

การตรวจวิเคราะห์ปริมาณแคดเมียมในกระดาษสัมผัสอาหาร ด้วยเทคนิคอินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรเมตรี

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

นุจรินทร์ พลหงษ์¹, เนตรศิรินทร์ กฤษวงษ์¹, วรณรัตน์ บุรณะกุล¹, วีรภัทร รามณี¹,
จิตวิไล เวฬุวนารักษ์¹, วีระ สวนโธสง¹

Nootjarin Phonhong¹, Netsirin Gissawong¹, Warunrat Buranakul¹, Veerapat Ramanee¹,
Jitwilai Waluvanarak¹, Weera Suanthaisong¹

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

บทคัดย่อ

การศึกษานี้เป็นการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการตรวจวัดปริมาณแคดเมียมในกระดาษสัมผัสอาหาร ด้วยการย่อยตัวอย่างกระดาษด้วยไมโครเวฟในสถานะที่เป็นกรด หลังจากนั้นตรวจวัดปริมาณแคดเมียมด้วยเทคนิคอินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรเมตรี ห้องปฏิบัติการจำเป็นต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบเพื่อประเมินว่าวิธีทดสอบเหมาะสำหรับการนำมาใช้หรือไม่ โดยศึกษาคุณลักษณะเฉพาะของวิธีทดสอบ ได้แก่ ช่วงการใช้งานของเครื่องมือ (Instrument working range) ขีดจำกัดการตรวจหา (Limit of detection, LOD) ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ) ความเอนเอียง (Bias) ความเที่ยง (Precision) ผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง (Matrix effect) และความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement uncertainty) จากการศึกษาพบว่า ช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบอยู่ในช่วง 0.040 - 0.40 mg/kg โดยค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.9999 ขีดจำกัดการตรวจหาและขีดจำกัดการวัดปริมาณ เท่ากับ 0.0024 mg/kg และ 0.040 mg/kg ตามลำดับ จากการศึกษาความเอนเอียงและความเที่ยง พบว่าค่าร้อยละ การคืนกลับอยู่ในช่วง 86.5 - 92.1 และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์น้อยกว่าร้อยละ 10 นอกจากนี้ค่าความไม่แน่นอน ขยายของวิธีน้อยกว่าร้อยละ ± 20 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ดังนั้นสรุปว่าวิธีทดสอบนี้สามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมในกระดาษสัมผัสอาหารที่ผลิตจากกระดาษแข็งให้ผลการวัดที่มีทั้งความแม่นยำ ความเที่ยง และเหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์

คำสำคัญ: การย่อยด้วยไมโครเวฟ, อินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรเมตรี, กระดาษสัมผัสอาหาร, แคดเมียม

¹กลุ่มผลิตภัณฑ์โลหะ กองเคมีภัณฑ์และผลิตภัณฑ์อุปโภค กรมวิทยาศาสตร์บริการ

Abstract

This work proposed the method validation for cadmium (Cd) determination in paper for food contact material (FCM). The paper based FCMs was digested using microwave digestion in acidic condition. After that, Cd was analyzed by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). It is necessary that the laboratory has to validate testing method to evaluate whether the validated method is fit for intended use. The performance characteristics were studied including instrument working range, limit of detection (LOD), limit of quantitation (LOQ), bias, intermediate precision, matrix effect and measurement uncertainty. Under the studied condition, the linearity in the range of 0.040 - 0.40 mg/kg with the correlation coefficient (r) of 0.9999 was obtained. The LOD and LOQ were 0.0024 mg/kg and 0.040 mg/kg, respectively. The bias and precision studies showed that percentage of recovery and relative standard deviation (RSD) of Cd were between 86.5 - 92.1% and less than 10%, respectively. Moreover, the expanded uncertainty of the proposed method was less than $\pm 20\%$ at the confidence level of 95%. Thus, it can be concluded that this test method for Cd determination in paper based FCM was valid and fit for the intended use.

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

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

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

1. บทนำ (Introduction)

ในปัจจุบันวัสดุสัมผัสอาหาร (Food contact materials; FCMs) และบรรจุภัณฑ์ต่าง ๆ เป็นหนึ่งในอุตสาหกรรมที่ส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อม เนื่องจากผลิตภัณฑ์ส่วนใหญ่ผลิตมาจากพลาสติก โฟม ซึ่งเป็นวัสดุที่ไม่สามารถย่อยสลายได้ และวัสดุประเภทนี้ยังมีส่วนสำคัญในการปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ก่อให้เกิดปัญหาโลกร้อนเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นเพื่อลดการใช้วัสดุเหล่านี้จึงได้มีการเสนอผลิตภัณฑ์สัมผัสอาหารที่ทำจากกระดาษเป็นวัสดุทดแทน ซึ่งตอบสนองต่อเศรษฐกิจหมุนเวียน (Circular economy) สามารถนำไปรีไซเคิลและนำกลับมาใช้ใหม่ได้ และเป็นการลดปริมาณของเสียที่เกิดขึ้น อย่างไรก็ตามผลิตภัณฑ์ที่ทำจากกระดาษอาจจะมีการเติมสารเคลือบ หรือสารปรุงแต่งต่าง ๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการใช้งานให้ดียิ่งขึ้น ดังนั้นสารปนเปื้อนในผลิตภัณฑ์กระดาษ เช่น สารฟอกขาว สารต้านจุลินทรีย์ และโลหะหนัก สามารถเกิดการแพร่หรือละลายออกมาเข้าไปสู่อาหารได้ สหภาพยุโรปจึงได้มีการกำหนดกฎหมายเกี่ยวกับวัสดุสัมผัสอาหารที่เข้มงวดมากขึ้นซึ่งครอบคลุมวัสดุสัมผัสอาหารทั้งหมด 17 ประเภท รวมทั้งกระดาษด้วย

