

การตรวจวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วในกระดาษสัมผัสอาหาร ด้วยเทคนิคอินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรเมตรี

Determination of lead in paper for food contact by inductively coupled plasma mass spectrometry

วรุณรัตน์ บุรณะกุล¹, เนตรศิรินทร์ กฤษวงษ์¹, วีรภัทร รามณี¹, นุจรินทร์ พลหงษ์,
จิตติวิไล เวฬุวนารักษ์¹, วีระ สวนโธสง^{1*}

Warunrat Buranakul¹, Netsirin Gissawong¹, Veerapat Ramanee¹, Nootjarin Phonhong¹,
Jitwilai Waluvanarak¹, Weera Suanthaisong^{1*}

รับบทความ 31 พฤษภาคม 2567 แก้ไขบทความ 22 ตุลาคม 2567 ยอมรับตีพิมพ์ 6 พฤศจิกายน 2567

บทคัดย่อ

การศึกษานี้เป็นการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบหาปริมาณตะกั่วที่ปนเปื้อนในกระดาษสัมผัสอาหาร โดยย่อตัวอย่างกระดาษด้วยไมโครเวฟในสภาวะที่เป็นกรด จากนั้นตรวจวัดปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรมิเตอร์ และได้ทำการศึกษาคุณลักษณะเฉพาะที่แสดงสมบัติของวิธีทดสอบ ได้แก่ ความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity) ขีดจำกัดการตรวจหา (Limit of detection, LOD) ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ) ความเอนเอียง (Bias) ความเที่ยง (Precision) และผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง (Matrix effect) โดยกำหนดให้ค่าความไม่แน่นอนเป้าหมายของวิธีต้องไม่เกินร้อยละ ± 15 จากการศึกษาพบว่าค่าขีดจำกัดการตรวจหาและขีดจำกัดการวัดปริมาณเท่ากับ 0.043 mg/kg และ 0.40 mg/kg ตามลำดับ ช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบอยู่ในช่วง 0.40–4.0 mg/kg ค่าความเอนเอียงของวิธีประเมินจากค่าคืนกลับของสารมาตรฐานที่เติมลงไปในตัวอย่งกระดาษที่ไม่มีปริมาณตะกั่วที่ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง และสูง ของช่วงการใช้งานของวิธี มีค่าร้อยละของค่าคืนกลับ 97.0–103.2 ความเที่ยงของการทดสอบโดยวิธีเติมสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นเดียวกับการศึกษาความเอนเอียง มีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์น้อยกว่าร้อยละ 10 และผลการตรวจยืนยันผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง โดยการพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยในสารละลายตัวอย่างกระดาษ พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจเข้าใกล้ 1 แสดงว่าไม่มีผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง และเมื่อนำข้อมูลจากการศึกษาความเอนเอียงและความเที่ยงมาใช้ในการประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัด พบว่าได้ค่าความไม่แน่นอนร้อยละ ± 15 ของปริมาณที่ตรวจวัดได้ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ดังนั้นสรุปว่าวิธีนี้สามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์กระดาษคราฟท์ให้ผลการวัดมีความแม่นยำ ความเที่ยง น่าเชื่อถือ และเหมาะกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์

คำสำคัญ: อินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรเมตรี, กระดาษสัมผัสอาหาร, ตะกั่ว, การย่อยด้วยไมโครเวฟ

¹กลุ่มผลิตภัณฑ์โลหะ กองเคมีภัณฑ์และผลิตภัณฑ์อุปโภค กรมวิทยาศาสตร์บริการ

Abstract

This study aimed at the method validation for determination of lead contamination in paper for food contact materials (FCMs). They were digested with acid and using the microwave digestion. Then the amount of lead in the solution was determined by inductively coupled plasma mass spectrometer and the performance characteristics which are linearity, limit of determination (LOD), limit of quantitation (LOQ), bias, precision and matrix effect were studied. The target uncertainty associated with the quantification of lead in paper, should be no bigger than $\pm 15\%$. From the study, it was found that LOD and LOQ are 0.043 mg/kg and 0.40 mg/kg, respectively, while working range of this method was 0.40–4.0 mg/kg. The method bias was evaluated from the recoveries of the standard substance added to the lead-free paper at 3 concentration levels (low, medium and high) of the working range under repeatability conditions. It showed that the recoveries were 97.0–103.2%. The precision study, the same concentration of the bias study was added to the samples showed that the relative standard deviation was less than 10% and the matrix effect was investigated by considering the relationship between the concentration and the amount of lead in the paper sample solution. It was found that the coefficient of determination, R^2 approached 1. This indicates that there is no matrix effect. The information obtained from the bias and precision can be used to estimate measurement uncertainty. It was found that the expanded uncertainties of this method at the confidence level of 95% was $\pm 15\%$. Therefore, the proposed method for determination of lead in paper is accurate, precise, reliable, and fit for the intended use.

Keywords: Inductively coupled plasma mass spectrometry, Paper for food contact, Lead, Microwave digestion

¹Metallic Products Group, Chemicals and Consumer Products Division, Department of Science Service

^{*}Corresponding author e-mail address: weera@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

