถึง มาตรการนั้นมีผลระดับปานกลางต่อตัวชี้วัด
3.1–3.5	1 คะแนน หมายถึง มาตรการนั้นมีผลเล็กน้อยต่อตัวชี้วัด
4.1–4.4	0 คะแนน หมายถึง มาตรการนั้นไม่มีผลต่อตัวชี้วัด
1.5	3 คะแนน หมายถึง มาตรการนั้นมีผลทำให้ราคาถูกลง
	2 คะแนน หมายถึง มาตรการนั้นไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงราคา
	1 คะแนน หมายถึง มาตรการนั้นมีผลให้ราคาสูงขึ้นเล็กน้อย
	0 คะแนน หมายถึง มาตรการนั้นมีผลให้ราคาสูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ
5.1–5.3	3 คะแนน หมายถึง ต้องใช้เวลาปรับตัวไม่เกิน 1 ปี
	2 คะแนน หมายถึง ต้องใช้เวลาปรับตัว 2–3 ปี
	1 คะแนน หมายถึง ต้องใช้เวลาปรับตัว 3–4 ปี
	0 คะแนน หมายถึง ต้องใช้เวลาปรับตัวมากกว่า 5 ปี

2. การเก็บข้อมูลแบบประเมินผลกระทบจากมาตรการกฎหมาย

จัดส่งแบบประเมินทางไปรษณีย์เพื่อเก็บข้อมูลจากผู้มีส่วนเกี่ยวข้องจำนวน 20 คน จากหน่วยงานภาครัฐ ผู้ประกอบการ สถาบันการศึกษา องค์กรอิสระภาคเอกชน และสัมภาษณ์ผู้บริโภคที่มีอายุระหว่าง 18–60 ปี ซึ่งซื้อผักและผลไม้สดเพื่อบริโภคเป็นประจำโดยผู้ทำประเมินให้คะแนนในทุกตัวชี้วัดของทุกทางเลือก และระบุเหตุผลประกอบการให้คะแนนผลกระทบ

3. การคำนวณและวิเคราะห์ข้อมูลผลการประเมิน

รวมคะแนนผลกระทบของข้อเสนอมาตรการทางกฎหมายที่ได้จากแบบประเมิน ใช้วิธีรวมคะแนนแบบถ่วงน้ำหนักอย่างง่าย (Simple additive weighting) โดยคูณคะแนนน้ำหนักความสำคัญของตัวชี้วัดกับคะแนนขนาดผลกระทบในแต่ละตัวชี้วัดที่ผู้ทำแบบประเมินเลือก จากนั้นรวมผลคูณของทุกตัวชี้วัดของผลกระทบทุกด้าน ผลที่ได้เป็นคะแนนรวมถ่วงน้ำหนักของข้อเสนอมาตรการที่ประเมิน โดยมีคะแนนเต็มเท่ากับ 300 คะแนน

ข้อเสนอมาตรการที่ประเมินที่ได้คะแนนสูงสุด (เข้าใกล้คะแนนเต็ม 300) หมายถึง ข้อเสนอมาตรการที่มีลำดับความสำคัญมากที่สุดและคาดว่ามีประสิทธิผลในการแก้ไขปัญหามากที่สุด

ผล

การพัฒนาทางเลือกทางกฎหมาย (Option development)

จากการศึกษากฎหมายและมาตรการกำกับดูแลของภาครัฐพบตลอดห่วงโซ่อุปทานในปัจจุบัน เพื่อวิเคราะห์จุดแข็ง จุดอ่อน และโอกาสในการพัฒนา รวมทั้งกฎหมายและมาตรการกำกับดูแลของภาครัฐของต่างประเทศเพื่อเป็นตัวอย่างสำหรับการพัฒนาข้อเสนอทางเลือกทางกฎหมาย พบว่าประเทศไทยมีจุดแข็งที่มีกฎหมายอย่างน้อย 6 ฉบับ ให้อำนาจในการกำกับดูแลความปลอดภัยของผักและผลไม้ตลอดห่วงโซ่อุปทาน ในจำนวนนี้มีกฎหมายที่ให้อำนาจโดยตรง 2 ฉบับ ได้แก่ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 และ พ.ร.บ.มาตรฐานสินค้าเกษตร พ.ศ. 2551 และมีกฎหมายข้างเคียงที่สนับสนุนการดำเนินงาน เช่น พ.ร.บ.วัตถุอันตราย พ.ศ. 2553 (ควบคุมสารเคมีป้องกันและกำจัดศัตรูพืช) พ.ร.บ.การสาธารณสุข พ.ศ. 2535 และฉบับแก้ไขเพิ่มเติม (กำกับดูแลสุขลักษณะสถานที่จำหน่ายและสะสมอาหาร) พ.ร.บ.ศุลกากร พ.ศ. 2469 และฉบับแก้ไขเพิ่มเติม (กำหนดด่านนำเข้าสินค้าเกษตรและอาหาร) พ.ร.บ.กักพืช พ.ศ. 2507 และฉบับแก้ไขเพิ่มเติม (ควบคุมโรคพืช แมลงและสัตว์พาหะในพืช)

