

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอ The method validation of formaldehyde quantitation in textile

นารท พรหมรังสรรค์*

Nart Promrangsant*

บทคัดย่อ

การทดสอบปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอ ด้วยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟีและตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัดไดโอดอาร์เรย์ การเตรียมตัวอย่างตามมาตรฐาน ISO 14184-1 และ ST 2002 โดยการสกัดฟอร์มาลดีไฮด์อิสระจากตัวอย่างสิ่งทอด้วยน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ทำปฏิกิริยาเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับ 2,4-dinitrophenylhydrazine แล้วทดสอบปริมาณด้วยเครื่องไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี ซึ่งตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัดไดโอดอาร์เรย์ที่ความยาวคลื่น 360 นาโนเมตร มีขีดจำกัดในการตรวจหาของวิธีทดสอบ (limit of detection, LOD) เท่ากับ 0.66 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และมีขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณ (limit of quantitation, LOQ) เท่ากับ 7.6 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ช่วงการทดสอบฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอเท่ากับ 7.6 ถึง 86.8 มิลลิกรัม/กิโลกรัม สามารถทดสอบปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอตามข้อกำหนดของประเทศในสหภาพยุโรปซึ่งกำหนดให้เสื้อผ้าเด็กหรือเสื้อผ้าที่สัมผัสโดยตรงกับผิวหนัง พบฟอร์มาลดีไฮด์ได้ไม่มากกว่า 30 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม สำหรับประเทศญี่ปุ่นกำหนดให้เสื้อผ้าสำหรับเด็กอายุน้อยกว่า 24 เดือนพบฟอร์มาลดีไฮด์ได้ไม่มากกว่า 16 ไมโครกรัมต่อกรัม สำหรับเด็กอายุมากกว่า 24 เดือนพบได้ไม่มากกว่า 75 ไมโครกรัมต่อกรัม การหาความใช้ได้ของวิธีทดสอบโดยศึกษาคูณลักษณะที่สำคัญของเทคนิคนี้ ได้แก่ความสัมพันธ์เชิงเส้น (linearity) ขีดจำกัดการตรวจหา (limit of detection, LOD) ขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ (limit of quantitation, LOQ) ความเอนเอียง (bias) ความเที่ยง (precision) ผลกระทบจากเนื้อสาร (matrix effect) และการประมาณค่าความไม่แน่นอน ผลการตรวจสอบความเอนเอียงมีค่าคืนกลับอยู่ในช่วงร้อยละ 90 ถึง 110 และการตรวจสอบความเที่ยงมีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์น้อยกว่าร้อยละ 5 ข้อมูลจากการศึกษาความเอนเอียงสามารถนำมาประเมินผลกระทบจากเนื้อสาร พบว่าวิธีทดสอบนี้ไม่มีผลกระทบจากเนื้อสาร นอกจากนี้ข้อมูลจากการศึกษาความเอนเอียงและความเที่ยงสามารถใช้ประมาณค่าความไม่แน่นอนของฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอด้วยวิธีทดสอบนี้ด้วย โดยความไม่แน่นอนขยายของฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอน้อยกว่าร้อยละ 20 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ซึ่งสอดคล้องกับค่าความไม่แน่นอนเป้าหมาย ซึ่งวิธีทดสอบที่พัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีแล้วพบว่าเหมาะสมกับวัตถุประสงค์การใช้งาน ห้องปฏิบัติการสามารถนำไปใช้เพื่อให้บริการทดสอบหาปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอโดยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี

