

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณแคดเมียม และตะกั่ว ที่ละลายจากกระดาษสัมผัสอาหาร Method validation for determination of released cadmium and lead from paper for food contact materials

จิตวิไล เวฬุวนารักษ์¹ นุจรินทร์ พลหงษ์¹ วรณรัตน์ บุรณะกุล¹ วันดี ลือสายวงศ์¹

Jitwilai Waluvanarak¹, Nootjarin Phonhong¹, Warunrat Buranakul¹, Wandee Luesaiwong¹

บทคัดย่อ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณแคดเมียม และตะกั่วที่ละลายจากกระดาษสัมผัสอาหาร ด้วยเทคนิค Inductively coupled plasma optical emission spectrometry ตามวิธีทดสอบมาตรฐาน EN 12498:2005 Paper and board-Paper and board intended to come into contact with foodstuffs-Determination of cadmium and lead in an aqueous extract พบว่า ช่วงใช้งานของเครื่องมือสำหรับการทดสอบแคดเมียม และตะกั่ว เท่ากับ 5-50 และ 50-500 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ค่าขีดจำกัดการตรวจหาของแคดเมียม และตะกั่ว เท่ากับ 0.5 และ 5.0 ไมโครกรัมต่อลิตร ค่าขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณของแคดเมียม และตะกั่ว เท่ากับ 5.0 และ 50 ไมโครกรัมต่อลิตร และการศึกษาค่าความเอนเอียงและความเที่ยง มีช่วงร้อยละการคืนกลับ และร้อยละของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของทั้งสองธาตุอยู่ในช่วง 85.3-94.4 และอยู่ในช่วง 0.63-2.92 ตามลำดับ ค่าความไม่แน่นอนของแต่ละธาตุมีค่าไม่เกินร้อยละ 15 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

Abstract

The method for determination of released cadmium and lead from paper for food contact by inductively coupled plasma optical emission spectrometry was validated according to EN 12498:2005 Paper and board-Paper and board intended to come into contact with foodstuffs-Determination of cadmium and lead in an aqueous extract. Results showed that instrument working range of cadmium and lead were 5-50 and 50-500 µg/L respectively. The limit of detection of cadmium and lead were 0.5 and 5.0 µg/L and the limit of quantitation of both elements were 5 and 50 µg/L. The bias and precision studies showed that percentage recovery and relative pooled standard deviation of both elements were 85.3-94.4 and 0.63-2.92 respectively. While measurement uncertainty was less than 15 % at 95 % confident limit of all elements

คำสำคัญ : กระดาษสัมผัสอาหาร แคดเมียม ตะกั่ว

Keywords : Paper for food contact, Cadmium, Lead

1. บทนำ (Introduction)

อุตสาหกรรมกระดาษในประเทศไทย โดยส่วนใหญ่เป็นการผลิตบรรจุภัณฑ์ที่ไม่ได้สัมผัสกับอาหารโดยตรง แต่เป็นไปเพื่อการบรรจุสิ่งของและการขนส่ง เช่น ถุงกระดาษ ลังกระดาษ กล่องกระดาษลูกฟูก หรือกล่องกระดาษแข็ง ด้วยคุณสมบัติของกระดาษที่มีน้ำหนักเบา สามารถตัด ดัด พับงอ หรือออกแบบให้เหมาะสมกับสินค้าที่บรรจุ และมีรูปร่างได้หลากหลาย สะดวกต่อการพิมพ์ลวดลาย ราคาถูก อีกทั้งแนวโน้มความสนใจและความต้องการสินค้าของผู้บริโภคที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม เมื่อเทียบกับบรรจุภัณฑ์ที่ทำจากวัสดุชนิดอื่นๆ บรรจุภัณฑ์กระดาษจึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่ผู้ผลิตอาหารหันมาให้ความสนใจมากขึ้น บรรจุภัณฑ์กระดาษหรือกระดาษสัมผัสอาหาร ในที่นี้ หมายถึง กระดาษ กระดาษแข็ง และภาชนะกระดาษ ที่นำมาใช้