อย่างไรก็ตาม พบว่ามาตรการกำกับดูแลของรัฐภายใต้กฎหมายดังกล่าวยังเป็นจุดอ่อน โดยมาตรการควบคุมที่ส่วนต้นของห่วงโซ่อุปทาน (การเพาะปลูก) มีการกำหนดมาตรฐานด้านการทำการเกษตรที่ดี (Good Agricultural Practices: GAP) และมาตรฐานด้านคุณภาพของผักและผลไม้โดยใช้อำนาจตาม พ.ร.บ.มาตรฐานสินค้าเกษตร พ.ศ. 2551 แต่เป็นมาตรฐานสมัครใจ (voluntary standard) เพื่อส่งเสริมการค้าเป็นหลัก ส่วนมาตรการควบคุมที่ส่วนกลางถึงปลายของห่วงโซ่อุปทานอยู่ภายใต้ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 เป็นมาตรฐานบังคับ (mandatory standard) เพื่อการคุ้มครองสุขภาพผู้บริโภค โดยมีมาตรฐาน 2 ด้าน ได้แก่ ด้านการควบคุมกระบวนการผลิต (Good Manufacturing Practices: GMP) เฉพาะผักหรือผลไม้ตัดแต่งเพื่อเป็นอาหารพร้อมปรุงหรือพร้อมบริโภค เช่น ผลไม้ปอกและหั่นชิ้นบรรจุกล่องพร้อมบริโภค ต้องปฏิบัติตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข (ฉบับที่ 342) พ.ศ. 2555 เรื่อง วิธีการผลิต เครื่องมือเครื่องใช้ในการผลิต และการเก็บรักษาอาหารแปรรูปที่บรรจุในภาชนะพร้อมจำหน่าย (primary GMP) (ซึ่งไม่รวมถึงผักและผลไม้ที่ไม่ได้บริโภคทันที) และมาตรฐานด้านคุณภาพและความปลอดภัยผลิตภัณฑ์ ได้แก่ การกำหนดระดับการตกค้างสูงสุดของสารเคมีป้องกันและกำจัดศัตรูพืชในผักและผลไม้ ตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข (ฉบับที่ 387) พ.ศ. 2560 เรื่อง อาหารที่มีสารพิษตกค้าง (Maximum residue limit: MRL) ซึ่งจะเห็นว่า แม้ว่ามาตรการควบคุมตาม พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 จะเป็นมาตรฐานบังคับ แต่ขอบเขตการควบคุมมาตรฐานการผลิตยังไม่ครอบคลุมกรณีการแปรรูปเบื้องต้นที่ไม่ใช่เพื่อการบริโภคทันที เช่น ผักสด ผลไม้ทั้งผล และการกำหนดค่า MRL นั้น เป็นเพียงมาตรการป้องกันอันตรายที่ปลายเหตุ และเมื่อพิจารณาระบบสนับสนุนการกำกับดูแล พบว่าการตรวจสอบและเฝ้าระวัง (Monitoring and surveillance) ยังไม่สามารถดำเนินการได้อย่างครอบคลุมและสม่ำเสมอ ยังไม่มีการจัดทำระบบสืบย้อนกลับ และไม่มีกฎหมายและระบบงานรองรับการเรียกคืนสินค้าและการแจ้งเตือนภัยด้านอาหาร ดังนั้น จึงเป็นปัจจัยเสริมให้เกิดจุดอ่อนในระบบการกำกับดูแลที่อาจส่งผลต่อคุณภาพและความปลอดภัยของผักและผลไม้

จากการศึกษาเชิงลึกในตัวบทบัญญัติของ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 เพื่อวิเคราะห์ความเป็นไปได้ในการใช้ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 สำหรับกำหนดมาตรการทางกฎหมายและมาตรการสนับสนุนดังกล่าวข้างต้น ผลการศึกษาพบว่ามาตรา 4 วรรคหนึ่ง ให้นิยามของ “อาหาร” หมายความว่า “วัตถุทุกชนิดที่คนกิน ดื่ม อม หรือนำเข้าสู่ร่างกายไม่ว่าด้วยวิธีการใด ๆ หรือในรูปลักษณะใด ๆ แต่ไม่รวมถึงยา วัตถุออกฤทธิ์ต่อจิตและประสาท หรือยาเสพติดให้โทษตามกฎหมายว่าด้วยการนั้น ฯลฯ” มาตรา 4 วรรคหก กำหนดนิยามคำว่า “ผลิต” หมายความว่า “ทำ ผสม ปรุงแต่ง และหมายความรวมถึงแบ่งบรรจุ” และมาตรา 6 ให้อำนาจรัฐมนตรีว่าการกระทรวงสาธารณสุขประกาศกำหนดเงื่อนไขหรือหลักเกณฑ์การผลิตอาหารเพื่อประโยชน์ในการควบคุมคุณภาพและความปลอดภัย ดังนั้น ผักและผลไม้ที่มุ่งหมายเพื่อเป็นอาหารมนุษย์ ไม่ว่าจะผ่านการแปรรูปขั้นต้นเพื่อบริโภคทันทีหรือไม่ก็ตาม สามารถตีความได้ว่าเป็นอาหารตามนิยามในมาตรา 4 วรรคหนึ่งโดยปริยาย ดังนั้น รัฐมนตรีว่าการกระทรวงสาธารณสุขจึงมีอำนาจกำหนดมาตรฐานกระบวนการผลิตสำหรับสถานประกอบการผลิตอาหาร ซึ่งในกรณีนี้คือสถานที่ที่ทำกิจกรรมหลังการเก็บเกี่ยว ได้แก่ การคัดทำความสะอาด ตัดแต่งและบรรจุผักและผลไม้ รวมทั้งมีอำนาจกำหนดมาตรฐานอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้องกับตัวผลิตภัณฑ์ โดยมีเงื่อนไขคือ ในการตรากฎหมายลำดับรอง (ประกาศกระทรวงสาธารณสุข) เพื่อกำหนดรายละเอียดของมาตรการการควบคุม ต้องกำหนดนิยามให้กระบวนการหลังการเก็บเกี่ยวดังกล่าวเป็นการผลิตหรือ “ทำ” ตามนัยของมาตรา 4 วรรคหก แล้วจึงกำหนดรายละเอียดในการควบคุมได้ตามอำนาจในมาตรา 6 ของ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522