Abstract

The determination of formaldehyde in textile by high performance liquid chromatographic technique (HPLC) with diode array detection. The sample was prepared using the standard methods: ISO 14184-1 and ST 2002. Formaldehyde was extracted with water at 40 °C then reacted with 2,4-dinitrophenylhydrazine to form complex compound, which has an absorption at 360 nm. The complex was quantitatively determined using HPLC with diode array detector at 360 nm. Limit of detection (LOD) and limit of quantitation (LOQ) were 0.66 and 7.6 mg/kg, respectively. The method gave linear range at 7.6 to 86.8 mg/kg, which can be accurately used to determine formaldehyde in textile in direct contact with skin. According to European standard, textile used for children must contain formaldehyde less than 30 mg/kg, and in Japan, for infant (<24 month old) it must be less than 16 µg/g and for children over 24 month old must not be more than 75 µg/g. The validation of the method was studied using parameters such as linearity, limit of detection, limit of quantitation, bias, precision, matrix effect and estimation of uncertainty. The recovery was between 90 and 110

% . The precision, expressed as relative standard deviation (%RSD), was less than 5 %. The matrix effect was evaluated by the recovery and it was found that this method was not affected by matrix. Both bias and precision were used to obtain estimation of measurements uncertainty. The expanded uncertainty was not exceeding 20 % with a confidence level of 95 % which was acceptable for the uncertainty target. Thus the developed and validated method was suitable to be used for quantitative determination of formaldehyde in textile using high performance liquid chromatography.

คำสำคัญ: ฟอรัมาลดีไฮด์, ฟอรัมาลดีไฮด์ในสิ่งทอ, สิ่งทอ, โครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง

Keywords: Formaldehyde, Textile, High-performance liquid chromatography

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

*Corresponding author E-mail address : nart@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