ในปัจจุบันเศรษฐกิจชีวภาพ เศรษฐกิจหมุนเวียน และเศรษฐกิจสีเขียว (Bio-Circular-Green Economy, BCG) เป็นเศรษฐกิจแนวใหม่ที่ทุกประเทศกำลังให้ความสำคัญ เนื่องจากเป็นเศรษฐกิจที่มุ่งเน้นการลดปัญหาของโลกร้อนที่กำลังบั่นทอนทรัพยากรของโลก ซึ่งเป็นแนวทางการช่วยขับเคลื่อนเศรษฐกิจด้วยวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและนวัตกรรม นวัตกรรมที่เกี่ยวข้องกับเศรษฐกิจหมุนเวียน เช่น บรรจุภัณฑ์กระดาษใส่อาหารที่ถูกคิดค้นและออกแบบขึ้นมาเพื่อใช้ทดแทนกล่องโฟมและกล่องพลาสติก หรือบรรจุภัณฑ์อาหารที่ไม่สามารถย่อยสลายหรือย่อยสลายได้ยากตามธรรมชาติ ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายกับธุรกิจอาหารทุกแห่งทั่วโลก เนื่องจากมีข้อดีหลายประการ เช่น ย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สามารถสัมผัสอาหารได้โดยตรง สามารถนำไปรีไซเคิลได้ 100% อย่างไรก็ตามบรรจุภัณฑ์กระดาษสำหรับใส่อาหารที่ไม่ได้มาตรฐานอาจมีการปนเปื้อนสารอันตราย เช่น ตะกั่ว ที่สามารถแพร่กระจายเข้าสู่อาหาร การปนเปื้อนโลหะหนักดังกล่าวในบรรจุภัณฑ์กระดาษเกิดขึ้นได้จากหลายสาเหตุ ได้แก่ จากกระบวนการผลิตที่ยังคงมีสารเคมีตกค้าง จากกระบวนการพิมพ์บนบรรจุภัณฑ์หรือการใช้หมึกพิมพ์ที่อาจมีตะกั่วจากสี หรือส่วนผสมอื่น ๆ ของหมึกพิมพ์ตกค้างอยู่ และจากกระบวนการแปรสภาพเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่ โดยกระบวนการรีไซเคิลอาจจะมีโลหะหนักปนเปื้อนมากกว่าบรรจุภัณฑ์ที่ทำจากเยื่อกระดาษใหม่ เพราะในกระบวนการผลิตกระดาษไม่สามารถกำจัดโลหะหนักออกจากกระดาษที่ผ่านการใช้แล้วได้อย่างสมบูรณ์ หากผู้บริโภคได้รับสารตะกั่วจะทำให้ร่างกายอ่อนเพลีย เบื่ออาหาร น้ำหนักลด ปวดเกร็งท้อง และส่งผลต่อพัฒนาการทางด้านสมอง ดังนั้นมาตรฐานบรรจุภัณฑ์กระดาษใส่อาหารจึงมีความสำคัญ ดังจะเห็นได้จากแต่ละประเทศต่างมีมาตรการหรือกฎหมายเกี่ยวกับมาตรฐานบรรจุภัณฑ์อาหารที่เข้มงวด โดยเฉพาะสหภาพยุโรปมีกฎหมายที่เกี่ยวกับวัสดุสัมผัสอาหารที่เข้มงวดมาก ซึ่งครอบคลุมวัสดุสัมผัสอาหาร 17 ประเภท ซึ่งหนึ่งในนั้นคือกระดาษ

สำหรับประเทศไทยในขณะนี้มีความมาตรฐานที่เกี่ยวข้อง คือ มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมซึ่งกำหนดโดยคณะกรรมการวิชาการของสำนักงานมาตรฐานอุตสาหกรรม ได้แก่ มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกระดาษสัมผัสอาหาร (มอก. 2948) [1] และมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกระดาษสัมผัสอาหาร สำหรับปรุงอาหารด้วยความร้อน (มอก. 3438) [2] ซึ่งมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (มอก.) ทั้งสองฉบับ กำหนดปริมาณตะกั่วที่จะละลายออกมาจากสารเคมีที่เคลือบอยู่บนกระดาษได้ไม่เกิน 3.0 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม เมื่อวิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐาน BS EN 12498: Paper and board - Paper and board intended to come into contact with foodstuffs - Determination of cadmium, chromium and lead in an aqueous extract [3]

การทดสอบตามวิธีมาตรฐาน BS EN 12498 เป็นวิธีวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วที่ละลายออกมาจากสารที่ปนเปื้อนในเนื้อกระดาษ ด้วยวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายที่เป็นกลางตามลักษณะการใช้งานของผลิตภัณฑ์ เช่น บรรจุภัณฑ์กระดาษที่สัมผัสหรือปรุงอาหารด้วยความร้อน ให้ทดสอบตามวิธีมาตรฐาน BS EN 647: Paper and board intended to come into contact with foodstuffs - Preparation of a hot water extract [4] ส่วนบรรจุภัณฑ์กระดาษที่สัมผัสหรือปรุงอาหารที่ไม่ใช้ความร้อน ให้ทดสอบตามวิธีมาตรฐาน BS EN 645: Paper and board intended to come into contact with foodstuffs - Preparation of a cold water extract [5] ซึ่งทั้งสองวิธีดังกล่าวยังมีข้อจำกัดที่ก่อให้เกิดความคลาดเคลื่อนของการวัดเชิงระบบของวิธีการวิเคราะห์ (Method bias) เนื่องจากบรรจุภัณฑ์กระดาษมีคุณสมบัติเป็นตัวดูดซับ ส่งผลให้ค่าความโอนเอียงของวิธีทดสอบตามมาตรฐาน BS EN 12498 ซึ่งประเมินจากค่าคืนกลับของปริมาณตะกั่วในสารละลายที่สกัดได้จากตัวอย่างกระดาษกราฟที่ตามมาตรฐานดังกล่าวเปรียบเทียบกับปริมาณตะกั่วที่ทราบความเข้มข้นที่แท้จริง มีค่าคืนกลับน้อยกว่าร้อยละ 50 [6] ดังนั้นการศึกษานี้เป็นการพัฒนาวิธีทดสอบสำหรับประเมินคุณภาพผลิตภัณฑ์กระดาษโดยตรวจสอบคุณลักษณะความปลอดภัยเกี่ยวกับปริมาณตะกั่วที่ปนเปื้อนอยู่ในบรรจุภัณฑ์กระดาษด้วยการย่อยตัวอย่างกระดาษด้วยไมโครเวฟในสภาวะที่เป็นกรด จากนั้นวัดปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งมุ่งเน้นพัฒนาให้เป็นวิธีที่ให้ผลการวัดที่ถูกต้อง แม่นยำ ประหยัดเวลาและสารเคมี เป็นไปตามเกณฑ์การยอมรับตามวิธีมาตรฐาน BS EN 12498 โดยทำการศึกษาคคุณลักษณะเฉพาะที่แสดงสมบัติของวิธีทดสอบ ได้แก่ ช่วงการใช้งานของเครื่องมือ (Instrument working range) ขีดจำกัดการตรวจหา (LOD) ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ) ความโอนเอียง (Bias) และความเที่ยงระหว่างกลาง (Intermediate

precision) อ้างอิงแนวทางตามเอกสาร The fitness for purpose of analytical methods. a laboratory guide to method validation and related topics [7] และการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัด ตามเอกสาร VAM Project 3.2.1 Development and harmonisation of measurement uncertainty principles. part (d): protocol for uncertainty evaluation from validation data. [8]

2. วิธีการวิจัย (Experimental methods)

2.1. ตัวอย่าง

2.1.1. กระดาษสัมผัสอาหาร หมายถึง กระดาษที่ผลิตจากเยื่อบริสุทธิ์ เยื่อไม่ธรรมชาติ ไม่ผ่านการฟอกขาว ไม่มีการเคลือบผิวด้วยวัสดุป้องกันการดูดซับ ขึ้นรูปเยื่อกระดาษเป็นภาชนะ แล้วนำไปทำให้แห้ง