แคดเมียม (Cd) เป็นหนึ่งในโลหะหนักที่อันตราย ซึ่งสามารถตรวจพบได้จากวัสดุสัมผัสอาหารประเภทต่าง ๆ เช่น กระดาษสัมผัสอาหารที่พิมพ์ลายโดยใช้หมึกพิมพ์ที่ไม่ใช่หมึกพิมพ์ชั้นคุณภาพสัมผัสอาหาร เมื่อผู้บริโภคได้รับแคดเมียมในปริมาณที่มากเกินไป จะเกิดผลเสียต่อสุขภาพ ได้แก่ อ่อนเพลีย เหนื่อยง่าย คลื่นไส้ ปวดเมื่อย ส่งผลต่อไตและกระดูก อีกทั้งแคดเมียมยังเป็นสารก่อมะเร็งโดยเฉพาะมะเร็งปอด มะเร็งต่อมลูกหมากและไต ดังนั้นจึงได้มีการกำหนดมาตรฐานต่าง ๆ เพื่อความปลอดภัยต่อผู้บริโภค ในประเทศไทยมีการกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกระดาษสัมผัสอาหาร (มอก. 2948) [1] และมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกระดาษสัมผัสอาหาร สำหรับปรุงอาหารด้วยความร้อน (มอก. 3438) [2] ซึ่งกำหนดให้ปริมาณแคดเมียมที่สามารถตรวจพบได้ในผลิตภัณฑ์กระดาษมีค่าไม่เกิน 0.50 mg/kg เมื่อทดสอบตามวิธีมาตรฐาน 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] ซึ่งมาตรฐานนี้เสนอการวิเคราะห์ปริมาณแคดเมียมที่สามารถแพร่กระจายสู่อาหารได้ โดยใช้วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสมตามลักษณะการใช้งานของผลิตภัณฑ์ เช่น ผลิตภัณฑ์กระดาษที่สัมผัสหรือปรุงอาหารที่ไม่ใช้ความร้อน ให้ใช้วิธีตามมาตรฐาน BS EN 645: Paper and board intended to come into contact with foodstuffs - Preparation of a cold water extract [4] และผลิตภัณฑ์กระดาษที่สัมผัสหรือปรุงอาหารด้วยความร้อน ให้ใช้วิธีตามมาตรฐาน BS EN 647: Paper and board intended to come into contact with foodstuffs – Preparation of a hot water extract [5] ซึ่งทั้งสองวิธีดังกล่าวยังมีข้อจำกัดที่ก่อให้เกิดความคลาดเคลื่อนของการวัดเชิงระบบของวิธีการวิเคราะห์ (Method bias) เนื่องจากผลิตภัณฑ์กระดาษบางประเภทมีคุณสมบัติเป็นตัวดูดซับ ส่งผลให้ค่าความโอนเียงของวิธีทดสอบตามมาตรฐาน BS EN 12498 ซึ่งประเมินจากค่าคืนกลับของปริมาณแคดเมียมในสารละลายที่สกัดได้จากตัวอย่าง กระดาษแข็งตามมาตรฐานดังกล่าวเปรียบเทียบกับปริมาณแคดเมียมที่ทราบความเข้มข้นที่แท้จริง มีค่าคืนกลับน้อยกว่าร้อยละ 70 [6] ดังนั้นการพัฒนางานวิธีทดสอบผลิตภัณฑ์กระดาษจึงมีความสำคัญเพื่อให้สามารถวิเคราะห์ปริมาณโลหะในผลิตภัณฑ์กระดาษได้ทุกประเภท

การศึกษานี้จึงเป็นการพัฒนางานวิธีวิเคราะห์ปริมาณแคดเมียมในตัวอย่างผลิตภัณฑ์กระดาษโดยใช้การย่อยด้วยไมโครเวฟและตรวจวัดด้วยเทคนิคอินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโทรเมตรี ซึ่งการพัฒนางานวิธีทดสอบนี้ได้ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีโดยกำหนดค่าความไม่แน่นอนเป้าหมายของผลการทดสอบไม่เกินร้อยละ ± 20 การศึกษา คุณลักษณะเฉพาะของวิธี ได้แก่ ช่วงการใช้งานของเครื่องมือ (Instrument working range) ขีดจำกัดการตรวจหา (Limit of detection, LOD) ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ) ความโอนเียง (Bias) ความเที่ยง (Precision) ผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง และการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัด อ้างอิงแนวทางตามเอกสาร The fitness for purpose of analytical methods – A laboratory guide to method validation and related topics [7] และ 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 ตัวอย่างกระดาศ หมายถึง กระดาศแห้ง ที่นำมาใช้รองรับอาหารที่ผลิตจากเยื่อบริสุทธิ์หรือเยื่อธรรมชาติ ผ่านการฟอกสีแล้วนำไปอัดแข็งและขึ้นรูปเป็นภาชนะสัมผัสอาหาร จากนั้นไปทำให้แห้ง

