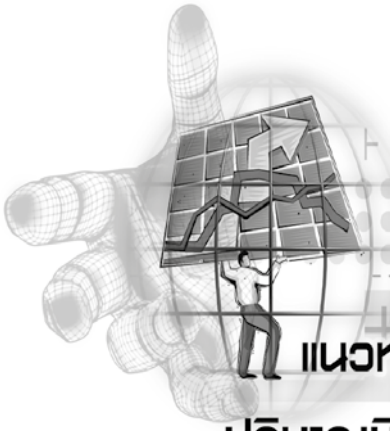

สรรสาระ

แนวทางการจัดทำความสมเหตุสมผลของการวัดปริมาณบิสฟีนอล-เอ-ไดไกลซิดิลอีเทอร์และอนุพันธ์ในกระป๋องโลหะ

จุฑาทิพย์ ลาภวิบูลย์สุข*

ผลการทดสอบที่มีความถูกต้องและน่าเชื่อถือนั้นได้จากวิธีมาตรฐานต่าง ๆ ที่ได้รับการยอมรับ วิธีที่ผู้อื่นพัฒนาขึ้นหรือวิธีที่พัฒนาขึ้นเองในห้องปฏิบัติการก็สามารถนำมาใช้ได้ แต่ก่อนนำมาใช้ต้องมีการตรวจสอบความสมเหตุสมผล (validity) ของการวัด วิธีมาตรฐานที่นำมาใช้โดยไม่มีการเปลี่ยนแปลงใด ๆ ก็ต้องทวนสอบ (verification) ความถูกต้องของวิธี รวมถึงความสอบกลับได้ของผลการวัด (traceability) ไปยังหน่วย SI ผลการวัดของห้องปฏิบัติการมีบทบาทสำคัญต่อผู้บริโภคและการลดปัญหาการกีดกันทางการค้า โดยผลการทดสอบที่มีความแม่น (accuracy) และความเที่ยง (precision) สามารถใช้เป็นเกณฑ์ในการตัดสินข้อขัดแย้งทางการค้าได้ บทความนี้จะกล่าวถึงเรื่องแนวทางการจัดทำความสมเหตุสมผลของการหาปริมาณบิสฟีนอล-เอ-ไดไกลซิดิลอีเทอร์และอนุพันธ์ในวัสดุสัมผัสอาหาร การประเมินความไม่แน่นอนและการควบคุมคุณภาพของผลการทดสอบ

ความสำคัญของการทดสอบบิสฟีนอล-เอ-ไดไกลซิดิลอีเทอร์และอนุพันธ์ 5 ชนิดในวัสดุสัมผัสอาหาร

การเคลือบกระป๋องด้วยสารเคลือบหรือที่เรียกว่าแลกเกอร์นั้นสามารถป้องกันการกัดกร่อนและการเคลื่อนย้ายของโลหะต่างๆ ลงสู่อาหารที่บรรจุในกระป๋องได้ อย่างไรก็ตามสารมอนอเมอร์หรือบิสฟีนอล-เอ-ไดไกลซิดิลอีเทอร์ (BADGE) ที่ใช้ในการผลิตแลกเกอร์ที่ยังคงเหลืออยู่สามารถเคลื่อนย้ายมาปนเปื้อนกับอาหารและเครื่องดื่มโดย BADGE สามารถทำปฏิกิริยากับน้ำหรือกรดในอาหารได้สารอนุพันธ์ 5 ชนิด ได้แก่ BADGE•H_2O, BADGE•2H_2O, BADGE•HCl, BADGE•2HCl และ BADGE•H_2O•HCl ซึ่งอาจก่อให้เกิดอันตรายต่อสุขภาพได้ ถ้ามีการปนเปื้อนในปริมาณที่เกินกว่าเกณฑ์มาตรฐานกำหนดของสหภาพยุโรป Regulation No.1895/2005 ซึ่งมีผลบังคับใช้ตั้งแต่ 1 มกราคม 2549 กำหนดการเคลื่อนย้ายของ BADGE, BADGE•H_2O และ BADGE•2H_2O ปริมาณรวมกันไม่เกิน 9 mg/6 dm^2 หรือ 9 mg/kg ในอาหารหรือสารละลายตัวแทนอาหาร (food simulants) สำหรับ BADGE•HCl, BADGE•2HCl และ BADGE•H_2O•HCl ปริมาณรวมกันไม่เกิน 1 mg/6 dm^2 หรือ 1 mg/kg ในอาหารหรือสารละลายตัวแทนอาหาร