¹ กรมวิทยาศาสตร์บริการ

* Corresponding author. e-mail address: jitwilai@dss.go.th

<http://bas.dss.go.th>

ห่อหุ้ม บรรจุ หรือรองรับอาหารในรูปของ จาน ชาม ถาด ถ้วย ก่อง ถุง ที่ทำจากกระดาษหรือกระดาษแข็ง รวมถึงภาชนะ ทำจากเยื่อกระดาษที่ขึ้นรูปเป็นภาชนะแล้วนำไปทำให้แห้ง และจะมีความแตกต่างกับบรรจุภัณฑ์โดยทั่วไป เนื่องจากต้องมีคุณสมบัติในการเก็บรักษาคุณภาพและยืดอายุอาหารที่สามารถเปลี่ยนแปลงได้ด้วยปัจจัยแวดล้อมต่าง ๆ หรือคุณลักษณะทางฟิสิกส์ เคมี หรือจุลชีววิทยาเฉพาะของอาหารนั้น ขณะเดียวกันกระดาษสัมผัสอาหารต้องไม่มีการเคลื่อนย้ายสารเคมีไปสู่อาหารในปริมาณที่ส่งผลต่อความปลอดภัยต่อการบริโภค กระดาษสัมผัสอาหารจึงต้องมีการทดสอบสมบัติต่าง ๆ เพื่อความปลอดภัยของผู้บริโภค เช่น ต้องสะอาด และไม่มีข้อบกพร่องที่ส่งผลต่อการใช้งานและการปนเปื้อนต่อผลิตภัณฑ์อาหารที่บรรจุ โดยการผลิตกระดาษต้องมีความสะอาด มีการปนเปื้อนจากสารเคมีที่อยู่ในระดับที่ปลอดภัยตามที่กำหนดตามมาตรฐานต่าง ๆ

สหภาพยุโรปได้มีระเบียบที่ว่าด้วยเรื่องวัสดุสัมผัสอาหาร Regulation (EC) No 1935/2004 (Materials and articles intended to come into contact with food) ในระเบียบดังกล่าวได้แยกประเภทของวัสดุที่อาจสัมผัสอาหารได้ไว้ 17 ประเภท ซึ่งกระดาษและกระดาษแข็ง (Paper and Board) จัดเป็นหนึ่งใน 17 ประเภทนั้น โดยทางสหภาพยุโรปได้ตีพิมพ์เอกสารเรื่อง Guideline for the Compliance of Paper & Board Materials and Articles for Food Contact ในข้อแนะนำฉบับนี้ได้มีการระบุถึงสารปนเปื้อนทั้งที่เป็นสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่ต้องควบคุมปริมาณที่ควบคุม และวิธีที่ใช้ในทดสอบ [1] เช่นเดียวกับประเทศไทยที่ได้กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกระดาษสัมผัสอาหารขึ้น [2]

การประเมินคุณภาพผลิตภัณฑ์กระดาษสำหรับสัมผัสอาหาร โดยตรวจสอบคุณลักษณะความปลอดภัยเฉพาะปริมาณโลหะหนักที่ละลายออกจากภาชนะกระดาษโดยวิธีทดสอบตามมาตรฐาน EN 12498 ห้องปฏิบัติการจะต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบก่อนนำไปใช้งาน การพัฒนาวิธีทดสอบครั้งนี้ได้ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณแคดเมียม และตะกั่ว ที่ละลายจากกระดาษสำหรับสัมผัสอาหาร โดยได้มีการกำหนดค่าความไม่แน่นอนเป้าหมายของผลการทดสอบไม่เกิน ร้อยละ 20 และศึกษาคุณลักษณะเฉพาะของวิธี ได้แก่ ช่วงการใช้งานของเครื่องมือ (Instrument working range) ขีดจำกัดการตรวจหา (LOD) ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ) ความเอนเอียง (Bias) ผลกระทบจาก

เมทริกซ์ (Matrix effect) ความเที่ยงระหว่างกลาง (Intermediate precision) อ้างอิงแนวทางตามเอกสาร The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. [3] และการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัด ตามเอกสาร VAM Project 3.2.1 Development and Harmonisation of Measurement Uncertainty Principles. Part (d): Protocol for uncertainty evaluation from validation data. [4]

2. วิธีการวิจัย (Experimental methods)

2.1 ตัวอย่าง

กระดาษสัมผัสอาหารที่ทำจากเยื่อธรรมชาติ โดยมีหมายเลขการผลิตเดียวกัน

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.2.1 เครื่องอินดักทีฟพีรี คัพเพิล พลาสมา ออฟติคคอล อิมิสชัน สเปกโตรมิเตอร์ (ICP-OES) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Optima 5300 DV