2.1.2 ตัวอย่างที่ใช้ศึกษา คือ กระดาศแห้งที่ไม่มีการปนเปื้อนปริมาณแคดเมียมหรือมีปริมาณแคดเมียมไม่เกิน $0.80 \mu\text{g/kg}$ ($0.0040 \mu\text{g/L}$) ที่สุ่มมาจากกลุ่มกระดาศแห้งที่ผลิตขึ้นมาในช่วงเวลาเดียวกัน

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 TOP Wave 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% แล้วล้างออกด้วยน้ำสะอาด

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

2.3 สารเคมี สารละลาย และวิธีเตรียม

2.3.1 สารเคมี

2.3.1.1 น้ำปราศจากไอออนบริสุทธิ์ ความต้านทานไฟฟ้า $18.2 \text{ M}\Omega/\text{cm}$

2.3.1.2 กรดไนตริกเข้มข้น (HNO_3) 65% w/v ความถ่วงจำเพาะ 1.40 Analytical reagent grade ยี่ห้อ Merck

2.3.1.3 สารละลายกรดไนตริก 2% v/v เตรียมโดยตวงน้ำที่ปราศจากไอออน 980 mL และตวงกรดไนตริก 20 mL ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 2,000 mL จากนั้นผสมให้เข้ากัน

2.3.2 สารละลายมาตรฐาน

2.3.2.1 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม (Cd) ความเข้มข้น $1,000 \pm 24 \text{ mg/L}$ ยี่ห้อ AccuStandard สอบกลับได้ไปยัง NIST RM 3128

2.3.2.2 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม (Cd) ความเข้มข้น $1,000 \pm 3 \text{ mg/L}$ ยี่ห้อ High-purity สอบกลับได้ไปยัง NIST RM 3128 คนละแหล่งกับสารละลายมาตรฐานแคดเมียมในข้อ 2.3.2.1

2.3.2.3 สารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้น 10.0 และ 0.10 mg/L เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมในข้อ 2.3.2.1 ปริมาตรตามตารางที่ 1 ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL จากนั้นปรับปริมาตรด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 2% v/v จนถึงขีดวัดปริมาตร

2.3.2.4 สารละลายมาตรฐานแคดเมียมสำหรับสร้างกราฟมาตรฐานเตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม ในข้อ 2.3.2.3 ปริมาตรตามตารางที่ 2 ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL จากนั้นปรับปริมาตรด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 2% v/v จนถึงขีดวัดปริมาตร

ตารางที่ 1 วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้น 10.0, 0.10 และ 0.010 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
Std-0.010	0.10	10	0.010

ตารางที่ 2 วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมสำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน

No.	Start conc. of standard, mg/L	Volume of pipette, mL	Final conc of standard, µg/L
Cal-1	0.010	2	0.20
Cal-2	0.010	5	0.50
Cal-3	0.010	10	1.0
Cal-4	0.010	20	2.0

2.4 วิธีดำเนินงาน

2.4.1 การเตรียมตัวอย่าง

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

2.4.1.2 เติมนกรดไนตริกเข้มข้น (HNO_3) 65% w/v ในข้อ 2.3.1.2 ปริมาตร 10 mL รอบประมาณ 1 ชั่วโมงจนกระทั่งไม่มีปฏิกิริยาระหว่างตัวอย่างกับกรด

2.4.1.3 นำเข้าเครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟ

2.4.1.4 ตั้งพารามิเตอร์ที่ใช้สำหรับการย่อยตัวอย่าง เช่น อุณหภูมิ ความดัน เวลา และพลังงาน ดังแสดงในตารางที่ 3 ซึ่งอ้างอิงมาจากคู่มือการใช้งานเครื่องไมโครเวฟยี่ห้อ Analytik Jena AG รุ่น TOPwave

2.4.1.5 เมื่อตัวอย่างย่อยสสมบูรณ์แล้ว นำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นถ่ายสารละลายที่ย่อยได้ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

2.4.1.6 กรองสารละลายตัวอย่างด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6 หรือเบอร์ 42 แล้วเก็บสารละลายที่กรองแล้วลงในขวดพลาสติกที่มีฝาปิด

2.4.1.7 นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมด้วยเครื่องอินดักทีฟลิคัฟเฟิลพลาสมาแมสสเปกโตรมิเตอร์ในข้อ 2.2.1 โดยเทียบกับกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานแคดเมียมในข้อ 2.3.2.4 และใช้พารามิเตอร์สำหรับการทดสอบตามตารางที่ 4

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

ตารางที่ 4 พารามิเตอร์ที่ใช้ในการวิเคราะห์แคดเมียมด้วยเครื่อง ICP-MS [10]

พารามิเตอร์	รายละเอียด
Mass	110.904
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 โดยเลือกพารามิเตอร์ที่ใช้สำหรับการทดสอบตารางที่ 4 และหลังจากการปรับตั้งค่าต่าง ๆ เรียบร้อยแล้ว ค่า Intensity, Background, Oxide และ Doubly charged ion ต้องอยู่ในช่วงที่กำหนดของเครื่องมือตามตารางที่ 5