สำหรับการวิเคราะห์กฎหมายเพื่อกำหนดมาตรการสนับสนุน ได้แก่ การเฝ้าระวัง การตามสอบย้อนกลับ และการแจ้งเตือนภัยด้านอาหาร พบว่ามาตรา 43–45 ให้อำนาจพนักงานเจ้าหน้าที่ที่แต่งตั้งตามมาตรา 5 ดำเนินการเฝ้าระวังการตกค้างของสารเคมีป้องกันและกำจัดศัตรูพืช ส่วนการสอบย้อนกลับพบว่าไม่มีมาตราใดให้อำนาจไว้อย่างชัดเจน แต่ทั้งนี้ ตามมาตรา 6 [10] ให้อำนาจรัฐมนตรีว่าการกระทรวงสาธารณสุขกำหนดหลักเกณฑ์และวิธีการแสดงฉลากอาหาร ดังนั้น จึงอาจใช้อำนาจในมาตรานี้กำหนดให้มีการฉลากหรือสัญลักษณ์ใด ๆ ที่มีรายละเอียดเกี่ยวกับที่มาหรือแหล่งเพาะปลูกผักและผลไม้เพื่อประโยชน์ต่อการตามสอบย้อนกลับ ส่วนการแจ้งเตือนภัยด้านอาหารนั้นไม่พบว่ามีมาตราใดให้อำนาจไว้อย่างชัดเจน โดยมีเพียงมาตรา 30 ที่ให้อำนาจสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยาประกาศผลการตรวจวิเคราะห์อาหารให้ประชาชนทราบในกรณีที่ผลการตรวจวิเคราะห์ทางห้องปฏิบัติการพบว่าอาหารเป็นอันตรายต่อสุขภาพ

จากการศึกษามาตรการกำกับดูแลผักและผลไม้ของต่างประเทศ (ตารางที่ 3) เห็นได้ว่าประเทศญี่ปุ่น ออสเตรเลียและสหภาพยุโรป มีมาตรฐานภาคบังคับเริ่มจากแหล่งรับซื้อรวบรวมผักและผลไม้ไปถึงการจำหน่าย โดยภาครัฐไม่ได้กำหนดให้ GAP เป็นมาตรฐานบังคับ แต่ใช้ระบบการตลาดและความต้องการของผู้บริโภค (Demand) เป็นแรงผลักให้แหล่งเพาะปลูกต้องมีการจัดทำ GAP ส่วนประเทศสหรัฐอเมริกาบังคับ GAP ในการทำการเกษตร แต่ GMP เป็นภาคสมัครใจ และประเทศแคนาดามีลักษณะคล้ายระบบของประเทศไทย แต่มาตรฐาน GMP สถานที่รวบรวมผลผลิตมีความครอบคลุมการผลิตเพื่อจำหน่ายภายในประเทศด้วย

จากภาพที่ 1 แสดงว่าผักและผลไม้ที่จำหน่ายในประเทศทั้งที่ผลิตภายในประเทศและที่นำเข้า ส่วนใหญ่ส่งผ่านตัวกลาง คือ สถานประกอบการรวบรวมและแปรรูปเบื้องต้น (คัด ทำความสะอาด ตัดแต่ง และบรรจุ) ก่อนจำหน่าย ดังนั้น สถานประกอบการรวบรวมและแปรรูปเบื้องต้นผักและผลไม้จึงเป็นจุดเชื่อมระหว่างการผลิตภาคเกษตรและการแปรรูปเพื่อจำหน่ายเป็นอาหาร จึงมีความเป็นไปได้ที่การมีมาตรฐานบังคับที่สถานประกอบการรวบรวมและแปรรูปเบื้องต้น (กลางน้ำ) จะทำให้เกิดการสร้างความต้องการสินค้าที่มีคุณภาพและปลอดภัยไปที่ต้นน้ำ และส่งต่อผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพและปลอดภัยไปที่ปลายน้ำ

ตารางที่ 3 มาตรการกำกับดูแลผักและผลไม้ของต่างประเทศ

ประเทศ	GAP เพาะปลูก	GMP คัด ตัดแต่ง บรรจุ	GMP แปรรูปเป็นอาหารพร้อมบริโภค	MRL สารเคมีฯ ตกค้าง	ระบบการตามสอบย้อนกลับ	การเฝ้าระวังความปลอดภัย	ระบบแจ้งเตือนภัย
ไทย	✓ (สมัครใจ)	✓ (สมัครใจ)*	✓ (บังคับ)	✓	×	✓	×
EU	✓ (สมัครใจ)	✓ (บังคับ)	✓ (บังคับ)	✓	✓	✓	✓
USA	✓ (บังคับ)	✓ (สมัครใจ)	✓ (สมัครใจ)	✓	✓	✓	✓
Canada	✓ (สมัครใจ)	✓ (สมัครใจ)	✓ (บังคับ)	✓	✓	✓	✓
Australia	✓ (สมัครใจ)	✓ (บังคับ)	✓ (บังคับ)	✓**	✓	✓	✓
Japan	✓ (สมัครใจ)	✓ (บังคับ)	✓ (บังคับ)		✓	✓	✓

× ไม่มี,

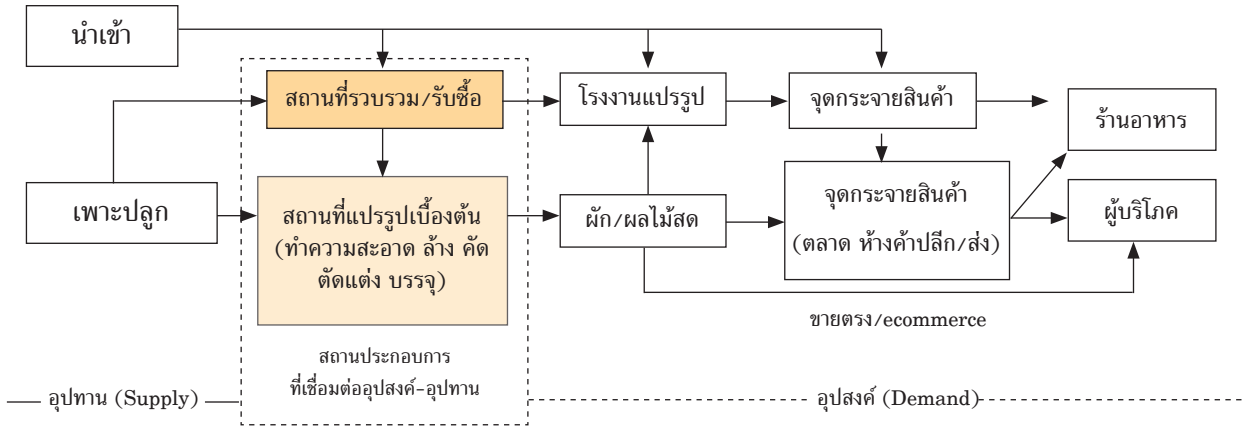
✓ มี,

* ผักและผลไม้บางชนิดเพื่อการส่งออกเท่านั้น,

** มีผลบังคับในนิวซีแลนด์ด้วย

GAP: Good Agricultural Practices; GMP: Good Manufacturing Practices;