สภาวะเครื่อง Flow gas: Plasma 15 L/min, Auxiliary 0.2 L/min, Nebulizer 0.80 L/min, Power 1300 watts, Plasma view: Axial, Sample flow rate 1.5 mL/min

2.2.2 เครื่องเขย่าควบคุมอุณหภูมิ (Shaker bath)

2.3 สารเคมี

2.3.1 สารละลายมาตรฐานยี่ห้อ High Pure (ผลิตจากประเทศอเมริกา) สำหรับสร้างเส้นโค้งการสอบเทียบ

2.3.1.1 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 1000 ± 3 มก./ลิตร

2.3.1.2 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว ความเข้มข้น 1000 ± 3 มก./ลิตร

2.3.2 สารละลายมาตรฐานยี่ห้อ Perkin Elmer (ผลิตจากประเทศอเมริกา) สำหรับการหาค่าขีดจำกัดการวัดปริมาณ การหาค่าความเอนเอียงและการหาความเที่ยง

2.3.2.1 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 1000 ± 5 มก./ลิตร

2.3.2.2 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว ความเข้มข้น 1000 ± 5 มก./ลิตร

2.3.3 สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 65% ยี่ห้อ Merck (ผลิตจากประเทศเยอรมัน)

2.4 วิธีการดำเนินงาน

2.4.1 ช่วงการใช้งานของเครื่องมือ (Instrument working range)

สร้างเส้นโค้งการสอบเทียบ (calibration curve) ระหว่างค่าความเข้มข้นและความเข้มข้นของสารละลายตามตารางที่ 1 แล้วนำค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (coefficient of determination, R^2) มาหาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient, r)

ตารางที่ 1 ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานผสม

ขวดที่	ความเข้มข้น (มก./ลิตร)	
	แคดเมียม	ตะกั่ว
สารละลายแบลงค์ (สารละลายกรดไนตริก (1%V/ V))	-	-
สารละลายมาตรฐานขวดที่ 1	5	50
สารละลายมาตรฐานขวดที่ 2	7	70
สารละลายมาตรฐานขวดที่ 3	15	150
สารละลายมาตรฐานขวดที่ 4	25	250
สารละลายมาตรฐานขวดที่ 5	50	500

2.4.2 การเตรียมและการทดสอบตัวอย่าง

ชั่งตัวอย่างกระดาศ 10 ± 0.0050 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำปราศจากไอออนที่ต้มไล่คาร์บอนไดออกไซด์ จำนวน 200 mL นำตัวอย่างที่ได้ไปสกัดที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นกรองสารละลาย แล้วล้างตัวอย่างด้วยน้ำร้อน 80 °C ใส่ลงในขวดปรับปริมาตร ขนาด 250 mL ทั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง เติมกรดไนตริกให้มีความเข้มข้น 1% v/v จากนั้นปรับปริมาตร และนำไปวัดด้วยเครื่อง ICP-OES

2.4.3 การขีดจำกัดการตรวจหา (LOD) และขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ)

เตรียมและทดสอบตัวอย่างตามข้อ 2.4.2 โดยใช้ตัวอย่างกระดาศ จำนวน 10 ขี้

2.4.4 การยืนยันขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ)

เตรียมและทดสอบตัวอย่างตามข้อ 2.4.2 โดยใช้ตัวอย่างกระดาศ จำนวน 10 ขี้ เติมสารละลายมาตรฐานผสมของแคดเมียม และตะกั่วที่มีความเข้มข้น 5 และ 50 ไมโครกรัม/ลิตร

2.4.5 การหาค่าความเอนเอียง (Bias)

เตรียมและทดสอบตัวอย่างตามข้อ 2.4.2 เติมสารละลายมาตรฐานผสมของแคดเมียม และตะกั่ว ที่ 3 ระดับความเข้มข้น (ต่ำ กลาง สูง) ตามตารางที่ 2 โดยใช้ตัวอย่างกระดาศจำนวน 10 ขี้ ต่อหนึ่งสารละลายมาตรฐานผสม

ตารางที่ 2 ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานผสมที่ 3 ระดับความเข้มข้น