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)

วัดค่ามวลต่อประจุของสารละลายมาตรฐานแคดเมียมในข้อ 2.3.2.4 จากนั้นนำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายและค่ามวลต่อประจุ

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

ทำการทดสอบปริมาณแคดเมียมในสารละลายตัวอย่างกระดาศที่ไม่มีแคดเมียม หรือมีแคดเมียมปริมาณน้อย ๆ ประมาณ 1-5 เท่าของค่าขีดจำกัดการตรวจหาของเครื่องมือ (IDL) จำนวน 10 ซ้ำ ด้วยเครื่อง ICP-MS ใช้ข้อมูลขีดจำกัดการตรวจหา (LOD) มาคำนวณค่าประมาณขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ (LOQ) ซึ่งมีค่าเท่ากับ 10 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และยืนยัน LOQ ด้วยการทดสอบปริมาณแคดเมียมในสารละลายตัวอย่างกระดาศที่มีการเติมสารละลายแคดเมียมที่ความเข้มข้นที่ประเมินได้จากขีดจำกัดการตรวจหา หรือที่ความเข้มข้นที่สามารถพิสูจน์ความถูกต้องและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ จำนวน 10 ซ้ำ

2.4.5 การหาค่าความเอนเอียง (Bias)

ทำการทดสอบปริมาณแคดเมียมในสารละลายตัวอย่างกระดาศที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูงของช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบ จำนวนความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ

2.4.6 การศึกษาผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง (Matrix effect)

ใช้ข้อมูลจากค่าความเอนเอียงในข้อ 2.4.5 มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นที่เติมลงในสารละลายและปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยในตัวอย่าง

2.4.7 การหาค่าความเที่ยง (Precision)

ทำการทดสอบปริมาณแคดเมียมในสารละลายตัวอย่างกระดาศที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูงของช่วงของการใช้งานของวิธีทดสอบ อย่างน้อยความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ ภายใต้เงื่อนไข Intermediate Precision Condition โดยมีการเปลี่ยนแปลงเวลาและวันที่ทดสอบ

2.4.8 ประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Uncertainty of measurement)

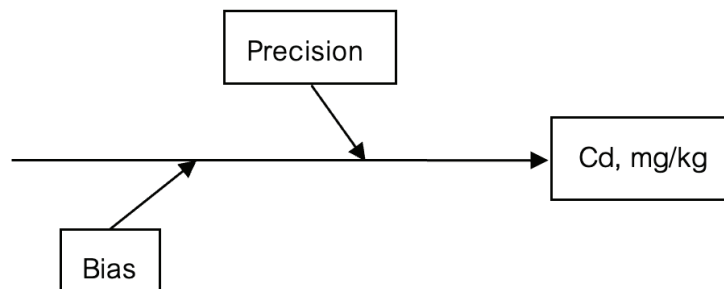
หลังจากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี ข้อมูลที่ได้จากการตรวจสอบความเอนเอียง และความเที่ยง นำมาใช้ในการประมาณค่าความไม่แน่นอน โดยถือเป็นแหล่งของค่าความไม่แน่นอนที่สำคัญ ซึ่งมีขั้นตอนการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัด ดังนี้

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 หาแหล่งของค่าความไม่แน่นอนของการวัดโดยใช้แผนภูมิแก๊งปลา



รูปที่ 1 แผนภูมิแก๊งปลาของแหล่งค่าความไม่แน่นอนของการวัด

2.4.8.3 คำนวณค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความอินทรีย์

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

จากสูตร

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

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

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

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

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

และพิจารณาผลการทดสอบว่ามีนัยสำคัญหรือไม่ ตามกรณีดังนี้

1) $t_{cal} < t_{crit}$ ผลการวัดไม่มีนัยสำคัญ ไม่ต้องนำค่าคืนกลับไปแก้ค่าผลการวัด แต่ยังคงนำค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด ($u(\bar{R}_m)$) ไปคำนวณค่าความไม่แน่นอนของผลการทดสอบ

2) $t_{cal} > t_{crit}$ ผลการวัดมีนัยสำคัญ ให้นำค่าคืนกลับไปแก้ค่าผลการวัด และยังคงนำค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด ($u(\bar{R}_m)$) ไปคำนวณค่าความไม่แน่นอนของผลการทดสอบ

3) $t_{cal} > t_{crit}$ ผลการวัดมีนัยสำคัญ แต่ไม่ต้องการนำค่าคืนกลับไปแก้ค่าผลการวัด ให้นำคำนวณค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด $u(\bar{R}_m)''$ 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 $u(\bar{R}_s)$
 $u(\bar{R}_s) =$ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าคืนกลับเฉลี่ย

ค) คำนวณค่าความไม่แน่นอนรวมของความโอนเนื่อง $u(R)$
 จากสูตร, เมื่อให้ $R = R_m$ และ $R_s = 1$

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

2.4.8.4 คำนวณค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความเที่ยง

กรณีที่ทดสอบตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการทดสอบน้อยกว่า 5 ความเข้มข้นผู้ทดสอบต้องใช้ดุลยพินิจพิจารณาว่าค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานมีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงกับความเข้มข้นหรือไม่ ถ้ามีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง คำนวณค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์รวม (RSD_{pool}) โดยใช้สมการ