2.1.2. ตัวอย่างที่ใช้ศึกษา คือ กระดาษคราฟท์ที่ไม่มีการปนเปื้อนปริมาณตะกั่วหรือมีปริมาณตะกั่วไม่เกิน 0.0040 mg/kg (0.020 µg/L) ที่สุ่มมาจากกลุ่มกระดาษที่ผลิตขึ้นมาในช่วงเวลาเดียวกัน

2.2. เครื่องมือและอุปกรณ์

2.2.1. เครื่องอินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Inductively coupled plasma mass spectrometer) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น NexION 350S พร้อมอุปกรณ์

2.2.2. เครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟ (Microwave digestion) ยี่ห้อ Analytik Jena รุ่น TOPWave พร้อมอุปกรณ์

2.2.3. เครื่องชั่งยี่ห้อ Sartorius รุ่น Quintix 224-1S ความละเอียด 0.1 mg

2.2.4. ขวดแก้ววัดปริมาตร เกรดเอ (Volumetric flask class A) ขนาด 100 mL ที่แห้งและสะอาด โดยการแช่ด้วยกรดไนตริกเจือจาง ที่ความเข้มข้นประมาณ 10% แล้วล้างออกด้วยน้ำ

2.2.5. ปิเปตวัดปริมาตร เกรดเอ (Volumetric pipette class A) ขนาดต่าง ๆ ที่แห้งและสะอาด โดยการแช่ด้วยกรดไนตริกเจือจาง ที่ความเข้มข้นประมาณ 10% แล้วล้างออกด้วยน้ำ

2.3. สารเคมี สารละลาย และวิธีเตรียม

2.3.1. สารเคมี

2.3.1.1. น้ำปราศจากไอออนบริสุทธิ์ ความต้านทานไฟฟ้า 18.2 MΩ/cm

2.3.1.2. กรดไนตริกเข้มข้น (HNO₃) 65% w/v ความท่งจำเพาะ 1.40 Analytical Reagent Grade ยี่ห้อ Merck

2.3.1.3. สารละลายกรดไนตริก 2% v/v

เตรียมโดยตวงน้ำปราศจากไอออน 980 mL และตวงกรดไนตริก 20 mL ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 2,000 mL จากนั้นผสมให้เข้ากัน

2.3.2. สารละลายมาตรฐาน

2.3.2.1. สารละลายมาตรฐานตะกั่ว (Pb) ความเข้มข้น 1,000±24 mg/L ยี่ห้อ AccuStandard สอบกลับได้ ไปยัง NIST RM 3128

2.3.2.2. สารละลายมาตรฐานตะกั่ว (Pb) ความเข้มข้น 1,000±3 mg/L ยี่ห้อ High-Purity สอบกลับได้ ไปยัง NIST RM 3128 คนละแหล่งกับสารละลายมาตรฐานตะกั่วในข้อ 2.3.2.1

2.3.2.3. สารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้น 10.0 mg/L และ 0.10 mg/L

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานตะกั่วในข้อ 2.3.2.1 ปริมาตรตามตารางที่ 1 ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL จากนั้นปรับปริมาตรด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 2% v/v จนถึงขีดวัดปริมาตร

ตารางที่ 1 วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้น 10.0 mg/L และ 0.10 mg/L

No.	Start conc. of Standard, mg/L	Volume of Pipette, mL	Final conc of Standard, mg/L
Std-10	1000	1	10.0
Std-0.10	10.0	1	0.10

2.3.2.4. สารละลายมาตรฐานตะกั่วสำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานตะกั่ว ในข้อ 2.3.2.3 ปริมาตร ตามตารางที่ 2 ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL จากนั้นปรับปริมาตรด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 2% v/v จนถึงขีดวัดปริมาตร

ตารางที่ 2 วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่วสำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน

No.	Start conc. of Standard, mg/L	Volume of Pipette, mL	Final conc. of Standard, µg/L
Cal-1	0.10	2	2.0
Cal-2	0.10	5	5.0
Cal-3	0.10	10	10.0
Cal-4	0.10	20	20.0

2.4. วิธีดำเนินงาน

2.4.1. การเตรียมตัวอย่าง

2.4.1.1. ตัดตัวอย่างกระดาษขนาด $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ แล้วชั่งตัวอย่างกระดาษ 0.50 g ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน ทดนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ลงในหลอด Vessels ของเครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟในข้อ 2.2.2

2.4.1.2. เติมกรดไนตริกเข้มข้น (HNO_3) 65% w/v ในข้อ 2.3.1.2 ปริมาตร 10 mL รอประมาณ 1 ชั่วโมง จนกระทั่งไม่มีปฏิกิริยาระหว่างตัวอย่างกับกรด

2.4.1.3. นำเข้าเครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟ

2.4.1.4. ตั้งพารามิเตอร์ที่ใช้สำหรับการย่อยตัวอย่าง เช่น อุณหภูมิ ความดัน เวลา และพลังงาน ดังแสดงในตารางที่ 3 ซึ่งอ้างอิงมาจากคู่มือการใช้งานเครื่องไมโครเวฟ ยี่ห้อ Analytik Jena AG รุ่น TOPwave

ตารางที่ 3 พารามิเตอร์ และเวลาการย่อยตัวอย่าง [9]

Step	Target Temp [°C]	Pressure Limited [bar]	Ramp	Time [min]	Power [%]
1	170	50	5	15	90
2	200	50	1	30	90
3	50	0	1	10	0
4	50	0	1	10	0
5	50	0	1	1	0

2.4.1.5. เมื่อตัวอย่างย่อยสมบูรณ์แล้ว นำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นถ่ายสารละลายที่ย่อยได้ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

2.4.1.6. กรองสารละลายตัวอย่างด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6 หรือเบอร์ 42 แล้วเก็บสารละลายที่กรองแล้วลงในขวดพลาสติกที่มีฝาปิด

2.4.1.7. นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอินดักทีฟลิคฟิเลพลาสมาแมสสเปกโตรมิเตอร์ในข้อ 2.2.1 โดยเทียบกับกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานตะกั่วในข้อ 2.3.2.4 และใช้พารามิเตอร์สำหรับการทดสอบตามตารางที่ 4

ตารางที่ 4 พารามิเตอร์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ตะกั่วด้วยเครื่อง ICP-MS [10]

พารามิเตอร์	รายละเอียด
Mass	207.977
Analysis mode	KED
Reaction gas	He
Reaction gas Flow, mL/min	3.5
RF Power, W	1,550
Nebulizer Gas Flow, mL/min	0.96
Auxiliary Gas Flow, mL/min	1.25
Plasma Gas Flow, mL/min	18
Pump speed, rpm	20
Delay Time, s	45