สารละลาย	ความเข้มข้น (ไมโครกรัม/ลิตร)	
	แคดเมียม	ตะกั่ว
สารละลายกรดไนตริก (1%V/ V)	-	-
สารละลายมาตรฐานผสมที่ความเข้มข้นระดับต่ำ	5	50
สารละลายมาตรฐานผสมที่ความเข้มข้นระดับกลาง	25	250
สารละลายมาตรฐานผสมที่ความเข้มข้นระดับสูง	50	500

2.4.6 การศึกษาผลกระทบจากเมทริกซ์ (Matrix effect)

เตรียมและทดสอบตัวอย่างตามข้อ 2.4.2 เติมสารละลายมาตรฐานผสมของแคดเมียม และตะกั่ว ที่ 3 ระดับความเข้มข้น (ต่ำ กลาง สูง) ตามตารางที่ 2 คำนวณค่าเฉลี่ยความเข้มข้น และสร้างกราฟระหว่างค่าเฉลี่ยความเข้มข้นกับความเข้มข้น [5]

2.4.7 การหาค่าความเที่ยงระหว่างกลาง (Intermediate precision)

เตรียมและทดสอบตัวอย่างตามข้อ 2.4.2 เติมสารละลายมาตรฐานผสมของแคดเมียม และตะกั่ว ที่ 3 ระดับความเข้มข้น (ต่ำ กลาง สูง) ตามตารางที่ 2 โดยแต่ละวันเตรียมสารละลายใช้ตัวอย่างจำนวน 4 ขี้ และทำการทดสอบแบ่งเป็น 3 วัน

3. ผลและวิจารณ์ (Results and Discussion)

3.1 ช่วงการใช้งานของเครื่องมือ

ความชันและค่า R^2 ของแคดเมียม และตะกั่ว แสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ช่วงความเป็นเส้นตรง ความชัน และ R^2

ของแคดเมียม และตะกั่ว

ธาตุ	ช่วงความเป็นเส้นตรง (มก./ลิตร)	ความชัน	R^2	ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r)
แคดเมียม	5-50	53.6	0.9999	0.9999
ตะกั่ว	50-500	9.20	0.9999	0.9999

3.2 ขีดจำกัดการตรวจหา (LOD) และ ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ)

นำผลการทดสอบมาคำนวณ LOD ตามสมการที่ 1 โดยค่า LOD ของแคดเมียม และตะกั่ว มีค่าเท่ากับ 0.5 และ 5.0 ไมโครกรัม/ลิตร ตามลำดับ และคำนวณค่า LOQ จากสมการที่ 2 ซึ่งค่า LOQ ของแคดเมียม และตะกั่ว มีค่าเท่ากับ 1.0 และ 15 ไมโครกรัม/ลิตร ตามลำดับ

$$LOD = 3(S'_0) \quad (1)$$

$$LOQ = 10(S'_0) \quad (2)$$

$$S'_0 = S_0 \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{n_b}}$$

S_0 = SD คำนวณจากผลการทดสอบค่า LOD จำนวน 10 ซ้ำ
 n = จำนวนซ้ำของตัวอย่างที่ห้องปฏิบัติการใช้สำหรับออกรายงาน สำหรับการทดสอบนี้กำหนดให้ เท่ากับ 2
 n_b = จำนวนซ้ำของแบลนด์ ที่ห้องปฏิบัติการใช้ในการทดสอบ สำหรับการทดสอบนี้กำหนดให้เท่ากับ 1

3.3 การยืนยันขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ)

ที่ระดับความเข้มข้นของแคดเมียม และตะกั่ว เท่ากับ 5.0 และ 50 ไมโครกรัม/ลิตร ตามลำดับ เมื่อนำผลการทดสอบของค่าทั้ง 2 ธาตุมาคำนวณค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) และร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) แล้วเปรียบเทียบกับเกณฑ์กำหนดแสดงดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 ค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) และร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของแคดเมียม และตะกั่ว ที่ความเข้มข้น 5.0 และ 50.0 ไมโครกรัม/ลิตร (คำนวณจากผลการทดสอบ 10 ซ้ำ)

ธาตุ	ความเข้มข้นเฉลี่ย (มก./ลิตร)	ความเข้มข้นเฉลี่ย (มก./กก.)	ร้อยละการคืนกลับ(% recovery)	ร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD)
แคดเมียม	4.7	0.1177	94.1	1.0
ตะกั่ว	42.7	1.0666	85.3	2.1
เกณฑ์กำหนด			80-110	≤10