ฟอร์มาลดีไฮด์ถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมสิ่งทอเพื่อใช้ทำให้ผ้าเรียบ กันน้ำ การยึดสีกับเนื้อผ้า และเป็นสารหน่วงการติดไฟ ฟอร์มาลดีไฮด์จะอยู่ในรูปเรซินของ ยูเรีย-ฟอร์มาลดีไฮด์ เมลามีน-ฟอร์มาลดีไฮด์ หรือ ฟีนอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ เรซิน ดังกล่าวมักนำไปใช้กับผ้าฝ้ายโดยเคลือบลงบนเส้นด้าย เมื่อนำมาทอเป็นผ้าจะทำให้ผ้ารีดเรียบได้ง่าย แต่เรซินกลุ่มนี้จะสลายตัวให้ฟอร์มาลดีไฮด์เมื่ออยู่ในที่อุณหภูมิสูง โดยเฉพาะในวันที่อากาศร้อนและมีความชื้นในอากาศสูง จะทำให้เกิดการสลายตัวให้ฟอร์มาลดีไฮด์มากขึ้น ฟอร์มาลดีไฮด์เป็นสารพิษที่ละลายได้ดีในน้ำและเอทานอล การสัมผัสสารฟอร์มาลดีไฮด์ที่มีความเข้มข้นน้อยต่อเนื่องเป็นเวลานาน หรือความเข้มข้นสูงในช่วงเวลาสั้นๆจะมีผลทำให้เกิดมะเร็ง นอกจากนี้ฟอร์มาลดีไฮด์ยังทำให้เกิดการระคายเคืองเยื่อตา เยื่อจมูก และทางเดินหายใจ ผ้าที่ใช้เรซินที่ปราศจากฟอร์มาลดีไฮด์มีราคาสูงกว่าผ้าที่ใช้เรซินที่มีฟอร์มาลดีไฮด์ เป็นองค์ประกอบ การแข่งขันผ้าที่สวมใส่สามารถแบ่งได้เป็น ผ้าที่ใช้สำหรับเด็ก ผ้าที่ใช้สวมใส่ที่สัมผัสผิวหนังโดยตรง และผ้าที่ใช้สวมใส่ที่ไม่ได้สัมผัสผิวหนังโดยตรง ผ้าที่มีฟอร์มาลดีไฮด์เป็นองค์ประกอบในส่วนที่สัมผัสกับผิวหนังโดยตรงจะมีอันตรายมากกว่าส่วนที่ไม่ได้สัมผัสโดยตรง ฟอร์มาลดีไฮด์ในเนื้อผ้านอกจากเกิดจากการสลายตัวของเรซินที่กล่าวมาแล้ว อาจได้จากการที่มีการเก็บผ้าไว้ในที่เดียวกับผ้าที่มีฟอร์มาลดีไฮด์ ผ้าบางชนิดสามารถดูดซับฟอร์มาลดีไฮด์ได้ดี ดังนั้นเมื่อนำผ้ามาใช้สวมใส่ฟอร์มาลดีไฮด์ที่มีในผ้าสามารถจะปล่อยออกจากผ้าเข้าสู่ผิวหนังจนเกิดการระคายเคืองหรืออันตรายจนเป็นมะเร็งได้ มีการกำหนดมาตรฐานเพื่อความปลอดภัยสำหรับปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่อาจพบในผ้า ตามมาตรฐานของยุโรป ได้กำหนดไว้ให้มีในผ้าสำหรับเด็กได้ไม่เกิน 30 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม มาตรฐานของยุโรปที่ใช้คือ ISO 14184-1 [1] เป็นการทดสอบฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอ และในประเทศญี่ปุ่นได้มีการกำหนดมาตรฐาน ของประเทศญี่ปุ่น ทดสอบตามมาตรฐาน ST-2002 [2] และ Japanese Law 112 (ใช้วิธีทดสอบตาม JIS L 1041) ได้กำหนดผลิตภัณฑ์สำหรับเด็กและของเล่นเด็กที่ทำด้วยผ้าสำหรับเด็กอายุน้อยกว่า 24 เดือนถ้าพบต้องไม่เกิน 16 ไมโครกรัมต่อกรัม และสำหรับเด็กอายุมากกว่า 24 เดือน ถ้าพบต้องไม่เกิน 75 ไมโครกรัมต่อกรัม วิธีการเตรียมตัวอย่างตามวิธีการทดสอบมาตรฐานดังกล่าว โดยการตัดตัวอย่างสิ่งทอเป็นชิ้นเล็กๆ ชั่งตัวอย่าง 1 หรือ 2.5 กรัม แล้วเติมน้ำปราศจากไอออน 100 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทดสอบปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่อยู่ในสารละลายที่สกัดได้ โดยการทำปฏิกิริยากับ 2,4-dinitrophenylhydrazine แล้วนำไปฉีดเข้าสู่ระบบไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟีที่มีการตรวจวัดด้วยเทคนิค uv-vis spectrophotometry โดยวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ความยาวคลื่น 360 นาโนเมตร ซึ่งสภาวะของระบบไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์

ลิควิดโครมาโทกราฟีได้แนวทางจากมาตรฐานการ ISO 17226-1:2008 [3] หาความใช้ได้ของวิธีทดสอบโดยศึกษาคุณลักษณะที่สำคัญของเทคนิคนี้ ได้แก่ความสัมพันธ์เชิงเส้น (linearity) ขีดจำกัดการตรวจหา (limit of detection, LOD) ขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ (limit of quantitation, LOQ) ความเอนเอียง (bias) ความเที่ยง (precision) ผลกระทบจากเนื้อสาร (matrix effect) และการประมาณค่าความไม่แน่นอน ผลการตรวจสอบความเอนเอียงมีค่าคืนกลับอยู่ในช่วงร้อยละ 90 ถึง 110 และการตรวจสอบความเที่ยงมีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์น้อยกว่าร้อยละ 5 ข้อมูลจากการศึกษาความเอนเอียงสามารถนำมาประเมินผลกระทบจากเนื้อสาร พบว่าวิธีทดสอบนี้ไม่มีผลกระทบจากเนื้อสาร นอกจากนี้ข้อมูลจากการศึกษาความเอนเอียงและความเที่ยงสามารถใช้ประมาณค่าความไม่แน่นอนของฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอด้วยวิธีทดสอบนี้ด้วย โดยความไม่แน่นอนขยายของฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอน้อยกว่าร้อยละ 20 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ซึ่งสอดคล้องกับค่าความไม่แน่นอนเป้าหมาย ซึ่งวิธีทดสอบที่พัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีแล้วพบว่าเหมาะสมกับวัตถุประสงค์การใช้งาน ห้องปฏิบัติการสามารถนำไปใช้เพื่อให้บริการทดสอบหาปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอโดยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 เครื่องมือและวัสดุอุปกรณ์