2.4.2. ตรวจสอบ Sensitivity ของเครื่อง ICP-MS

ใช้สารละลาย Setup solution ตรวจสอบ Intensity, Doubly charged ion, Oxide และ Background โดยเลือกพารามิเตอร์ที่ใช้สำหรับการทดสอบตามตารางที่ 4 และหลังจากการปรับตั้งค่าต่าง ๆ เรียบร้อยแล้ว ค่า Intensity, Background, Oxide และ Doubly charged ion ต้องอยู่ในช่วงที่กำหนดของเครื่องมือตามตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ค่ามาตรฐานที่กำหนดของเครื่อง ICP-MS [10]

รายการ	เกณฑ์กำหนด
Intensity :Be 9	>4,000
Intensity :In 115	>55000
Intensity :U 238	>35000
Background: Bkgd 220	<=1
Oxide: CeO156/Ce140	<=0.025
Doubly charged ion: Ce++/Ce140	<=0.03

2.4.3. การหาช่วงการใช้งานของเครื่องมือ (Instrument working rang)

วัดค่ามวลต่อประจุของสารละลายมาตรฐานตะกั่วในข้อ 2.3.2.4 จากนั้นนำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายและค่ามวลต่อประจุ

2.4.4. การหาขีดจำกัดการตรวจหา (Limit of detection, LOD) และขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ)

ทำการทดสอบปริมาณตะกั่วในสารละลายตัวอย่างกระดาศที่ไม่มีตะกั่ว หรือมีตะกั่วปริมาณน้อย ๆ ประมาณ 1-5 เท่าของค่าขีดจำกัดการตรวจหาของเครื่องมือ (IDL) จำนวน 10 ซ้ำ ด้วยเครื่อง ICP-MS ใช้ข้อมูลขีดจำกัดการตรวจหา (LOD) มาคำนวณค่าประมาณขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ (LOQ) ซึ่งมีค่าเท่ากับ 10 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และยืนยัน LOQ ด้วยการทดสอบปริมาณตะกั่วในสารละลายตัวอย่างกระดาศที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้นที่ประเมินได้จากขีดจำกัดการตรวจหา หรือที่ความเข้มข้นที่สามารถพิสูจน์ความแม่นยำและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ จำนวน 10 ซ้ำ

2.4.5. การหาค่าความเอนเอียง (Bias)

ทำการทดสอบปริมาณตะกั่วในสารละลายตัวอย่างกระดาศที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง ของช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบ จำนวนความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ

2.4.6. การศึกษาผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง (Matrix effect)

ใช้ข้อมูลจากค่าความเอนเอียงในข้อ 2.4.5 มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่เติมกับปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยในตัวอย่าง

2.4.7. การหาค่าความเที่ยง (Precision)

ทำการทดสอบปริมาณตะกั่วในสารละลายตัวอย่างกระดาศที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูงของช่วงของการใช้งานของวิธีทดสอบ อย่างน้อยความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ ภายใต้เงื่อนไข Intermediate Precision Condition โดยมีการเปลี่ยนแปลงเวลาและวันที่ทดสอบ

2.4.8. ประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Uncertainty of measurement)

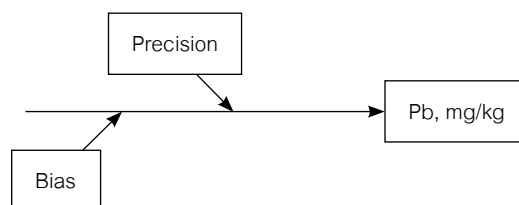
หลังจากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี ข้อมูลที่ได้จากการตรวจสอบความเอนเอียง และความเที่ยง นำมาใช้ในการประมาณค่าความไม่แน่นอน โดยถือเป็นแหล่งของค่าความไม่แน่นอนที่สำคัญ ซึ่งมีขั้นตอนการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัด ดังนี้

2.4.8.1. กำหนดรายละเอียดของสิ่งที่ถูกวัด (Specify measurand)

$$\text{Concentration, mg/kg} = \frac{\text{Conc (}\mu\text{g/L)} \times \text{Volume (mL)}}{\text{Weight (g)} \times 1000}$$

เมื่อ Conc คือ ความเข้มข้นที่ตรวจวัดได้ ($\mu\text{g/L}$)
 Volume คือ ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง (mL)
 Weight คือ น้ำหนักตัวอย่าง (g)

2.4.8.2. หาแหล่งของค่าความไม่แน่นอนของการวัดโดยใช้แผนภูมิแกงปลา



รูปที่ 1 แผนภูมิแกงปลาของแหล่งค่าความไม่แน่นอนของการวัด

2.4.8.3 คำนวณค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความไอนเดียว

ก) คำนวณค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด, $u(\bar{R}_m)$

จากสูตร

$$\bar{R}_m = \frac{\bar{m}_{abs}}{m_{spike}}$$

$$u(\bar{R}_m) = \bar{R}_m \times \sqrt{\left(\frac{S_{m_{obs}}^2}{n \times m_{abs}^2}\right) + \left(\frac{u(m_{spike})^2}{m_{spike}^2}\right)}$$

เมื่อ	\bar{R}_m	คือ	ค่าคืนกลับเฉลี่ยของปริมาณที่ตรวจวัดได้
	\bar{m}_{abs}	คือ	ปริมาณเฉลี่ยที่ตรวจวัดได้ในตัวอย่าง
	m_{spike}	คือ	ปริมาณที่เติมลงในตัวอย่าง
	$S_{m_{obs}}^2$	คือ	ความแปรปรวนของปริมาณที่ตรวจวัดได้
	$u(m_{spike})$	คือ	ความไม่แน่นอนของปริมาณที่เติมลงในตัวอย่าง
	n	คือ	จำนวนของการวิเคราะห์ซ้ำ

เมื่อได้ $u(\bar{R}_m)$ ทดสอบความมีนัยสำคัญของความไอนเดียว โดยใช้สถิติทดสอบ t (t- test) จากสูตร

$$t_{cal} = \frac{|1 - \bar{R}_m|}{u(\bar{R}_m)}$$

และพิจารณาผลการทดสอบว่ามีนัยสำคัญหรือไม่ ตามกรณีดังนี้

- 1) $t_{cal} < t_{crit}$ ผลการวัดไม่มีนัยสำคัญ ไม่ต้องนำค่าคืนกลับไปแก้ค่าผลการวัด แต่ยังคงนำค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด ($u(\bar{R}_m)$) ไปคำนวณค่าความไม่แน่นอนของผลการทดสอบ
- 2) $t_{cal} > t_{crit}$ ผลการวัดมีนัยสำคัญให้นำค่าคืนกลับไปแก้ค่าผลการวัด และยังคงนำค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด ($u(\bar{R}_m)$) ไปคำนวณค่าความไม่แน่นอนของผลการทดสอบ
- 3) $t_{cal} > t_{crit}$ ผลการวัดมีนัยสำคัญ แต่ไม่ต้องการนำค่าคืนกลับไปแก้ค่าผลการวัด ให้คำนวณค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด $u(\bar{R}_m)$ ไปคำนวณค่าความไม่แน่นอนของผลการทดสอบ

$$u(\bar{R}_m)'' = \sqrt{\left(\frac{1 - \bar{R}_m}{k}\right)^2 + u(\bar{R}_m)^2}$$