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

แล้วนำค่า RSD_{pool} ที่ได้ไปใช้เป็นค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความเที่ยง ($u(P)/P$) ของผลการวัด หากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานไม่มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงกับความเข้มข้น สามารถเลือกค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ที่มีค่ามากที่สุดเป็นค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความเที่ยงของผลการวัด

2.4.8.5 ค่าความไม่แน่นอนรวม (u_c)

เมื่อได้แหล่งของความไม่แน่นอนต่าง ๆ 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) เพื่อระบุระดับความเชื่อมั่น โดยทั่วไปใช้ k เท่ากับ 2 เพื่อแสดงระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

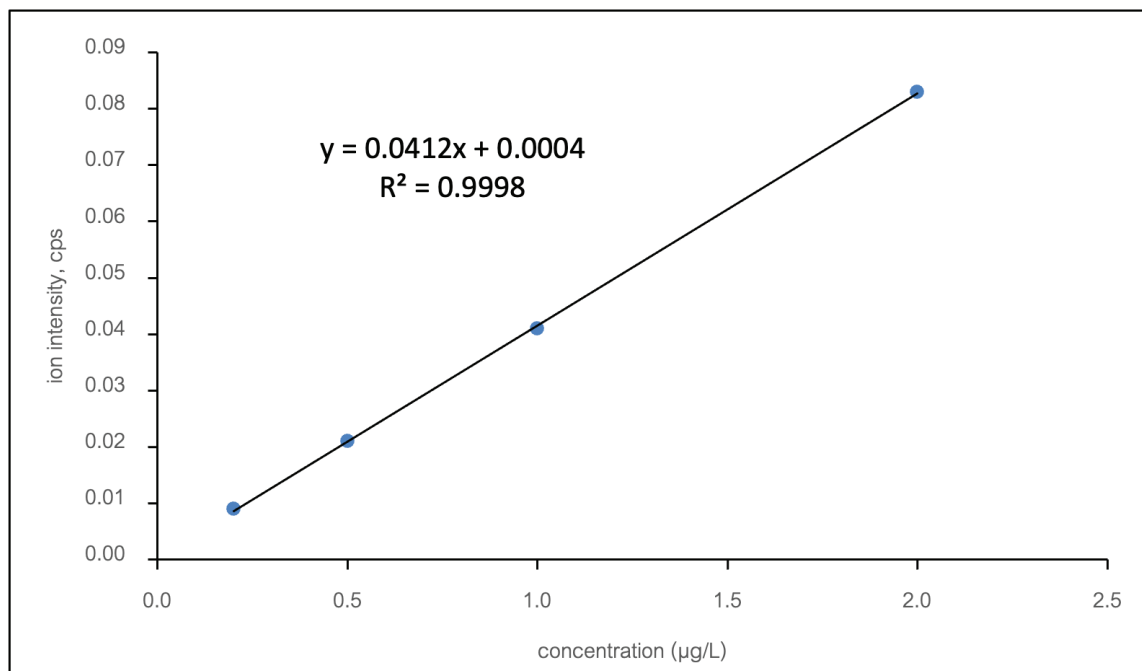
$$U = u_c \times 2$$

หลังจากได้ค่าความไม่แน่นอนของผลการวัดแล้ว ห้องปฏิบัติการต้องพิจารณาว่าค่าความไม่แน่นอนนี้เป็นไปตามวัตถุประสงค์การใช้งานหรือไม่

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 ช่วงการใช้งานของเครื่องมือ (Instrument working range)

จากการศึกษาการหาปริมาณแคดเมียมโดยใช้กราฟมาตรฐานที่สร้างจากสารละลายมาตรฐาน พบว่ามีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of determination, R^2) เข้าใกล้ 1 ดังรูปที่ 2 แสดงให้เห็นว่าช่วงการใช้งานของเครื่องมือ มีค่าอยู่ในช่วง 0.20 - 2.0 $\mu\text{g/L}$ และขีดจำกัดการตรวจหาของเครื่อง (Instrument of detection, IDL) ที่คำนวณจาก 3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของผลการทดสอบ Calibration blank (10 ซ้ำ) เท่ากับ 0.0040 $\mu\text{g/L}$



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 โดยทำการทดสอบสารละลายตัวอย่างที่ไม่มีส่วนประกอบของธาตุแคดเมียม (Sample blank) หรือมีแคดเมียมปริมาณน้อย ๆ ประมาณ 1 - 5 เท่าของค่าขีดจำกัดการตรวจหาของเครื่องมือ (IDL) จำนวน 10 ซ้ำ แล้วประเมินขีดจำกัดการตรวจหา (LOD) และขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ) ได้จากสมการดังต่อไปนี้

กรณีที่ 1 ทดสอบ sample blank

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

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

กรณีที่ 2 ทดสอบตัวอย่างที่มีปริมาณแคดเมียมประมาณ 1-5 เท่าของค่า IDL

ขีดจำกัดการตรวจหา, $LOD = 3SD$

ขีดจำกัดการตรวจวัดปริมาณ, $LOQ = 10SD$

เมื่อ $\bar{X}$ คือ ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของแคดเมียมที่ตรวจวัดได้