- 2.1.1 เครื่องไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี ยี่ห้อ Agilent รุ่น 1200 มีเครื่องตรวจวัดชนิด diode array detector สามารถวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงในช่วง 190 ถึง 950 นาโนเมตร
- 2.1.2 อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ สามารถควบคุมอุณหภูมิที่ 40 ± 2 องศาเซลเซียส
- 2.1.3 เครื่องชั่งยี่ห้อ Mettler รุ่น AB-204 ความละเอียด 0.1 มิลลิกรัม
- 2.1.4 ขวดแก้ววัดปริมาตร เกรดเอ (volumetric flask class A) ขนาด 10 และ 100 มิลลิลิตร
- 2.1.5 บิวเรต เกรดเอ (buret class A) ขนาด 50 และ 100 มิลลิลิตร
- 2.1.6 ปิเปตวัดปริมาตร เกรดเอ (volumetric pipet class A) ขนาดต่างๆ

2.2 สารมาตรฐาน สารเคมี และอื่นๆ

2.2.1 สารมาตรฐานวัสดุอ้างอิงโพแตสเซียมไอโอเดต,

Oxidimetric standard, 99.91 %, Sigma-Aldrich, Certification report no. 1170/VIII4, BAM Berlin

2.2.2 สารละลายมาตรฐานฟอร์มาลินร้อยละ 37 จาก Merck ใช้สำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ใช้สร้างเส้นโค้งสอบเทียบ (standard curve) ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ก่อนนำไปใช้งานต้องหาความเข้มข้นแน่นอน (standardization) โดยการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานระดับอ้างอิงโพแตสเซียมไอโอเดตในข้อ 2.2.1

2.2.3 สารละลายมาตรฐานฟอร์มาลินร้อยละ 37 จาก Sigma-Aldrich ใช้สำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ใช้ทวนสอบเส้นโค้งสอบเทียบ และควบคุมคุณภาพผลการทดสอบ (spike standard) ที่ความเข้มข้น 0.4 มิลลิกรัมต่อลิตร ก่อนนำไปใช้งานต้องหาความเข้มข้นแน่นอน (standardization) โดยการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานระดับอ้างอิงโพแตสเซียมไอโอเดตในข้อ 2.2.1

2.2.4 กรดออร์โทฟอสฟอริก เข้มข้น ชนิด GR grade

2.2.5 2,4-dinitrophenylhydrazine ชนิด AR grade, เตรียมเป็นสารละลายโดยชั่ง 0.3 กรัมละลายในกรดออร์โทฟอสฟอริกเข้มข้น 100 มิลลิลิตร

2.2.6 ตัวทำละลายอะซิโตนไทรล์ เกรดเอชพีแอลซี (HPLC grade)

2.2.7 น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

2.2.8 ตัวอย่างผ้าที่ไม่มีฟอร์มาลดีไฮด์ ตัดเป็นชิ้นเล็กๆ

2.2.9 glass microfiber ที่มีขนาดรูพรุน 1.2 ไมครอน

2.3 การเตรียมเส้นโค้งสอบเทียบ

2.3.1 ปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอร์มาลดีไฮด์ลงในขวดแก้ววัดปริมาตร ขนาด 10 มิลลิลิตร ให้ได้ความเข้มข้น 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1 มิลลิกรัมต่อลิตร จากนั้นเติมอะซิโตนไทรล์ 4 มิลลิลิตร, สารละลาย 2,4-dinitrophenylhydrazine (ข้อ 2.2.5) 0.5 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