แนวทางการจัดทำความสมเหตุสมผลของการวัด

การจัดทำความสมเหตุสมผลของการวัดหรือการทวนสอบของการหาปริมาณบิสฟีนอล-เอ-ไดไกลซิดิลอีเทอร์และอนุพันธ์ 5 ชนิด โดยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์มานซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี (High performance liquid chromatography) เพื่อยืนยันความถูกต้องและความน่าเชื่อถือของผลการทดสอบ ได้เลือกใช้วิธีมาตรฐาน European Standard EN 15136 : 2006 และดำเนินการทวนสอบวิธีตามคุณลักษณะเฉพาะต่าง ๆ ดังนี้

* นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ โครงการวิทยาศาสตร์ชีวภาพ

1. การทดสอบความแม่น พิจารณาจากค่าการคืนกลับ (% recovery) โดยการเติมสิ่งที่ต้องการวิเคราะห์ที่เป็นสารมาตรฐานลงในตัวอย่างที่ไม่มีสิ่งที่เจตนาวัดที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ อยู่ในช่วงการใช้งานที่เหมาะสม และทำการวิเคราะห์ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ

2. การทดสอบความเที่ยง พิจารณาจากการทวนซ้ำได้ (repeatability) แสดงด้วยค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของการทวนซ้ำได้ (relative standard deviation of repeatability, % RSDr) ซึ่งทำการวิเคราะห์ซ้ำ 10 ซ้ำ

3. การทดสอบช่วงใช้งานที่เหมาะสม พิจารณาจากการทดสอบความเป็นเส้นตรง (linearity) ศึกษาช่วงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานบิสฟีนอล-เอ-ไดไกลซิดิลอีเทอร์และสารอนุพันธ์ 5 ชนิด โดยการตรวจสอบความสัมพันธ์เชิงเส้นจากการหาค่า R2

4. ขีดจำกัดของการตรวจพบ (Limit of Detection, LOD) และขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantitation, LOQ) ศึกษาโดยวิเคราะห์ 10 ซ้ำ และคำนวณหาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) เพื่อหาค่า LOD และ LOQ เมื่อได้ค่า LOQ แล้ว ควรศึกษาเพื่อยืนยันค่า LOQ ที่ได้จากการคำนวณ โดยทำการวิเคราะห์ซ้ำ 10 ซ้ำ และคำนวณหาความถูกต้อง ซึ่งพิจารณาจากความแม่นและความเที่ยง

การประเมินความไม่แน่นอนของผลการทดสอบ

1. กำหนดรายละเอียดของสิ่งที่เจตนาวัด แสดงขั้นตอนที่ชัดเจนของการวัด เช่น รูปแบบของ flow chart ระบุเครื่องมือและสารมาตรฐาน การแสดงปริมาณของการวัดในรูปสมการสำหรับการคำนวณผลการวิเคราะห์

2. การรวบรวมแหล่งที่มาของค่าความไม่แน่นอนที่คาดว่ามีผลต่อการวัดโดยสามารถแสดงในรูปแบบแผนภูมิก้างปลา

3. คำนวณค่าความไม่แน่นอนของแต่ละแหล่งที่มาและค่าความไม่แน่นอนมาตรฐาน ซึ่งค่าความไม่แน่นอนสามารถแบ่งเป็น 2 ชนิด คือ Type A : ค่าความไม่แน่นอนที่ได้มาจากวิธีการสถิติ และ Type B: ค่าความไม่แน่นอนที่ได้จากวิธีอื่น ๆ