MRL: Maximum Residue Limit



ภาพที่ 1 ห่วงโซ่อุปทานผักและผลไม้ที่จำหน่ายในประเทศ

จากการวิเคราะห์อำนาจ พ.ร.บ. อาหาร พ.ศ. 2522 ในข้างต้น การศึกษานี้จึงเสนอจุดที่เป็นโอกาสในการพัฒนามาตรการหลักทางกฎหมาย เพื่อควบคุมการผลิตผักและผลไม้ภายใต้เขตอำนาจ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 คือ การควบคุมกระบวนการผลิตที่จุดแปรรูปเบื้องต้นหลังการเก็บเกี่ยว ที่มีการดำเนินการคัด ทำความสะอาด ตัดแต่ง และบรรจุ เพื่อเป็นแรงผลักไปที่การเพาะปลูกให้มีการใช้ระบบ GAP ซึ่งเป็นมาตรการที่ (คาดว่า) มีผลโดยตรงต่อความปลอดภัยของผักและผลไม้ และเมื่อพิจารณาประกอบกับผลการศึกษาบทบัญญัติ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 การศึกษานี้จึงเสนอมาตรการสนับสนุนคือ ให้มีแสดงฉลากหรือสัญลักษณ์เพื่อการสืบย้อนกลับจากจุดจำหน่ายไปที่สถานที่รวบรวมคัดและบรรจุผักและผลไม้

ผลการประชุมกลุ่มเป้าหมาย (Focus group) เพื่อพิจารณาข้อเสนอจุดที่เป็นโอกาสในการพัฒนาดังกล่าว สามารถสรุปเป็นข้อเสนอทางเลือกทางกฎหมายเพื่อการกำกับดูแลผักและผลไม้ เพื่อนำไปสู่ขั้นตอนการประเมินผลกระทบ ดังนี้

ทางเลือกที่ 1: คงสถานการณ์เดิม โดยไม่เปลี่ยนแปลงลักษณะการดำเนินงานในปัจจุบัน

ทางเลือกที่ 2: กำหนดให้หลักเกณฑ์การปฏิบัติทางการเกษตรที่ดี (GAP) เป็นมาตรฐานบังคับ

ทางเลือกที่ 3: กำหนดให้หลักเกณฑ์วิธีการปฏิบัติทางการผลิตที่ดี (GMP) ของสถานที่คัด ตัดแต่งและบรรจุผักและผลไม้สด การแสดงฉลากและระบบตามสอบย้อนกลับ เป็นมาตรฐานบังคับ

ทางเลือกที่ 4: จัดทำแผนการเฝ้าระวังระดับประเทศ (National Surveillance) และระบบการแจ้งเตือนภัย (Alert system) สำหรับผักและผลไม้ทั้งผลิตในประเทศและนำเข้า

การประเมินผลกระทบทางกฎหมายและจัดลำดับความสำคัญของทางเลือก

ตารางที่ 4 แสดงผลการประเมินผลกระทบของแต่ละทางเลือกต่อผู้บริโภค ผู้ประกอบการ เศรษฐกิจการค้าทั้งในและระหว่างประเทศ และผลกระทบเชิงสังคม สิ่งแวดล้อมและสุขภาพ และการประเมินความพร้อมในการปฏิบัติตามมาตรการที่กำหนด ซึ่งได้จากการทำแบบประเมินรวม 20 คน ประกอบด้วยเจ้าหน้าที่หน่วยงานรัฐ 4 คน ผู้ทรงคุณวุฒิด้านการเกษตรและอาหาร 4 คน นักวิชาการจากสถาบันการศึกษา 4 คน และผู้บริโภค 8 คน ทั้งนี้ ผู้ประกอบการค้าส่งและค้าปลีก และองค์กรอิสระภาคเอกชนปฏิเสธการทำแบบประเมิน พบว่าทางเลือกที่ 3 คือ กำหนดให้หลักเกณฑ์วิธีการปฏิบัติทางการผลิตที่ดี (GMP) ของสถานที่คัด ตัดแต่งและบรรจุผักและผลไม้สด การแสดงฉลาก และระบบตามสอบย้อนกลับ เป็นมาตรฐานบังคับที่ได้คะแนนผลรวมของประสิทธิผลจากทุกตัวชี้วัดสูงที่สุด (210 คะแนน) ดังนั้น จึงเป็นทางเลือกที่มีลำดับความสำคัญมากที่สุดที่จะกำหนดเป็นมาตรการกำกับดูแลผักและผลไม้สดปลอดภัยตลอดห่วงโซ่

ตารางที่ 4 ผลการประเมินผลกระทบของทางเลือกมาตรการทางกฎหมายในการกำกับดูแลคุณภาพและความปลอดภัยผักและผลไม้