2.3.3 เก็บสารละลายไว้ในที่มืด 1 ชั่วโมง แล้วนำไปฉีดเข้าสู่ระบบไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี โดยมีการปรับ

สภาวะ (condition) การทดสอบของเครื่องไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟีตามตารางที่ 1

ตารางที่ 1 การปรับสภาวะ (condition) ของเครื่องไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี

รายการ	สภาวะ (condition)
คอลัมน์	Zorbax eclipse C-18: 150 x 4.6 มิลลิเมตร, ขนาดอนุภาค 3.5 ไมครอน, อุณหภูมิห้อง 40 องศาเซลเซียส
เฟสเคลื่อนที่	อะซิโตนไทรล์:น้ำ 60:40, อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที
ปริมาตรการฉีดสารละลาย	20 ไมโครลิตร
การตรวจวัด	ไดโอดอาร์เรย์ (diode array): วัดค่าการดูดกลืนที่ความยาวคลื่น 360 นาโนเมตร

2.4 วิธีการทดสอบตัวอย่างสิ่งทอด้วยเครื่องไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี

2.4.1 ชั่งตัวอย่างผ้า ที่ตัดเป็นชิ้นเล็กๆ หนัก 2.5 กรัม ใส่ลงในขวดรีเอเจนต์ขนาด 250 มิลลิลิตร

2.4.2 เติมน้ำปราศจากไอออนลงในขวดรีเอเจนต์ 100 มิลลิลิตร ปิดฝาให้แน่น แล้วนำไปแช่ลงในอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

2.4.3 กรองสารละลายจากข้อ 2.3.2 ด้วย glass microfiber ให้ได้สารละลาย 5 มิลลิลิตร ลงในขวดแก้ววัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร จากนั้นเติมอะซิโตนไทรล์ 4 มิลลิลิตร, สารละลาย 2,4-dinitrophenylhydrazine 0.5 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

2.4.4 เก็บสารละลายข้อ 2.3.2 ในที่มืดไว้ 1 ชั่วโมง แล้วนำไปฉีดเข้าสู่ระบบไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิด โครมาโทกราฟี ปรับสภาวะของเครื่องมือตามตารางที่ 1

2.4.5 ความเข้มข้นของฟอร์มาลดีไฮด์ในตัวอย่างผ้า คำนวณได้จากสมการ

$$\text{ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ (มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม)} = \frac{C \times D \times V}{W}$$

เมื่อ C = ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างอ่านได้จากเส้นโค้งการสอบเทียบ (มิลลิกรัมต่อลิตร)

D = แฟกเตอร์สำหรับเจือจาง

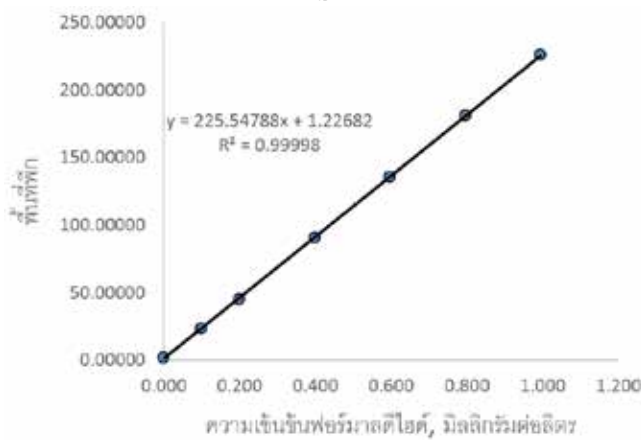
W = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