เมื่อ k คือ ค่าคงที่ (Coverage factor) ที่จะถูกใช้ในการคำนวณค่าความไม่แน่นอนขยาย

ข) คำนวณค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัดที่ครอบคลุมช่วงการใช้งาน $u(\bar{R}_s)$

$$u(\bar{R}_s) = \text{ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าคืนกลับ}$$

ค) คำนวณค่าความไม่แน่นอนรวมของความเอนเอียง $u(R)$

จากสูตร, เมื่อกำหนดให้ $R = R_m$ และ $R_s = 1$

$$u(R) = \bar{R}_m \times \sqrt{\left(\frac{u(\bar{R}_m)}{\bar{R}_m}\right)^2 + u(\bar{R}_s)^2}$$

2.4.8.4. คำนวณค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความเที่ยง

กรณีที่ทดสอบตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการทดสอบน้อยกว่า 5 ความเข้มข้น ผู้ทดสอบต้องใช้ดุลยพินิจพิจารณาว่าค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานมีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงกับความเข้มข้นหรือไม่ ถ้ามีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง คำนวณค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์รวม (RSD_{pool}) โดยใช้สมการ

$$RSD_{pool} = \sqrt{\frac{(n_1-1) \times RSD_1^2 + (n_2-1) \times RSD_2^2 + \dots}{(n_1-1) + (n_2-1) + \dots}}$$

ซึ่งค่า RSD_{pool} ที่คำนวณได้ คือ ค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความเที่ยง ($u(P)/P$) ของผลการวัด หากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานไม่มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงกับความเข้มข้น สามารถเลือกค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ที่มีค่ามากที่สุดเป็นค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความเที่ยงของผลการวัด

2.4.8.5. ค่าความไม่แน่นอนรวม (u_c)

เมื่อได้แหล่งของความไม่แน่นอนต่างๆ แล้วสามารถคำนวณค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานรวม (u_c) จากสูตรดังต่อไปนี้

$$u_c = C \times \sqrt{\left(\frac{u(R)}{R}\right)^2 + \left(\frac{u(P)}{P}\right)^2}$$

เมื่อ C คือ ความเข้มข้นของธาตุใด ๆ

2.4.8.6. ค่าความไม่แน่นอนขยาย (U)

ความไม่แน่นอนขยาย (U) เป็นการคูณค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานรวม (u_c) ด้วยค่าคงที่ (k) เพื่อระดับความเชื่อมั่น โดยทั่วไปใช้ k เท่ากับ 2 เพื่อแสดงระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

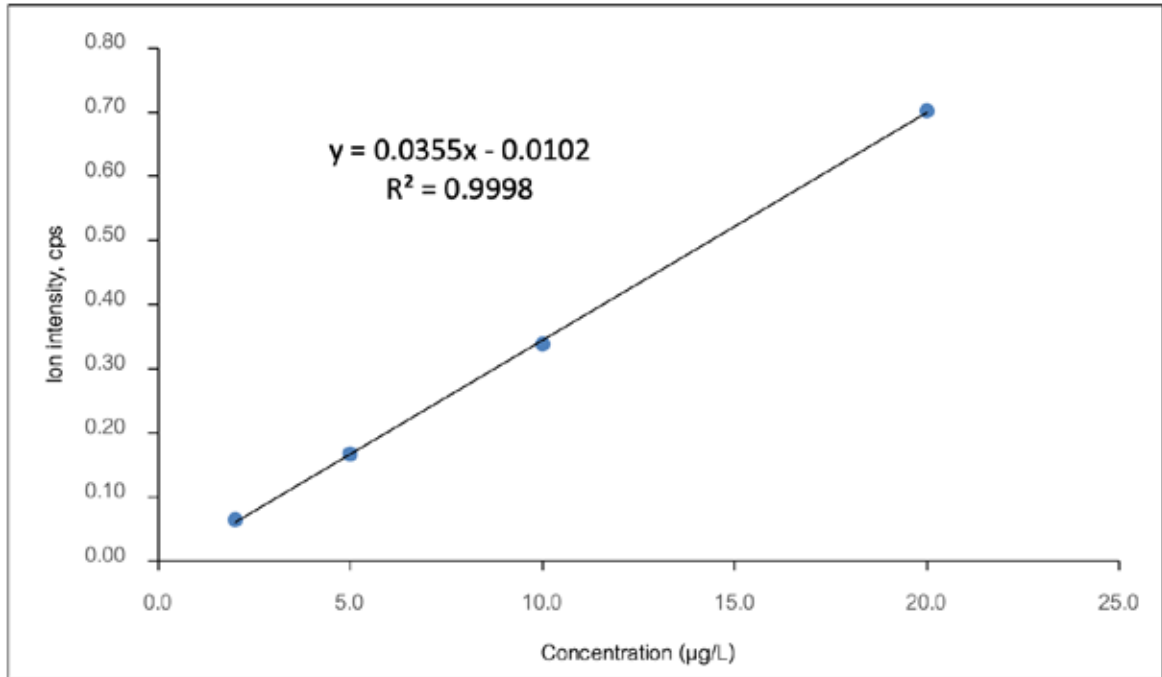
$$U = u_c \times 2$$

หลังจากได้ค่าความไม่แน่นอนของผลการวัดแล้ว ห้องปฏิบัติการต้องพิจารณาว่าค่าความไม่แน่นอนนี้เป็นไปตามวัตถุประสงค์การใช้งานหรือไม่

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1. ช่วงการใช้งานของเครื่องมือ (Instrument working range)

จากการศึกษาการหาปริมาณตะกั่วโดยใช้กราฟมาตรฐานที่สร้างจากสารละลายมาตรฐาน พบว่ามีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of determination, R^2) เข้าใกล้ 1 ดังรูปที่ 2 แสดงให้เห็นว่าช่วงการใช้งานของเครื่องมือ มีค่าอยู่ในช่วง 2.0–20.0 µg/L และขีดจำกัดการตรวจหาของเครื่อง (Instrument of detection, IDL) ที่คำนวณจาก 3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของผลการวัด Calibration blank (10 ซ้ำ) เท่ากับ 0.020 µg/L