3.1 การประมาณค่าความไม่แน่นอนจากการทดลองชนิด Type A ทำโดยการวิเคราะห์ซ้ำ (repeatability) และหาค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานของค่าเฉลี่ย (Standard error of the mean, SEM) จากสมการ Standard error of the mean = SD/

3.2 การประมาณค่าความไม่แน่นอนที่ได้จากวิธีอื่น ๆ ชนิด Type B จากข้อมูลที่มีอยู่ในใบรับรองต่าง ๆ เช่น การสอบเทียบและข้อมูลจากผู้ผลิตเครื่องมือหรืออุปกรณ์ต่าง ๆ เป็นต้น ถ้าในกรณีที่ค่าความไม่แน่นอนนั้นไม่ได้อยู่ในรูปความไม่แน่นอนมาตรฐาน (standard uncertainty) หรือการกระจายไม่เป็นแบบปกติ (normal distribution) ต้องทำการเปลี่ยนปริมาณนั้นให้อยู่ในรูปความไม่แน่นอนมาตรฐานโดยขึ้นกับชนิดการกระจายตัวของข้อมูลนั้น

3.3 การรวมค่าความไม่แน่นอน (combined uncertainty) โดยผลของค่าความไม่แน่นอนจะสะท้อนให้เห็นถึงปัจจัยต่าง ๆ ที่แสดงปริมาณนั้น ๆ จากการกำหนดไว้ในข้อ 1 สำหรับค่าสัมประสิทธิ์ความไวสัมพัทธ์ (related sensitivity coefficient) สามารถหาได้จากค่าอนุพันธ์ของ y เทียบกับตัวแปร xi ตามสมการ

$$u(y,x_i) = c_i \cdot u(x_i) = \frac{\partial y}{\partial x} \cdot u(x)$$

$u(y,x_i)$ แสดงค่าความไม่แน่นอนของ y ที่เกิดขึ้นจากค่าความไม่แน่นอนของ x_i

การรวมค่าความไม่แน่นอนไม่สามารถทำได้โดยการรวมค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานโดยตรง เนื่องจากค่าตั้งต้น และหน่วยแตกต่างกัน ต้องเปลี่ยนค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานเป็นค่าความไม่แน่นอนสัมพัทธ์ก่อน ซึ่งหาได้จากการหารค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานด้วยค่าขององค์ประกอบนั้น

4. ค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานรวม (Combined standard uncertainty) โดยใช้ law of propagation of errors และเปลี่ยนความไม่แน่นอนสัมพัทธ์เป็นความไม่แน่นอนรวมมาตรฐาน (uc) ดังสมการ

$$u(y(x_1,x_2,\ldots)) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} u(y,x)_i^2}$$

5. ค่าความไม่แน่นอนขยาย (Expanded uncertainty) เป็นค่าความไม่แน่นอนที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ดังนั้นจึงใช้การขยายความไม่แน่นอนมาตรฐานโดยการคูณด้วยค่าที่บอกความเชื่อมั่น (coverage factor, k) ที่ 95% มีค่าเท่ากับ 2

ค่าความไม่แน่นอนที่คำนวณได้ต้องนำมาพิจารณาว่าเป็นไปตามวัตถุประสงค์ที่กำหนดหรือไม่ หากสอดคล้องกับเป้าหมายที่กำหนดแสดงว่าวิธีทดสอบนี้เหมาะสมกับการใช้งาน

การควบคุมคุณภาพของผลการทดสอบ

การทดสอบตัวอย่างในห้องปฏิบัติการควรดำเนินการควบคุมคุณภาพของผลการทดสอบซึ่งสามารถทำได้หลายวิธีตามความเหมาะสม ดังนี้

1. การใช้ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานเป็นตัวอย่างควบคุม ในกรณีที่ไม่สามารถหาตัวอย่างควบคุมที่เหมาะสมได้ และคำนวณค่าการคืนกลับ โดยพิจารณาให้อยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับตามที่ห้องปฏิบัติการกำหนด