ตัวชี้วัดที่	คะแนนการประเมินถ่วงน้ำหนัก *			
	ทางเลือกที่ 1	ทางเลือกที่ 2	ทางเลือกที่ 3	ทางเลือกที่ 4
1. ผลกระทบต่อผู้บริโภค				
1.1	5	10	15	15
1.2	0	10	15	5
1.3	3	6	6	9
1.4	3	6	9	6
1.5	8	4	0	8
2. ผลกระทบต่อผู้ประกอบการ ทั้งผู้ผลิตและผู้นำเข้า				
2.1	10	5	10	10
2.2	5	10	10	10
2.3	5	10	10	10
2.4	0	18	18	18
2.5	0	12	12	6
2.6	0	12	12	6
2.7	6	12	12	12
3. ผลกระทบเชิงเศรษฐกิจการค้า				
3.1	0	3	4.5	3
3.2	1.5	3	3	3
3.3	0.5	1.5	1	1.5
3.4	0	3	2	2
3.5	0.5	1.5	0.5	0.5
4. ผลกระทบเชิงสังคม สิ่งแวดล้อม และสุขภาพ				
4.1	0	6	4	4
4.2	0	3	1	1
4.3	1	2	1	1
4.4	1	3	2	2
5. ความพร้อมในการปฏิบัติตามมาตรการที่กำหนด				
5.1	3	2	24	24
5.2	3	2	30	30
5.3	3	1	6	9
คะแนนรวมผลกระทบทุกด้าน	146.5	200	210	198

* ผลคูณของน้ำหนักแต่ละตัวชี้วัด (ตารางที่ 1) กับคะแนนที่ได้ (ตารางที่ 2)

ของประเทศไทย โดยผู้ทำแบบประเมินให้เหตุผลว่าการบังคับใช้ทางเลือกที่ 3 ช่วยให้ผู้บริโภคมีความมั่นใจในการบริโภคผักและผลไม้สดมากขึ้น การบังคับแสดงฉลากผักและผลไม้สดทำให้ผู้บริโภคมีข้อมูลในการตัดสินใจเลือกซื้อและบริโภค ทำให้ผู้ประกอบการยกระดับมาตรฐานด้านคุณภาพและความปลอดภัยของผักและผลไม้ และเป็นแรงผลักดันให้มีการจัดทำระบบ GAP สามารถใช้เป็นเงื่อนไขในการซื้อขาย รวมทั้งจะช่วยส่งเสริมการส่งออกผักและผลไม้ทางอ้อม เนื่องจากการมีระบบประกันคุณภาพช่วยสร้างความมั่นใจให้แก่คู่ค้า อย่างไรก็ตาม อาจมีผลกระทบเชิงลบทำให้ผักและผลไม้มีราคาที่สูงขึ้น เนื่องจากผู้ประกอบการต้องลงทุนในการพัฒนาสถานที่ผลิตและสร้างระบบประกันคุณภาพ และภาครัฐต้องเตรียมความพร้อมเจ้าหน้าที่ การงบประมาณและระบบงานเพื่อรองรับมาตรการดังกล่าว

วิจารณ์

การศึกษานี้ทำการพัฒนาทางเลือกทางกฎหมายดำเนินการโดยศึกษากฎหมายและมาตรการกำกับดูแลของภาครัฐตลอดทั้งของประเทศไทยและต่างประเทศ ซึ่งพบว่าประเทศไทยมีกฎหมายที่ให้อำนาจโดยตรง จำนวน 2 ฉบับ ได้แก่ พ.ร.บ.มาตรฐานสินค้าเกษตร พ.ศ. 2551 ให้อำนาจรัฐมนตรีว่าการกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ในการกำหนดมาตรการกำกับดูแลในช่วงต้นน้ำ (การเพาะปลูก) ถึงกลางน้ำ (การจัดการหลังการเก็บเกี่ยว) และ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 ให้อำนาจรัฐมนตรีว่าการกระทรวงสาธารณสุขในการกำหนดมาตรการกำกับดูแลช่วงกลางน้ำ (การจัดการหลังการเก็บเกี่ยวกรณีผักและผลไม้ที่มุ่งหมายเพื่อเป็นอาหารมนุษย์) ถึงปลายน้ำ (การแปรรูปและจำหน่าย) อย่างไรก็ตาม เมื่อพิจารณาการบังคับใช้กฎหมายดังกล่าวในปัจจุบันพบว่ามาตรการภายใต้ พ.ร.บ.มาตรฐานสินค้าเกษตร พ.ศ. 2551 ส่วนใหญ่เป็นมาตรการภาคสมัครใจโดยไม่มีสภาพบังคับให้การเพาะปลูกต้องมีการควบคุมมาตรฐานการผลิตและมาตรฐานความปลอดภัยของผลผลิต จะมีเพียงการควบคุมความปลอดภัยที่ปลายของห่วงโซ่อุปทาน โดยกระทรวงสาธารณสุขประกาศกำหนดมาตรฐานการตกค้างสูงสุดของสารเคมีป้องกันและกำจัดศัตรูพืชในผักและผลไม้ที่เป็นมาตรฐานบังคับภายใต้ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2552 แสดงให้เห็นว่าปัจจุบันระบบการกำกับดูแลความปลอดภัยของผักและผลไม้ตามกฎหมายภายในประเทศในปัจจุบัน ยังเป็นมาตรการเชิงรับที่ปลายห่วงโซ่อุปทาน ซึ่งหากผักและผลไม้มีการตกค้างของสารเคมีตั้งแต่ต้นทางจะไม่สามารถควบคุมหรือกำจัดให้อยู่ในเกณฑ์ที่ปลอดภัยได้ ส่งผลให้ยังพบรายงานว่ามีการตกค้างของสารเคมีป้องกันและกำจัดศัตรูพืชในผักและผลไม้อยู่