รูปที่ 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและค่ามวลต่อประจุ

3.2. ขีดจำกัดการตรวจหา (Limit of detection, LOD) และขีดจำกัดการวัดปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ)

ขีดจำกัดการตรวจหา (Limit of detection, LOD) เป็นคุณลักษณะที่บอกถึงความเข้มข้นต่ำที่สุดที่สามารถตรวจวัดได้ ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ) เป็นคุณลักษณะที่บอกถึงความเข้มข้นต่ำที่สุดที่สามารถวัดปริมาณได้อย่างมีความแม่นยำและความเที่ยง โดยทำการทดสอบสารละลายตัวอย่างที่ไม่มีส่วนประกอบของธาตุตะกั่ว (Sample blank) หรือมีตะกั่วปริมาณน้อย ๆ ประมาณ 1–5 เท่าของค่าขีดจำกัดการตรวจหาของเครื่องมือ (IDL) จำนวน 10 ซ้ำ แล้วประเมินขีดจำกัดการตรวจหา (LOD) และ ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ) ได้จากสมการดังต่อไปนี้

กรณีที่ 1 ทดสอบ Sample blank

$$\text{ขีดจำกัดการตรวจหา, LOD} = \bar{X}_{\text{sample blank}} + 3 \text{ SD}$$

$$\text{ขีดจำกัดการตรวจวัดปริมาณ, LOQ} = \bar{X}_{\text{sample blank}} + 10 \text{ SD}$$

กรณีที่ 2 ทดสอบตัวอย่างที่มีปริมาณตะกั่วประมาณ 1-5 เท่าของค่า IDL

$$\text{ขีดจำกัดการตรวจหา, LOD} = 3 \text{ SD}$$

$$\text{ขีดจำกัดการตรวจวัดปริมาณ, LOQ} = 10 \text{ SD}$$

เมื่อ \bar{X} คือ ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของตะกั่วที่ตรวจวัดได้

SD คือ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ $n = 10$

พบว่าขีดจำกัดการตรวจหาและค่าประมาณขีดจำกัดการวัดปริมาณของตะกั่วมีค่าเท่ากับ 0.043 mg/kg และ 0.14 mg/kg ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 6

ตารางที่ 6 ขีดจำกัดการตรวจหาและค่าประมาณขีดจำกัดการวัดปริมาณตะกั่ว

รายการ	ปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยที่ปรับแก้, µg/L	ปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ย, mg/kg
Sample blank ($\bar{X}_{\text{sample blank}}$)	-	-
SD	0.0715	0.0142
3SD (LOD)	0.215	0.043
10SD (LOQ)	0.72	0.14

หมายเหตุ ปริมาณที่ตรวจวัดได้ที่ปรับแก้ (µg/L) = $\frac{\text{ปริมาณที่ตรวจวัดได้, µg/L} \times (0.50 \text{ g})}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง, g}}$

3.3. การยืนยันขีดจำกัดการวัดปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ)

3.3.1. ตรวจยืนยัน LOQ ที่ความเข้มข้น 0.20 mg/kg (1.0 µg/L) ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกับค่าที่ประเมินได้จากค่าขีดจำกัดการตรวจหา

พบว่าร้อยละค่าคืนกลับเท่ากับ 124.4 และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 7.3 ดังนั้นผลการตรวจยืนยัน LOQ ที่ความเข้มข้น 0.20 mg/kg ให้ค่าความแม่นยำไม่อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ (80–110%) ส่วนความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ (น้อยกว่า 10%) [11]

3.3.2. เลือกพิสูจน์ความแม่นยำและความเที่ยงที่ความเข้มข้น 0.40 mg/kg (2.0 µg/L)

พบว่าร้อยละค่าคืนกลับเท่ากับ 103.2 และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 6.8 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ดังนั้นขีดจำกัดการวัดปริมาณตะกั่วเท่ากับ 0.40 mg/kg ที่ให้ผลการวัดถูกต้องและมีความเที่ยงที่สามารถรายงานผลเป็นตัวเลขได้

3.4. การศึกษาความเอนเอียง (Bias)

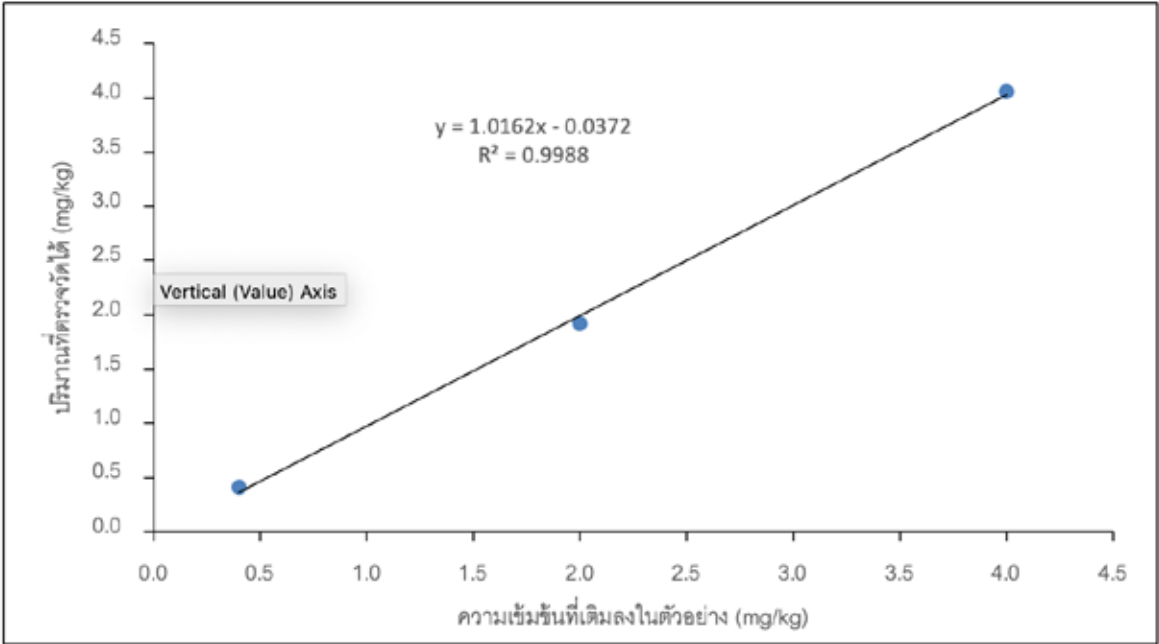
ความเอนเอียง คือผลต่างระหว่างค่าเฉลี่ยของค่าที่วัดได้กับค่าจริงหรือค่าอ้างอิง ซึ่งค่าความเอนเอียงนี้เป็นค่าที่ใช้ประเมินความแม่นยำของผลการวัดจากการเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วลงไปในตัวอย่่างกระดาศหที่ความเข้มข้น 0.40 mg/kg (2.0 µg/L, ความเข้มข้นต่ำ) 2.0 mg/kg (10.0 µg/L, ความเข้มข้นกลาง) และ 4.0 mg/kg (20.0 µg/L, ความเข้มข้นสูง) ของช่วงการใช้งานของวิธี ภายใต้การวิเคราะห์ห้ซ้ำแบบ Repeatability แล้วสรุปความเอนเอียงรวมจากผลการคำนวณค่าคืนกลับ พบว่าร้อยละค่าคืนกลับอยู่ในช่วง 97–103.2% แสดงดังตารางที่ 7 สรุปได้ว่าร้อยละค่าคืนกลับที่ประเมินจากการเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 10 µg/L และ 20 µg/L ลงในตัวอย่างกระดาศหสัมผัสอาหารที่ผลิตจากกระดาศหฟท้อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ คือ 90–103% (ที่ความเข้มข้น 15 µg/L) ส่วนร้อยละค่าคืนกลับที่ประเมินจากการเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ความเข้มข้น 2.0 µg/L ค่าคืนกลับไม่อยู่ในเกณฑ์ดังกล่าว เนื่องจากความคลาดเคลื่อนเชิงระบบที่ความเข้มข้นต่ำมีค่ามากกว่าที่ความเข้มข้นสูง