SD คือ ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ $n = 10$

พบว่าขีดจำกัดการตรวจหาและค่าประมาณขีดจำกัดการวัดปริมาณของแคดเมียมมีค่าเท่ากับ 0.0024 mg/kg และ 0.010 mg/kg ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 6

ตารางที่ 6 ขีดจำกัดการตรวจหาและค่าประมาณขีดจำกัดการวัดปริมาณแคดเมียม

รายการ	ปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยที่ปรับแก้, $\mu\text{g/L}$	ปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ย, mg/kg
Sample blank ($\bar{X}_{\text{sample blank}}$)	-	-
SD	0.0040	0.00079
3SD (LOD)	0.012	0.0024
10SD (LOQ)	0.040	0.010

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

3.3 การยืนยันขีดจำกัดการวัดปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ)

3.3.1 ตรวจยืนยัน LOQ ที่ความเข้มข้น 0.020 mg/kg (0.10 $\mu\text{g/L}$) ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกับค่าที่ประเมินได้จาก ค่าขีดจำกัดการตรวจหา พบว่าร้อยละค่าคืนกลับเท่ากับ 128.8 และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 15.2 ดังนั้นผลการตรวจยืนยัน LOQ ที่ความเข้มข้น 0.020 mg/kg ให้ค่าความแม่นยำและความเที่ยงไม่อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ (Recovery = 80 - 110% และ %RSD น้อยกว่า 10%) [11]

3.3.2 เลือกพิสูจน์ความถูกต้องและความเที่ยงที่ความเข้มข้น 0.040 mg/kg (0.20 $\mu\text{g/L}$) พบว่าร้อยละค่าคืนกลับเท่ากับ 91.4 และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 4.7 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ดังนั้นขีดจำกัดการวัดปริมาณ แคดเมียมเท่ากับ 0.040 mg/kg ที่ให้ผลการวัดถูกต้องและมีความเที่ยงที่สามารถรายงานผลเป็นตัวเลขได้

3.4 การศึกษาความเอนเอียง (Bias)

ความเอนเอียง คือ ผลต่างระหว่างค่าเฉลี่ยของค่าที่วัดได้กับค่าจริงหรือค่าอ้างอิง ซึ่งค่าความเอนเอียงนี้เป็นค่าที่ใช้ประเมินความถูกต้องของผลการวัดจากการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมลงไปในตัวอย่่างกระดาศหที่ความเข้มข้น 0.040 mg/kg (0.20 $\mu\text{g/L}$, ความเข้มข้นต่ำ) 0.20 mg/kg (1.0 $\mu\text{g/L}$, ความเข้มข้นกลาง) และ 0.40 mg/kg (2.0 $\mu\text{g/L}$, ความเข้มข้นสูง) ของช่วงการใช้งานของวิธี ภายใต้การวิเคราะห์ซ้ำแบบ Repeatability แล้วสรุปความเอนเอียงรวมจากผลการคำนวณค่าคืนกลับ พบว่าร้อยละค่าคืนกลับอยู่ในช่วง 86.5 - 92.1% แสดงดังตารางที่ 7 พบว่าร้อยละค่าคืนกลับที่ประเมินจากการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่ความเข้มข้น 0.20 $\mu\text{g/L}$ และ 2.0 $\mu\text{g/L}$ ลงในตัวอย่างกระดาศหสัมผัสอาหารที่ผลิตจากกระดาศหแข็งอยู่ในเกณฑ์ใกล้เคียงเขตล่างของเกณฑ์การยอมรับ คือ 90% (ที่ความเข้มข้น 4.5 $\mu\text{g/L}$)