จากการศึกษามาตรการกำกับดูแลผักและผลไม้ของต่างประเทศ เห็นได้ว่าประเทศพัฒนาแล้วส่วนใหญ่มีมาตรฐานภาคบังคับควบคุมกระบวนการผลิต ณ จุดใดจุดหนึ่งของห่วงโซ่อุปทาน เช่น มาตรฐาน GAP การเพาะปลูก (สหรัฐอเมริกา) หรือมาตรฐาน GMP สถานที่รวบรวม คัดและบรรจุผักและผลไม้ (ออสเตรเลีย ญี่ปุ่น สหภาพยุโรป แคนาดา) เมื่อเปรียบระบบกำกับดูแลความปลอดภัยผักและผลไม้ของประเทศไทย พบว่า ประเทศไทยไม่มีการกำหนดมาตรฐานการผลิตที่เป็นมาตรฐานบังคับในช่วงต้นและกลางของห่วงโซ่อุปทาน ยกเว้นกรณีผักและผลไม้แปรรูปเบื้องต้นเท่านั้นที่ต้องปฏิบัติตามหลักเกณฑ์ GMP ซึ่งผลจากการศึกษานี้พบว่าควรกำหนดมาตรฐานบังคับด้านหลักเกณฑ์ GMP ของสถานที่คัด ตัดแต่งและบรรจุผักและผลไม้สด รวมทั้งบังคับการแสดงฉลาก และมีระบบตามสอบย้อนกลับ ซึ่งเป็นระบบของประเทศญี่ปุ่น ออสเตรเลีย และสหภาพยุโรป คือ ไม่บังคับ GAP แต่บังคับใช้ GMP โรงคัด บรรจุและแปรรูปเบื้องต้น ร่วมกับการสร้างความเข้มแข็งของมาตรการสนับสนุนในการกำกับดูแล เช่น การมีระบบตามสอบย้อนกลับ เป็นต้น

ข้อเสนอมาตรการดังกล่าว มีความเป็นไปได้เมื่อพิจารณาภายใต้บริบทของประเทศไทย ซึ่งตามข้อมูลสำมะโนการเกษตรปี 2556 รายงานว่า เกษตรกรไทยทั้งหมด 5.9 ล้านราย และส่วนใหญ่ (ประมาณร้อยละ 96.4) ทำการเพาะปลูกพืช[7] จึงประเมินได้ว่าการบังคับใช้ GAP โดยตรงแก่เกษตรกรทุกรายทันทีดังเช่นในประเทศสหรัฐอเมริกา น่าจะเป็นมาตรการที่บังคับใช้ได้ยากในระยะเวลาอันสั้น เนื่องจากเกษตรกรจำนวนมากต้องอาศัยเวลาในการปรับตัว ทั้งด้านองค์ความรู้และการลงทุนในการปรับเปลี่ยนระบบการเพาะปลูก รวมถึงการเตรียมการของภาครัฐในการกำกับดูแล ขณะที่ผู้ประกอบการ

รับซื้อและแปรรูปเบื้องต้น (ทำความสะอาด คัด ตัดแต่งและบรรจุ) แม้ว่าจะยังไม่มีการจัดเก็บจำนวนผู้ประกอบการที่ชัดเจน แต่สามารถสันนิษฐานได้ว่ามีจำนวนน้อยกว่าเกษตรกรรายย่อย ดังนั้น จึงมีความเป็นไปได้ในการบังคับใช้มาตรการควบคุมมาตรฐานการผลิต GMP ที่จุดกลางห่วงโซ่อุปทาน ซึ่งเป็นจุดเชื่อมต่อระหว่างอุปสงค์และอุปทาน

นอกจากนี้ ผลจากการศึกษาพบว่าผู้ทำแบบประเมินในการศึกษานี้ให้ความเห็นว่า มาตรการดังกล่าวจะทำให้เกิดผลกระทบต่อเศรษฐกิจและสังคมทั้งเชิงบวกและลบ ซึ่งผลกระทบเชิงบวกคือจะทำให้ผักและผลไม้มีความปลอดภัยจากสารเคมีตกค้าง โดยมาตรการควบคุม GMP ที่กลางของห่วงโซ่อุปทานดังกล่าว จะเป็นการสร้างแรงจูงใจและแรงผลักให้เกษตรกรเริ่มพัฒนามาตรฐานการผลิตที่ส่วนต้นของห่วงโซ่อุปทาน ทั้งนี้ ผลกระทบด้านลบของมาตรการอาจทำให้ราคาของผักและผลไม้เพิ่มสูงขึ้น อย่างไรก็ตาม สินค้าเกษตรเป็นสินค้าที่เน่าเสียได้ ดังนั้น การเปลี่ยนแปลงราคา (ทั้งเพิ่มและลด) จะมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงปริมาณการซื้อไม่มาก การตั้งราคาสินค้าเกษตรจึงไม่สามารถตั้งราคาที่สูงมากได้ และมีการศึกษาพบว่าการกำหนดราคาของผักและผลไม้ปลอดสารพิษที่สูงกว่าราคาผักและผลไม้ทั่วไปในท้องตลาดจะเป็นการแสดงถึงคุณภาพของผักและผลไม้ ทั้งนี้ ผู้บริโภคมักเปรียบเทียบคุณค่า (Value) ของสินค้ากับราคา (Price) ของสินค้านั้น และจะตัดสินใจซื้อเมื่อคุณค่าสูงกว่าราคา [8] ดังนั้น เพื่อลดผลกระทบด้านลบดังกล่าว จึงควรมีมาตรการรองรับผลกระทบจากการเปลี่ยนแปลงราคาสินค้าโดยการสร้างการรับรู้ของผู้บริโภคเกี่ยวกับคุณค่าของผักและผลไม้ปลอดภัยให้มากขึ้น