ตารางที่ 7 ร้อยละค่าคืนกลับที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ที่ครอบคลุมช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบ

Spiked sample, µg/L	ค่าอ้างอิง, mg/kg	ปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ย, mg/kg	ค่าคืนกลับเฉลี่ย, %	SD	% RSD
2.0 (ค่าต่ำ)	0.40	0.413	103.2	0.028	6.8
10.0 (ค่ากลาง)	2.00	1.940	97.0	0.051	2.6
20.0 (ค่าสูง)	4.00	4.099	102.5	0.11	2.7
เกณฑ์การยอมรับที่ความเข้มข้น 15 µg/L [3]		-	97-103		

3.5. ผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง (Matrix effect)

เป็นการศึกษาผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่างกระดาด โดยนำข้อมูลจากค่าความอินทรีย์มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่เติมลงในตัวอย่างกับปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยของตัวอย่าง แสดงดังรูปที่ 3 ความชันจะต้องไม่แตกต่างจาก 1 อย่างมีนัยสำคัญ แสดงว่าไม่มีผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง



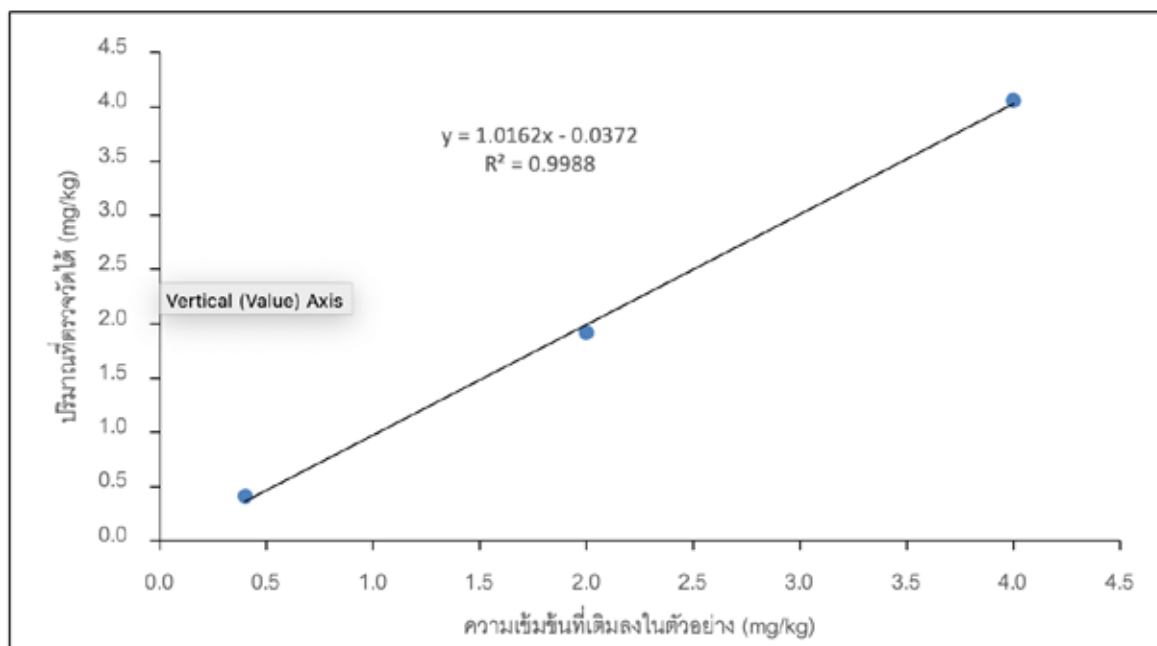
รูปที่ 3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยในสารละลายตัวอย่าง

3.6. ความเที่ยง (Precision)

ความเที่ยง คือความใกล้เคียงของผลทดสอบซ้ำของตัวอย่างเดียวกัน ในกรณีนี้ทดสอบสารละลายที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว ที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง โดยมีการเปลี่ยนแปลงเวลาและวันที่ ซึ่งความเที่ยงของผลการวัดประเมินจากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) แสดงดังตารางที่ 8 และกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน แสดงดังรูปที่ 4

ตารางที่ 8 ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ที่ครอบคลุมช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบ

Spiked sample, µg/L	ค่าอ้างอิง, mg/kg	ปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ย, mg/kg	SD, mg/kg	%RSD
2.0 (ค่าต่ำ)	0.40	0.406	0.0382	9.4
10.0 (ค่ากลาง)	2.00	2.034	0.106	5.2
20.0 (ค่าสูง)	4.00	4.154	0.143	3.4
เกณฑ์การยอมรับ [10]		-	-	≤10
จำนวนการวิเคราะห์ซ้ำ n = 10		-	-	-



รูปที่ 4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

3.7. การประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Uncertainty of measurement)

นำข้อมูลจากค่าความเอนเอียง ($u(R)$) และความเที่ยง ($u(P)/P$) มาคำนวณค่าความไม่แน่นอนของการวัด แสดงดังตารางที่ 9 ซึ่งค่าความไม่แน่นอนขยายที่คำนวณได้น้อยกว่าค่าความไม่แน่นอนเป้าหมายที่ห้องปฏิบัติการกำหนดไว้ แสดงว่า ค่าความไม่แน่นอนขยายที่คำนวณได้เป็นไปตามวัตถุประสงค์การใช้งาน