V = ปริมาตรเริ่มต้น (มิลลิลิตร) ในการสกัด

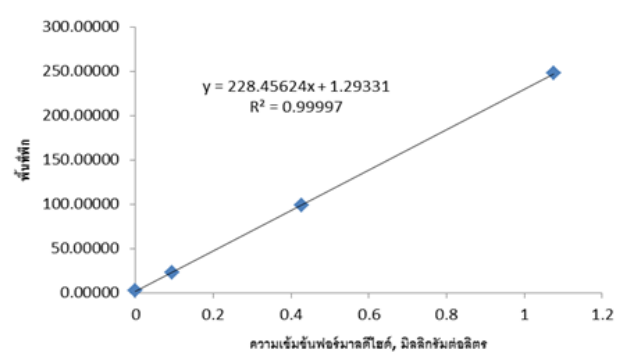
ตารางที่ 2 คุณลักษณะเฉพาะของวิธีทดสอบ

พารามิเตอร์
ความสัมพัทธ์เชิงเส้น (มีลลิกรัมต่อลิตร) 0.1 – 1.0
ขีดจำกัดการตรวจหา (มีลลิกรัมต่อลิตร) 0.66
ขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ (มีลลิกรัมต่อลิตร) 7.6
ช่วงการใช้งาน (มีลลิกรัมต่อลิตร) 7.6 – 86.8
ค่าคืนกลับ (ร้อยละ) 90.0 -110.0
ความเที่ยง (ร้อยละของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์) 10.0
ผลกระทบจากเนื้อสาร ไม่มี
ความไม่แน่นอนขยาย (ร้อยละ) 7.5

รูปที่ 1 เส้นโค้งการสอบเทียบระหว่างพื้นที่ฟีกและความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟอร์มาลดีไฮด์



รูปที่ 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์เชิงเส้น เพื่อทดสอบผลกระทบจากเนื้อสาร



ตารางที่ 3 แหล่งของค่าความไม่แน่นอนต่างๆ

แหล่งค่าความไม่แน่นอน	ค่าปริมาณ (X)	ค่าความไม่แน่นอนมาตรฐาน (u(x))	ค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานสัมพัทธ์ (u(x)/x)
purity of potassium iodate	0.9991	0.0001960	0.000196
ความเอนเอียง (bias)	1.017	0.0333	0.03271
ความเที่ยง (precision)	-	-	0.0187

3.ผลและวิจารณ์ (Results and Discussion)

- คุณลักษณะเฉพาะของวิธีทดสอบ ตามตารางที่ 2 สามารถนำวิธีทดสอบไปใช้ทดสอบ ฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอ ตามมาตรฐานของประเทศยุโรปและประเทศญี่ปุ่น
- การศึกษาผลกระทบจากเนื้อสาร ตามรูปที่ 2 ได้มีการเติมฟอร์มาลดีไฮด์ที่ทราบความเข้มข้นลงในผ้าที่ไม่มีฟอร์มาลดีไฮด์ ทดสอบจำนวน 9 ครั้ง ของแต่ละความเข้มข้น ได้ค่าคืนกลับ สรุปในตารางที่ 4

ตารางที่ 4 สรุปค่าคืนกลับ (Rs) ของทุกช่วงความเข้มข้นและค่าความไม่แน่นอนของ Rs (u(Rs))

ระดับความเข้มข้น	สารมาตรฐานที่เติม (มีลลิกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้นเฉลี่ย (มีลลิกรัมต่อลิตร)	ค่าคืนกลับ (Rs)
1	0.09	0.0900	1.064
2	0.19	0.1905	1.013
3	0.86	0.8564	0.985
4	2.17	2.1696	1.008
Rs เฉลี่ย			1.017
u(Rs)			0.0333

ทดสอบความมีนัยสำคัญโดยใช้สถิติทดสอบ t (t-test)