2. การวิเคราะห์ซ้ำ พิจารณาตามเกณฑ์การยอมรับ ถ้าไม่เป็นไปตามเกณฑ์ต้องทำการทดสอบตัวอย่างใหม่ หากการวิเคราะห์ตัวอย่างซ้ำใหม่แล้วผลการทดสอบเกินเกณฑ์ที่กำหนดต้องดำเนินหาสาเหตุที่เกิดขึ้นก่อนการวิเคราะห์ตัวอย่างต่อไป

3. การวิเคราะห์แบลงค์ โดยวิเคราะห์ตัวอย่างที่ไม่มีสิ่งที่เจตนาวัดหรือสารละลายแบลงค์ เพื่อยืนยันการไม่มีของสารที่ต้องการวิเคราะห์และไม่มีการปนเปื้อนในแต่ละขั้นตอนการวิเคราะห์

4. การเข้าร่วมกิจกรรมทดสอบความชำนาญ

การควบคุมคุณภาพของผลการทดสอบโดยจัดทำความสมเหตุสมผลของการวัดปริมาณบิสฟีนอล-เอ-ไดไกลซิดิลอีเทอร์และอนุพันธ์ 5 ชนิดจะสามารถแสดงความน่าเชื่อถือของผลการทดสอบและสามารถยืนยันเกณฑ์การหาปริมาณของบิสฟีนอล-เอ-ไดไกลซิดิลอีเทอร์และอนุพันธ์ 5 ชนิดได้ และเป็นไปตามเกณฑ์กำหนดของสหภาพยุโรป (Regulation No. 1895/2005) ซึ่งการประเมินค่าความไม่แน่นอนของผลการทดสอบ เป็นแนวทางในการตัดสินผลของการวัดตามเกณฑ์มาตรฐานต่าง ๆ ได้ เพื่อตรวจสอบความปลอดภัยของบรรจุภัณฑ์ (กระป๋องโลหะ) กระบวนการเหล่านี้จะทำให้เกิดความถูกต้องในผลการวิเคราะห์ทดสอบ สร้างความเชื่อมั่นให้กับลูกค้า ผู้รับบริการ และสร้างความมั่นใจในด้านความปลอดภัยต่อสุขภาพให้กับผู้บริโภคด้วย

เอกสารอ้างอิง

European Standard. Materials and articles in contact with foodstuffs-Certain epoxy derivatives subject to limitation-Determination of BADGE, BFDGE and their hydroxy and chlorinated derivatives in food simulants. **EN 15136** : 2006. 31p. European Union. On the restriction of use of certain epoxy derivatives in materials and articles intended to come into contact with food. In **Official Journal of the European Union 2005,** 19.11 : 28-31. Commission regulation (EC) No. 1895/2005.

Hibbert, D. Brynn. **Quality assurance for the analytical chemistry laboratory.** Oxford : Oxford University Press, 2007.

Munguia-Lopez, Elvia M. and Soto-Valdez, Herlinda. Effect of heat processing and storage time on migration of bisphenol A (BPA) and bisphenol A diglycidylether (BADGE) to aqueous food simulant from Mexican can coatings. **Journal of Agricultural and Food Chemistry,** 2001, Vol.49, No.8, p.3666-3671.

Petersen, H.,et al. Determination of bisphenol A diglycidyl ether (BADGE) and its derivatives in food: identification and quantification by internal standard. **European Food Research and Technology.** 2003, Vol.216, No.4, p.355-364.

Wenclawiak, BW., Koch, M. and Hadjicostas, E. **Quality assurance in analytical chemistry: training and teaching,** 2nd ed. New York : Springer, 2010.

กรมวิทยาศาสตร์บริการ. คณะกรรมการด้านวิชาการ. **แนวทางการจัดทำความสมเหตุสมผลของการวัด.** กรุงเทพมหานคร: กรมฯ, 2554, 129 หน้า.

ทิพวรรณ นิ่งน้อย. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว. กรุงเทพมหานคร: กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์. 2549, 124 หน้า.