สรุปค่า LOQ ของแคดเมียม และตะกั่วของการทดสอบนี้เท่ากับ 5.0 และ 50 ไมโครกรัม/ลิตร ตามลำดับ เนื่องจากมีค่าความไวเชิง ค่าความเที่ยง และความไม่แน่นอนอยู่ในเกณฑ์กำหนด

3.4 ค่าความเอนเอียง (bias)

นำผลการทดสอบของสารละลายตัวอย่างจากข้อ 2.4.5 ความเข้มข้น 10 ซ้ำ จากการตรวจสอบ outlier ของการศึกษาความเอนเอียงโดยใช้ Grubb's test พบว่าแต่ละความเข้มข้นมีข้อมูลที่เป็น outlier ไม่เกินร้อยละ 20 ของข้อมูลทั้งหมด ซึ่งสูตรคำนวณ outlier โดย Grubb's test คือ

$$G_{cal} = \frac{\text{ข้อมูลที่สงสัย}-\text{ค่าเฉลี่ย}}{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}$$

ถ้า $G_{cal} < G_{crit}$ แสดงว่า ข้อมูลนั้นไม่เป็น outlier (โดยที่ $G_{crit} = 2.290$ สำหรับจำนวนซ้ำเท่ากับ 10) จากนั้นคำนวณค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) เพื่อประมาณค่าความเอนเอียง โดยค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) ของแคดเมียม และตะกั่ว แสดงดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) ของแคดเมียม และตะกั่ว ของการศึกษาความเอนเอียง

ธาตุ	จำนวนที่วัด	ความเข้มข้นของสารที่เติมในตัวอย่าง (มก./กก.)	ความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้ (มก./กก.)	ร้อยละการคืนกลับ
แคดเมียม	9*	0.125	0.1177	94.1
	10	0.625	0.5813	93.0
	10	1.25	1.1774	94.8
ตะกั่ว	10	1.25	1.0666	85.3
	10	6.25	5.8079	92.9
	10	12.5	11.7981	94.4

หมายเหตุ : * คือ มีชุดข้อมูลที่เป็น outlier โดยค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) ของแคดเมียม และตะกั่วอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด

3.5 ผลกระทบจากเมทริกซ์ (Matrix effect)

เปรียบเทียบความชัน ของเส้นโค้งการสอบเทียบกับความชันของกราฟที่พลอตระหว่างค่าความเข้มแสงกับค่าความเข้มข้นของสารละลายตามตารางที่ 2 โดยความชันของทั้งสองกราฟต้องมีความแตกต่างไม่เกิน 10% คำนวณตามสมการที่ 3

$$\% \text{ ความแตกต่าง} = \frac{[\text{ความเข้มข้นกราฟมาตรฐาน-ความเข้มข้นกราฟ spiked sample}]}{\text{ความเข้มข้นกราฟมาตรฐาน}} \times 100 (3)$$

ตารางที่ 6 ค่าความแตกต่างความเข้มข้นของกราฟมาตรฐานและกราฟ spiked sample ของแคดเมียม และตะกั่ว

ธาตุ	ความเข้มข้นของกราฟมาตรฐาน	กราฟ spiked sample	% ความแตกต่าง	เกณฑ์กำหนด
แคดเมียม	53.1	56.5	6.40	≤ 10 %
ตะกั่ว	9.14	9.10	0.44	

3.6 ค่าความเที่ยงระหว่างกลาง (Intermediate precision)

นำผลการทดสอบของสารละลายตัวอย่างจากข้อ 2.4.5 ความเข้มข้นละ 12 ข้ำ จำนวนห้าครั้งย่อยผลการคืนกลับ, ค่าร้อยละของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) แล้วนำข้อมูลที่ได้จากการศึกษาความเที่ยงมาทดสอบ outlier โดยการใช้ Grubb's test เกณฑ์การยอมรับส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ไม่เกินร้อยละ 10

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100 (4)$$

ตารางที่ 7 สรุปค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์จากการตรวจสอบความเที่ยงตลอดช่วงการทำงานของแคดเมียมและ ตะกั่ว (คำนวณจากผลการทดสอบ 12 ข้ำ)