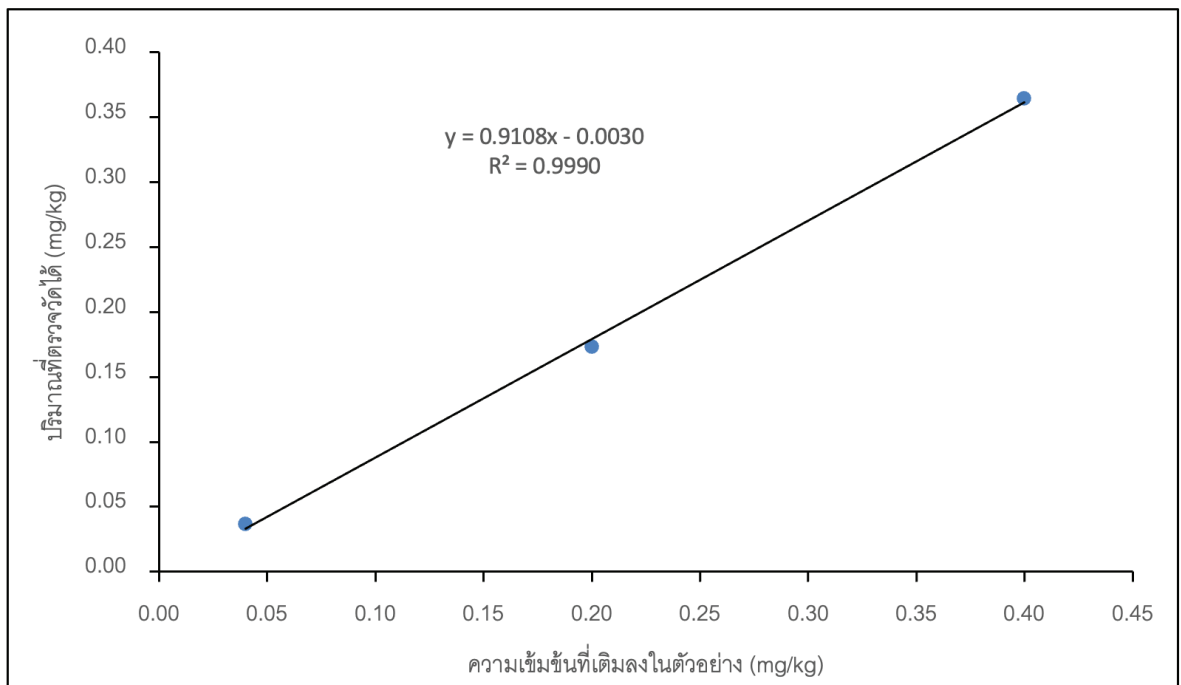
ส่วนร้อยละค่าคืนกลับที่ประเมินจากการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่ความเข้มข้น 1.0 µg/L ค่าคืนกลับไม่อยู่ในเกณฑ์ดังกล่าว ซึ่งเกิดจากความคลาดเคลื่อนเชิงระบบของผลการวัด ดังนั้นสรุปได้ว่าค่าความเอนเอียงของการทดสอบหาปริมาณแคดเมียมในตัวอย่างกระดาศสัมผัสอาหารที่ผลิตจากกระดาศแข็งที่ความเข้มข้นต่ำกว่า 4.5 µg/L จะมีความคลาดเคลื่อนเชิงระบบสูง จึงจำเป็นต้องนำค่าความไม่แน่นอนเป้าหมายนำมาพิจารณาความแม่นยำของผลการวัดร่วมด้วย

ตารางที่ 7 ร้อยละค่าคืนกลับที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ที่ครอบคลุมช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบ

Spiked sample, µg/L	ค่าอ้างอิง, mg/kg	ปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ย, mg/kg	ค่าคืนกลับเฉลี่ย, %	SD	%RSD
0.20 (ค่าต่ำ)	0.040	0.0368	92.1	0.0017	4.2
1.0 (ค่ากลาง)	0.20	0.173	86.5	0.0025	1.4
2.0 (ค่าสูง)	0.40	0.364	90.9	0.0092	2.5
เกณฑ์การยอมรับที่ความเข้มข้น 4.5 µg/L [3]		-	90 - 110		

3.5 ผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง (Matrix effect)

เป็นการศึกษาผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่างกระดาศ โดยนำข้อมูลจากค่าความเอนเอียงมาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่เติมลงในตัวอย่างกับปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยของตัวอย่าง แสดงดังรูปที่ 3 พบว่าความชันมีค่าเข้าใกล้ 1 แสดงว่าไม่มีผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง



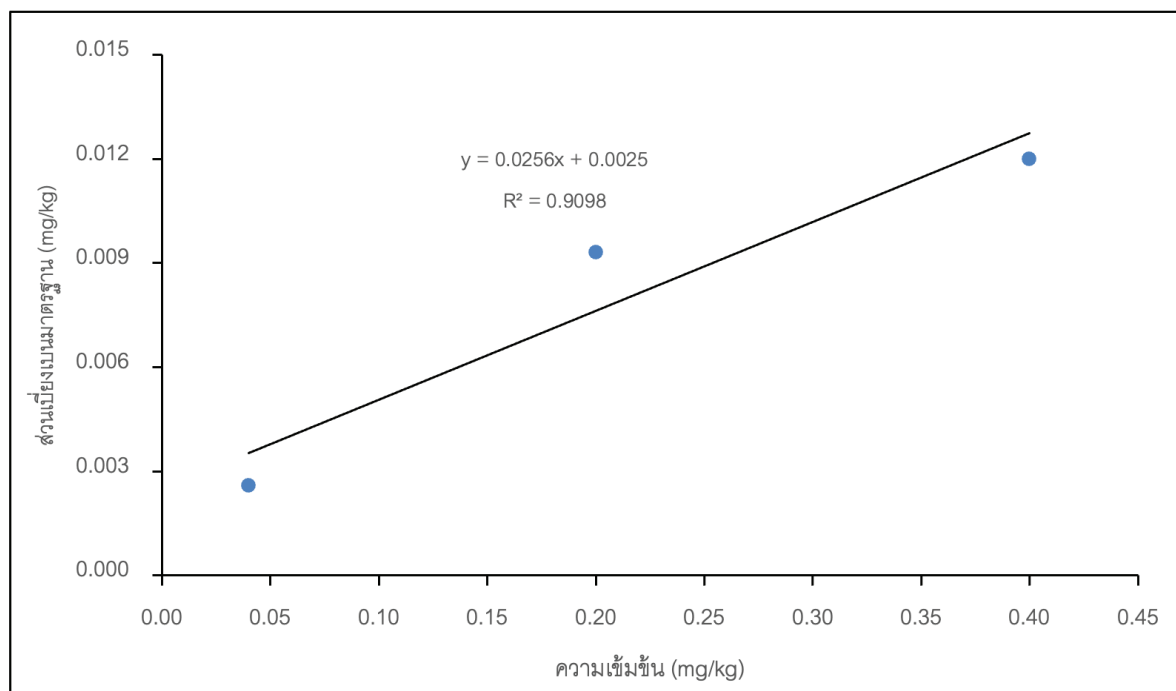
รูปที่ 3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและปริมาณที่ตรวจวัดได้เฉลี่ยในสารละลายตัวอย่าง