ในส่วนของมาตรการแสดงฉลากและการตามสอบย้อนกลับนั้น แม้ว่าจะไม่มีผลโดยตรงต่อคุณภาพและความปลอดภัยของผักและผลไม้ แต่ก็มีผลทางอ้อมให้เกิดการพัฒนาระบบการผลิตเพื่อให้ได้ผลผลิตที่มีคุณภาพและความปลอดภัย โดยสอดคล้องกับการศึกษาของ Buurma และ Saranark [9] ที่พบว่าการมีศูนย์คัด ตัดแต่งและบรรจุผักและผลไม้ในระดับภูมิภาค (กรณีศึกษาจังหวัดราชบุรี) เป็นตัวกลางรับซื้อผลผลิตโดยตรงจากเกษตรกรและทำหน้าที่บริหารจัดการหลังการเก็บเกี่ยวจนถึงการจำหน่าย รวมทั้งทำหน้าที่เป็นผู้ส่งเสริมความรู้ด้านการผลิตให้แก่เกษตรกรเป็นปัจจัยสำคัญช่วยผลักดันให้เกษตรกรเกิดการพัฒนามาตรฐานการผลิตระดับฟาร์ม ทำให้ได้ผลผลิตที่มีคุณภาพและปลอดภัยและสร้างความเชื่อมั่นด้านความปลอดภัยของผลผลิตให้แก่ผู้รับซื้อผลผลิต และสอดคล้องกับการศึกษาของ Zhao and Zhou [10] พบว่าการสร้างระบบตามสอบย้อนกลับคุณภาพของสินค้าเกษตร (Quality tracing system) ไม่ได้มีผลโดยตรงต่อคุณภาพและความปลอดภัยของผลผลิต แต่เป็นปัจจัยที่ช่วยเพิ่มระดับความปลอดภัยของสินค้าเกษตร และช่วยลดต้นทุนการด้านตรวจสอบก่อนการแปรรูป (ex-ante inspection) นอกจากนี้ ระบบตามสอบย้อนกลับยังมีประโยชน์ในการวิเคราะห์สาเหตุของปัญหาที่เกี่ยวข้องกับคุณภาพและความปลอดภัยได้แม่นยำและนำไปสู่การแก้ไขปัญหาได้อย่างตรงจุด [11]

สรุป

การศึกษาเชิงลึกในตัวบทบัญญัติของ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 เพื่อวิเคราะห์ความเป็นไปได้ในการใช้อำนาจตาม พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 สำหรับกำหนดมาตรการทางกฎหมายและมาตรการสนับสนุนการกำกับดูแลความปลอดภัยของผักและผลไม้สดที่จำหน่ายในประเทศ และจากการประเมินผลกระทบเชิงบวกจากการกำหนดมาตรการกำกับดูแลความปลอดภัยของผักและผลไม้สดที่จำหน่ายในประเทศ โดยใช้การวิเคราะห์พหุหลักเกณฑ์ (Multiple-criteria analysis) พบว่าการกำหนดให้หลักเกณฑ์วิธีการปฏิบัติทางการผลิตที่ดี (GMP) ของสถานที่คัด ตัดแต่งและบรรจุผักและผลไม้สด การแสดงฉลาก และระบบตามสอบย้อนกลับเป็นมาตรฐานบังคับที่มีผลทางกฎหมาย เป็นมาตรการที่มีผลกระทบเชิงบวกต่อผู้มีส่วนได้ส่วนเสียในห่วงโซ่อุปทานผักและผลไม้มากที่สุด และมีความเป็นไปได้ในการบังคับใช้ภายใต้บริบทของประเทศไทยในปัจจุบัน การศึกษานี้เสนอให้มีการบังคับใช้ GMP สถานที่คัด ตัดแต่งและบรรจุผักและผลไม้โดยการออกประกาศกระทรวงสาธารณสุขที่อาศัยอำนาจตามมาตรา 6(7) ของ พ.ร.บ.อาหาร พ.ศ. 2522 ควบคู่กับจัดทำระบบตามสอบย้อนกลับจากแหล่งจำหน่ายไปถึงแหล่งผลิต และการแสดงฉลาก

เอกสารอ้างอิง

1. Diet, nutrition and the prevention of chronic disease: Report of a joint WHO/FAO expert consultation; 2002 Jan 28 – Feb 1. (WHO technical report series 916). Geneva: World Health Organization; 2003.
2. สถาพร โอภาสานนท์. การตัดสินใจแบบพิจารณาหลายเกณฑ์ (2). ว บริหารธุรกิจ. 2556; 36(140): 5-9.
3. อภิรดี สรวิสูตร. การตัดสินใจแบบหลายหลักเกณฑ์: เปรียบเทียบแนวคิดและวิธีการระหว่าง SAW AHP และ TOPSIS. ว มหาวิทยาลัยนราธิวาสราชนครินทร์ 2559; 8(2): 180-92.
4. เพลิน จำแนกพล. ทางเลือกเชิงนโยบายเพื่อการควบคุมสถานที่ผลิตเครื่องสำอางควบคุม. ว อาหารและยา 2559; 23(2): 54-62.
5. ณัฐพล จันทร์แก้ว, สุเพชร จิรขจรกุล. การวิเคราะห์หาหมู่บ้านที่ได้รับผลกระทบจากภาวะเสี่ยงต่อความแห้งแล้งระดับลุ่มน้ำด้วยระบบภูมิสารสนเทศ สำหรับการตัดสินใจแบบพหุเกณฑ์ในเขตพื้นที่ลุ่มน้ำชี. ว วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี 2552; 17(1): 31-9.
6. OECD Legal Instruments. Recommendation of the council on improving the quality of government regulation. [online]. 1995; [cited 2016 Jun 10]; [13 screens]. Available from: URL: https://legalinstruments.oecd.org/en/instruments/128.
7. สำนักงานสถิติแห่งชาติ. สำมะโนการเกษตร พ.ศ.2556 ทั่วราชอาณาจักร. กรุงเทพฯ: สำนักสถิติพยากรณ์ สำนักงานสถิติแห่งชาติ; 2557.
8. กนกพร นาคชาตรี. พฤติกรรมการซื้อผักและผลไม้ปลอดสารพิษ จากร้านโกลเด้นเพลสของผู้บริโภคในกรุงเทพมหานคร [สารนิพนธ์]. สาขาวิชาการตลาด, คณะบริหารธุรกิจ. กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ; 2554.
9. Buurma J, Saranark J. Supply-chain development for fresh fruits and vegetables in Thailand. In: Ruben R, Slingerland M, Nijhoff H, editors. Agro-food chains and networks for development. Netherlands: Springer; 2006. p. 119-127.
10. Zhao J, Zhou B. The effect of quality tracing system on safety of agricultural product. Economics Research International. vol. 2015, Article ID 895842. [online] 2015; [cited 2018 Feb 21]; [7 screens]. Available from: URL: https://www.hindawi.com/journals/ecri/2015/895842/.
11. Aung MM, Chang YS. Traceability in food supply chain: safety and quality perspective. Food Control 2014; 39: 172-84.