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

$$= |1 - 1.017| / 0.0333$$

$$= 0.51051$$

$$t_{crit} = 2.306, \alpha = 0.05, n = 9$$

แสดงว่าการทดสอบไม่มีนัยสำคัญ

จากการทดสอบความมีนัยสำคัญของค่าคืนกลับเฉลี่ยของผลการวัด (R_s) ซึ่งเป็นการเติมสารมาตรฐานฟอร์มาลดีไฮด์ให้ครอบคลุมช่วงการวัด (ตามรูปที่ 2) พบว่า $t_{cal} < t_{crit}$ ดังนั้นวิธีการทดสอบนี้ไม่มีผลกระทบต่อจากเมทริกซ์

3.3 การคำนวณค่าความไม่แน่นอนโดยพิจารณาแหล่งค่าความไม่แน่นอน จาก purity ของ สารมาตรฐานระดับอ้างอิง โพลีเมทิลเฮกไซเมทิลไฮดรอกไซด์ ค่าความเอนเอียง (bias) และความเที่ยง (precision) แสดงในตารางที่ 3 และได้นำมาคำนวณเป็นความไม่แน่นอนรวม (u_c) ดังนี้

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

เมื่อ C = ความเข้มข้นของฟอร์มาลดีไฮด์, มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

$$\frac{u(P)}{P} = \text{ค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความเที่ยง}$$

$u(R)$ = ค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความเอนเอียง

$$\frac{u(X)}{X} = \text{ค่าความไม่แน่นอนของสารมาตรฐานวัสดุอ้างอิง โพลีเมทิลเฮกไซเมทิลไฮดรอกไซด์}$$

$$\frac{u_c}{C} = \sqrt{0.0187^2 + 0.03271^2 + 0.000196^2}$$

$$= 0.03768$$

$$u_c = 0.03768C$$

จากนั้นนำมาคำนวณ ค่าความไม่แน่นอนขยาย (U)

$$U = k \times u_c$$

$$= 2 \times 0.03768C \quad \text{ที่ความเชื่อมั่น 95\%}$$

$$= 0.075C$$

หรือความไม่แน่นอนขยาย (ร้อยละ) 7.5

4.สรุป (Conclusion)

การศึกษานี้แสดงถึงผลของการพัฒนาวิธีทดสอบฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอ โดยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี ได้ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอโดยการตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะต่างๆ ได้แก่ความสัมพันธ์เชิงเส้น ขีดจำกัดการตรวจหา ขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ ช่วงการใช้งาน ความเอนเอียง ความเที่ยง และผลกระทบจากเนื้อสาร และการประมาณค่าความไม่แน่นอน เป็นไปตามเกณฑ์การยอมรับที่กำหนด แสดงว่าวิธีทดสอบนี้ เหมาะกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ โดยมีค่าความไม่แน่นอนขยายอยู่ในเกณฑ์ค่าความไม่แน่นอนเป้าหมาย (ร้อยละ 20) สามารถใช้เป็นข้อมูลยืนยันได้อย่างดี จึงสรุปได้ว่าวิธีทดสอบที่ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบฟอร์มาลดีไฮด์ในสิ่งทอสามารถนำมาให้บริการลูกค้าได้

5.กิตติกรรมประกาศ(Acknowledgement)

ขอขอบคุณนางวรรณภา ตันยีนยงค์ และนางสาวนิระนารถ แจ่มทองที่ได้ตรวจและแนะนำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบฟอร์มาลดีไฮด์สิ่งทอ รวมถึงนางสาวชนิษฐ์ พานชูวงศ์ที่ได้ตรวจและให้ความเข้าใจในการคำนวณค่าความไม่แน่นอน

6.เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] Textiles – Determination of formaldehyde – Part 1: Free and hydrolyzed formaldehyde (water extraction method). ISO 14184-1. 1998.
- [2] Toy safety standard ST 2002, The Japan Toy Association, 10th ed. 2010.
- [3] Leather – Chemical determination of formaldehyde content – Part 1: Method using high performance liquid chromatography. ISO 17226-1. 2008.