3.6 ความเที่ยง (Precision)

ความเที่ยง คือความใกล้เคียงของผลทดสอบซ้ำของตัวอย่างเดียวกัน ในกรณีนี้ทดสอบสารละลายที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม ที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง โดยมีการเปลี่ยนแปลงเวลาและวันที่ ซึ่งความเที่ยงของผลการวัดประเมินจากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) แสดงดังตารางที่ 8 และกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน แสดงดังรูปที่ 4

ตารางที่ 8 ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ที่ครอบคลุมช่วงการใช้งานของวิธีทดสอบ

Spiked sample, µg/L	ค่าอ้างอิง, mg/kg	ปริมาณที่ตรวจวัดได้ เฉลี่ย, mg/kg	SD, mg/kg	%RSD
0.20 (ค่าต่ำ)	0.040	0.0351	0.0025	7.1
1.0 (ค่ากลาง)	0.20	0.179	0.0093	5.2
2.0 (ค่าสูง)	0.40	0.361	0.012	3.4
เกณฑ์การยอมรับ [10]		-	-	±10
จำนวนการวิเคราะห์ซ้ำ n = 10		-	-	-



รูปที่ 4 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

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, $u(R)$	0.073
	1.1 ค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด, $(u(\bar{R}_m))$	0.0042
	ค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด, $(u(\bar{R}_m))$	0.068
	ปริมาณเฉลี่ยที่ตรวจวัดได้ในตัวอย่าง ($\bar{m}_{obs}$) mg/kg	0.173
	ปริมาณที่เติมลงในตัวอย่าง (m_{spike}), mg/kg	0.20
	ค่าคืนกลับเฉลี่ยของปริมาณที่ตรวจวัดได้ ($\bar{R}_m$)	0.865
	ความแปรปรวนของปริมาณที่ตรวจวัดได้ ($S_{m_{obs}}^2$), mg^2/kg^2	0.00000625
	จำนวนของการวิเคราะห์ซ้ำ (n)	10
	$u(m_{spike})/m_{spike}$	0.0015
	t_{cal}	32.14
	t_{crit} (0.025,9)	2.226
	1.2 ค่าความไม่แน่นอนของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัดที่ครอบคลุมช่วงการใช้งาน $u(\bar{R}_g) = SD$	0.0295
2	ความเที่ยง, $u(P)/P = RSD_{pool}$	0.0545
3	ความไม่แน่นอนรวม, u_c , mg/kg	0.020
4	ความไม่แน่นอนขยาย (U) ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($k = 2$), mg/kg	0.040
5	ความไม่แน่นอนขยายคิดเป็นร้อยละ	20.0

4. สรุป (Conclusion)

การศึกษานี้มุ่งเน้นการพัฒนาวิธีที่ให้ผลการวัดมีความแม่นยำ ความเที่ยงและเหมาะสมสำหรับการตรวจวัดปริมาณแคดเมียมในผลิตภัณฑ์กระดาษสัมผัสอาหารที่ผลิตจากกระดาษแข็ง โดยใช้วิธีการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟร่วมกับการตรวจวัดด้วยเทคนิคอินดักทีฟเพล็กซิมิเตอร์ จากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี และศึกษาคุณลักษณะเฉพาะ ได้แก่ ช่วงความเป็นเส้นตรง ขีดจำกัดการตรวจหา ขีดจำกัดการวัดปริมาณ ความเอนเอียง ความเที่ยง ผลกระทบจากองค์ประกอบของตัวอย่าง และความไม่แน่นอนของการวัด พบว่า ค่าที่ได้เป็นไปตามเกณฑ์การยอมรับตามวิธีมาตรฐาน 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] ซึ่งชี้ให้เห็นว่าวิธีการทดสอบปริมาณแคดเมียมที่พัฒนาใหม่นี้ เป็นวิธีที่ให้ผลการวัดที่มีทั้งความแม่นยำ ความเที่ยง และเหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์สามารถนำมาใช้เทียบเคียงได้กับวิธีมาตรฐาน BS EN 12498 ที่มีข้อกำหนดในเรื่องคุณสมบัติของตัวอย่างที่เป็นตัวดูดซับ ดังนั้นวิธีทดสอบที่ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีนี้สามารถนำมาใช้ในการทดสอบปริมาณแคดเมียมในผลิตภัณฑ์กระดาษสัมผัสอาหารเพื่อให้บริการแก่ลูกค้า และสามารถใช้เป็นแนวทางในการพัฒนาวิธีทดสอบปริมาณโลหะอื่น ๆ ในผลิตภัณฑ์สัมผัสอาหารต่อไป

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 cold water extract. BS EN 645:1994. London: BSI; 1994.
- [5] 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.
- [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