Multiple Criteria Analysis for Pesticides Control Measures in Fruits and Vegetables

Tipvon Parinyasiri* **and Chaniphun Butryee****

** Food and Drug Administration, Tiwanond Road, Nonthaburi 11000*

*** Institute of Nutrition, Mahidol University, Salaya, Phutthamonthon, Nakhonpathom 73170, Thailand*

Abstract The study was aimed to develop regulatory measures for improvement of safety of fresh fruits and vegetables sold in domestic markets based on the Food Act of 1979 and the principle of Good Regulatory Practices (GRP). Potential regulatory measures were developed by analysis of the existing national and international laws and regulations related to quality and safety control of fresh fruits and vegetables and information obtained from documents as well as meeting minutes of target groups. To prioritise any proposed measures, regulatory impact assessment (RIA) was performed by multi-criteria analysis using an assessment checklist that was developed based on the OECD Reference Checklist for Regulatory Decision-making. The RIA checklist, containing 24 key indicators with impacts on consumers, producers, economics, society, environment and health, and readiness to comply with the measures, was assessed by 20 individuals, including government officers, academic staffs and consumers. According to the highest RIA score (210 poits), implementation of Good Manufacturing Practices (GMP) for the premise of sorting, cutting and packing of fresh fruits and vegetables as a mandatory standard along with having mandatory requirements on labeling and traceability of fresh fruits and vegetables at a retail level could be the most effective measures to be considered for setting up legal control measures under the Food Act of 1979 to ensure safety of fresh fruits and vegetables sold in Thailand.

Keywords: Vegetables, Fruits, Good Regulatory Practices, Multi-criteria analysis

ใบสมัครเป็นสมาชิก
วารสารกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

ชื่อ.....

ที่อยู่.....

อาชีพ.....

โทรศัพท์.....E-mail.....

ต้องการรับ วารสารกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ เวลา 1 ปี (4 ฉบับ) เป็นเงิน 200.- บาท

ตั้งแต่ปี.....

พร้อมนี้ได้ส่ง ☐ ธนาณัติ ☐ ตั๋วแลกเงินไปรษณีย์

☐ เงินสด

สั่งจ่าย **นางสาวน้ำฝน น้อยประเสริฐ**

ห้องสมุดกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

ซอยโรงพยาบาลบำราศนราดูร ถนนติวานนท์ นนทบุรี 11000

โทร. 0-2589-9850-8 ต่อ 99339

สั่งจ่าย ปณฝ. กระทรวงสาธารณสุข รหัสไปรษณีย์ 11004

THE BULLETIN OF THE DEPARTMENT OF MEDICAL SCIENCES

The bulletin of the Department of Medical Sciences is an official publication of the Department of Medical Sciences, Ministry of Public Health. It is devoted to the dissemination of knowledge concerning medical sciences and the facilitation of co-operation among scientists.

Owner	Department of Medical Sciences, Ministry of Public Health	
Administrative Advisor	Sukhum Karnchanapimai	Phichet Banyati
	Somlerk Jeungsamarn	
Technical Advisor	Prasert Thongcharoen	Amara Vongbuddhapitak
	Mayura Kusum	Jongdee Wongpinairat
	Pimjai Naigowit	Supatra Im-Erb
	Panadda Silva	Sumol Pavittranon
	Teeranart Jivapaisarnpong	
Editor	Busarawan Sriwanthana	Department of Medical Sciences
Assistant Editor	Kanokporn Atisook	Department of Medical Sciences
Editorial Board	Prasert Auewarakul	Siriraj Hospital, Mahidol University
	Pilaipan Puthavathana	Siriraj Hospital, Mahidol University
	Punnee Pitisuttithum	Mahidol University
	Pintip Pongpech	Chulalongkorn University
	Suchada Chaisawadi	King Mongkut's Institute of Technology Thonburi
	Danai Tiwawech	Naresuan University
	Suwanna Charunut	Huachiew Chalermprakiet University
	Hansa Chaivanit	Independent scholar
	Pathom Sawanpanyalert	Office of the Permanent Secretary, Ministry of Science and Technology
	Usavadee Thavara	Independent scholar
	Punthip Teeyapant	Independent scholar
	Salakchit Chutipongvivate	Office of the Permanent Secretary, Ministry of Public Health
	Duanthanorm Promkhatkaew	Department of Medical Sciences
	Suthon Vongsheree	Department of Medical Sciences
	Siri Srimanoroth	Department of Medical Sciences
	Wichuda Jariyapan	Department of Medical Sciences
	Supanee Duangteraprecha	Department of Medical Sciences
Administration	Namfon Noiprasert	Department of Medical Sciences
	Prasan Julwong	Department of Medical Sciences

Subscription Rate The Bulletin of the Department of Medical Sciences is published quarterly. Annual subscription rate is ฿ 200.00 for domestic and US.$ 50.00 for all other countries.

Office Department of Medical Sciences
88/7 Soi Tiwanond 14, Tiwanond Rd., Nonthaburi 11000, Thailand.
Tel. 0-2951-0000 Fax: 0-2951-1297

Printed by Aroonkarnpim Ltd., Part.
457/6-7 Phra Sumen Road, Bangkok 10200
Tel. 0-2282-6033-4

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
DEPARTMENT OF MEDICAL SCIENCES

เปิดใจ ใฝ่รู้ คู่คุณธรรม นำหลักวิชาการ มาตรฐานสากล

www.dmsc.moph.go.th