ตารางที่ 9 ค่าความไม่แน่นอนขยายที่คำนวณได้กับค่าความไม่แน่นอนเป้าหมายที่กำหนดไว้

ลำดับ	แหล่งของค่าความไม่แน่นอน	ค่าที่ได้
1	ความเอนเอียง, $u(R)$	0.037
1.1	ค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด, ($u(\bar{R}_m)$) ^a	0.00804
	ค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด, ($u(\bar{R}_m)$)	0.0170
	ปริมาณเฉลี่ยที่ตรวจวัดได้ในตัวอย่าง (\bar{m}_{obs}), mg/kg	1.940

ตารางที่ 9 ค่าความไม่แน่นอนขยายที่คำนวณได้จากค่าความไม่แน่นอนเป้าหมายที่กำหนดไว้ (ต่อ)

ลำดับ	แหล่งของค่าความไม่แน่นอน	ค่าที่ได้
	ปริมาณที่เติมลงในตัวอย่าง (m_{spike}), mg/kg	2.0
	ค่าคืนกลับเฉลี่ยของปริมาณที่ตรวจวัดได้ (\bar{R}_m)	0.970
	ความแปรปรวนของปริมาณที่ตรวจวัดได้ ($S^2_{m_{\text{meas}}}$), mg^2/kg^2	0.0025
	จำนวนของการวิเคราะห์ซ้ำ (n)	10
	$u(m_{\text{spike}})/m_{\text{spike}}$	0.0015
	t_{cal}	3.73
	$t_{\text{crit}}(0.025,9)$	2.226
	1.2 ค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัดที่ครอบคลุมช่วงการใช้งาน $u(\bar{R}_s) = \text{SD}$	0.0340
2	ความเที่ยง, $u(P)/P = \text{RSD}_{\text{pool}}$	0.065
3	ความไม่แน่นอนรวม, u_c , mg/kg	0.15
4	ความไม่แน่นอนขยาย (U) ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($k = 2$), mg/kg	0.30
5	ความไม่แน่นอนขยายคิดเป็นร้อยละ	15.0

4. สรุป (Conclusion)

การศึกษานี้มุ่งเน้นพัฒนาวิธีทดสอบหาปริมาณตะกั่วที่ปนเปื้อนในกระดาษสัมผัสอาหารที่ผลิตจากกระดาษคราฟท์โดยย่อตัวอย่างด้วยไมโครเวฟ เพื่อประเมินคุณภาพผลิตภัณฑ์กระดาษที่ใช้สัมผัสอาหารให้เป็นไปตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม และให้เป็นวิธีที่ให้ผลการวัดที่มีความแม่นยำ ความเที่ยง รวดเร็ว ประหยัดเวลาและสารเคมี เป็นไปตามเกณฑ์การยอมรับตามวิธีมาตรฐาน BS EN 12498 Paper and board - Paper and board intended to come into contact with foodstuffs - Determination of cadmium, chromium and lead in an aqueous extract โดยทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ พบค่าขีดจำกัดการตรวจหา (LOD) และค่าขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ) เท่ากับ 0.043 mg/kg และ 0.40 mg/kg ตามลำดับ ช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบอยู่ในช่วง 2.0–20.0 µg/L ร้อยละค่าคืนกลับอยู่ในช่วง 97.0–103.2 ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วงร้อยละ 3.4–9.4 และค่าความไม่แน่นอนขยายคิดเป็นร้อยละ ±15.0 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 เป็นไปตามเกณฑ์การยอมรับที่วิธีมาตรฐาน BS EN 12498 กำหนด และจากการศึกษาผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง (Matrix effect) จากความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นที่เติมและปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยในสารละลายตัวอย่างกระดาษ พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of determination, R^2) เข้าใกล้ 1 แสดงว่าไม่มีผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง ดังนั้นวิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถนำมาใช้เทียบเคียงได้กับวิธีมาตรฐาน BS EN 12498 ที่มีข้อกำหนดในเรื่องคุณสมบัติของตัวอย่างที่เป็นตัวดูดซับ และมีความเหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์

5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

ขอขอบคุณกลุ่มผลิตภัณฑ์โลหะ กองเคมีภัณฑ์และผลิตภัณฑ์อุปโภค กรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงการอุดมศึกษา วิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม

6. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.). มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกระดาษสัมผัสอาหาร. มอก. 2948-2562. กรุงเทพฯ: สมอ.; 2562.
- [2] สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.). มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกระดาษสัมผัสอาหารสำหรับปรุงอาหารด้วยความร้อน. มอก. 3438-2565. กรุงเทพฯ: สมอ.; 2565.
- [3] British Standard Institution (BSI). Paper and board-Paper and board intended to come into contact with foodstuffs - Determination of cadmium, chromium and lead in an aqueous extract. BS EN 12498:2018. London: BSI; 2018.
- [4] British Standard Institution (BSI). Paper and board intended to come into contact with foodstuffs - Preparation of a hot water extract. BS EN 647:1994. London: BSI; 1994.
- [5] British Standard Institution (BSI). Paper and board intended to come into contact with foodstuffs - Preparation of a cold water extract. BS EN 645:1994. London: BSI; 1994.
- [6] จิตวิไล เวฬุวนารักษ์. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณแคดเมียมและตะกั่วที่แพร่จากกระดาษสัมผัสอาหาร: เอกสารผลงานที่เสนอเพื่อการประเมินแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ; 2567.
- [7] Magnusson B, Örnemark U, editors. Eurachem Guide: The fitness for purpose of analytical methods – a laboratory guide to method validation and related topics. [place unknown]: Eurachem; 2014.
- [8] Barwick VJ, Ellison SLR. VAM Project 3.2.1 Development and harmonisation of measurement uncertainty principles part (d): protocol for uncertainty evaluation from validation data version 5.1 [Internet]. Teddington (UK): LGC (Teddington) Limited; 2000 [cited 2023 Dec 20]. Available from: <http://www.demarcheiso17025.com/private/Protocol%20for%20uncertainty%20evaluation%20from%20validation%20data.pdf>
- [9] Analytik Jena AG. TOPwave Microwave system for pressure digestion. Jena: Analytik Jena AG; 2014.
- [10] PerkinElmer Inc. Syngistix for ICP-MS software reference guide. Shelton (CT): PerkinElmer; 2014.
- [11] AOAC International. Appendix F: guidelines for standard method performance requirements [Internet]. 2016 [cited 2023 Dec 20]. Available from: https://www.aoac.org/wp-content/uploads/2019/08/app_f.pdf