ธาตุ	จำนวนที่วัด	ความเข้มข้นของสารที่เติมในตัวอย่าง (มก./กก.)	%RSD
แคดเมียม	12	0.125	2.96
	12	0.625	0.55
	12	1.25	1.03
ตะกั่ว	12	1.25	2.80
	12	6.25	2.17
	12	12.5	1.90

หมายเหตุ : ไม่มีชุดข้อมูลที่เป็น outlier โดยค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของแคดเมียม และตะกั่วอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด

3.7 การประมาณค่าความไม่แน่นอน

การศึกษานี้ใช้วิธีการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดโดยใช้ method validation approach ตามเอกสารอ้างอิง [4] โดยแหล่งของค่าความไม่แน่นอนมาจากการทดสอบความเอนเอียง $u(R)$ และการทดสอบความเที่ยง $u(P)$ และประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดได้ดังนี้

$$u_c = C \sqrt{u(R)^2 + u(P)^2} (5)$$

เมื่อ C คือ ความเข้มข้นของสารละลาย

u_c คือ ค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานรวม

และ ค่าความไม่แน่นอนขยาย U เท่ากับ

$$U = k \times u_c (6)$$

เมื่อ K คือ ค่า coverage factor มีค่าเท่ากับ 2 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

ตารางที่ 8 สรุปแหล่งความไม่แน่นอนของการวัดและปริมาณที่คำนวณได้

แหล่งของค่าความไม่แน่นอน		แคดเมียม	ตะกั่ว
ความเอนเอียง	$u(\bar{R}_m)$	0.0041	0.0050
	t-test	มีนัยสำคัญ	มีนัยสำคัญ
	$u(\bar{R}_m)''$	0.0352	0.0357
	$u(\bar{R}_s)$	0.0066	0.0486
	$u(R)$	0.0358	0.0603
ความเที่ยง	$u(P)/P$	0.0296	0.0280
ความไม่แน่นอนรวม, u_c ug/L		1.1615	16.6263
ความไม่แน่นอนขยาย (U) ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 (k = 2)		2.3231 ug/L (0.0581 mg/kg)	33.2526 ug/L (0.8313 mg/kg)
ความเข้มข้น (มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม)		0.625	6.25
ความไม่แน่นอนขยายคิดเป็นร้อยละ		9.3	13.3

4. สรุป (Conclusion)

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณแคดเมียม และตะกั่วที่ละลายจากกระดาษสัมผัสอาหาร ด้วยเทคนิค inductively coupled plasma optical emission spectrometry ตามวิธีทดสอบมาตรฐาน EN 12498:2005 Paper and board-Paper and board intended to come into contact with foodstuffs-Determination of cadmium and lead in an aqueous extract โดยตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะที่แสดงสมบัติของวิธีทดสอบ ได้แก่ ช่วงความเป็นเส้นตรง การหาค่าขีดจำกัดการตรวจหา การหาค่าขีดจำกัดการวัดปริมาณ การหาค่าความไวเชิงลบ ผลกระทบจากเนื้อสาร การหาความเที่ยง พบว่า เป็นไปตามเกณฑ์กำหนดและมีค่าความไม่แน่นอนของผลการทดสอบที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ของทั้ง 2 ธาตุไม่เกินร้อยละ 15 ห้องปฏิบัติการสามารถนำวิธีทดสอบดังกล่าวมาใช้ทดสอบหาปริมาณแคดเมียม และตะกั่วที่ละลายจากกระดาษสัมผัสอาหารได้

5. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] *Industry guideline for the compliance of paper & board materials and articles for food contact.* Issue 1, [online]. 2010. [viewed 12 January 2021]. Available from: https://www.contactalimentaire.fr/sites/default/files/media/file/field_media_file/paper_board_industry_guideline-final_2010.pdf
- [2] สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มอก. 2948-2562. กระดาษสัมผัสอาหาร. 2562.
- [3] EURACHEM. *The fitness for purpose of analytical methods. A laboratory guide to method validation and related topics*, Second edition. 2014.
- [4] BARWICK, V.J. and S.L.R. ELLISON. *VAM Project 3.2.1 Development and harmonisation of measurement uncertainty principles. Part (d): Protocol for uncertainty evaluation from validation data.* [online]. 2000.
- [5] NATA. *Technical Note 17 Guidelines for the validation and verification of quantitative and qualitative test methods*, October 2013.