ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ วช
ผว 6

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 8 ว

ของ

นางสาวสุจิตรา วิมลจิตต์
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 1

การควบคุมคุณภาพของการวิเคราะห์ตะกั่วและแคดเมียมในข้าว

ผู้ร่วมดำเนินการ

นางจุฑาทิพย์ ลาภวิบูลย์สุข
นักวิทยาศาสตร์ 5

โครงการวิทยาศาสตร์ชีวภาพ
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์ และเทคโนโลยี
พ.ศ.2547

สำนักวิทยาศาสตร์บริการ

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์ 8 ว

ของ

นางสาวสุจิตรา วิมลจิตต์
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เลขหมู่ วศ ลช
— ลว 6
เลขทะเบียน 13910
วันที่ 25 / ส.ค. / 49

เรื่องที่ 1

การควบคุมคุณภาพของการวิเคราะห์ตะกั่วและแคดเมียมในข้าว

ผู้ร่วมดำเนินการ

นางจุฑาทิพย์ ลาภวิบูลย์สุข
นักวิทยาศาสตร์ 5

โครงการวิทยาศาสตร์ชีวภาพ
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์ และเทคโนโลยี
พ.ศ.2547

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

ปัจจุบันปริมาณตะกั่วและแคดเมียมในข้าวกำลังเป็นปัญหาด้านเศรษฐกิจเนื่องจากเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ประเทศขาดรายได้จากการส่งออกสินค้าข้าว การวิเคราะห์ตะกั่วและแคดเมียมในข้าว ด้วยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี จึงมีความสำคัญอย่างยิ่งในการรับรองหรือควบคุมคุณภาพของข้าวก่อนจำหน่าย ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการควบคุมคุณภาพในการวิเคราะห์ตะกั่วและแคดเมียมในข้าวเพื่อให้ผลการวิเคราะห์ตะกั่วและแคดเมียมในข้าวมีความถูกต้อง แม่นยำ และน่าเชื่อถือ จากการศึกษาพบว่า กราฟของสารละลายมาตรฐานของตะกั่วและแคดเมียมเป็นเส้นตรงและมีค่า Correlation Coefficient เท่ากับ 0.9977 และ 0.9999 ตามลำดับ เมื่อตรวจสอบความแม่นของสารละลายมาตรฐานของการวิเคราะห์ตะกั่วและแคดเมียม ได้ค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ เท่ากับ 100.9 และ 103.2 ตามลำดับ สำหรับความเที่ยงได้ค่า %RSD เท่ากับ 1.23 และ 0.51 ตามลำดับ เมื่อศึกษาหาค่าต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ตะกั่วและแคดเมียมในข้าวพบว่า การวิเคราะห์ตะกั่วมีค่า Limit of Detection (LOD) เท่ากับ 0.17 มิลลิกรัม/กิโลกรัม และ Limit of Quantitation (LOQ) เท่ากับ 0.34 มิลลิกรัม/กิโลกรัม ส่วนการวิเคราะห์แคดเมียมมีค่า Limit of Detection (LOD) เท่ากับ 0.013 มิลลิกรัม/กิโลกรัม และค่า Limit of Quantitation (LOQ) เท่ากับ 0.04 มิลลิกรัม/กิโลกรัม และเมื่อตรวจสอบความเที่ยงและความแม่นของวิธีวิเคราะห์ตะกั่วและแคดเมียมในข้าว พบว่าได้ค่าร้อยละของการคืนกลับได้ เท่ากับ 99.5 และ 100.4 ตามลำดับ ส่วนค่า %RSD เท่ากับ 1.67 และ 1.43 ตามลำดับ นอกจากนี้ได้ทดลองหาปริมาณตะกั่วและแคดเมียมในตัวอย่างข้าวจำนวน 16 ตัวอย่าง พบว่าไม่พบตะกั่วและแคดเมียมในตัวอย่างข้าวทั้งหมด จากการศึกษาทดลองสรุปได้ว่ากราฟของสารละลายมาตรฐานของตะกั่วและแคดเมียมเป็นกราฟเส้นตรงและมีค่า Correlation Coefficient อยู่ในเกณฑ์กำหนด คือไม่ต่ำกว่า 0.995 และค่าความเที่ยงของสารละลายมาตรฐานซึ่งใช้เป็นสารละลายมาตรฐานควบคุม (Quality control standard) ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับค่ารับรอง แสดงว่าสารละลายมาตรฐานนี้สามารถนำมาใช้เพื่อควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ตะกั่วและแคดเมียมได้อย่างมีประสิทธิภาพ สำหรับค่าต่ำสุดที่สามารถวัดปริมาณตะกั่วและแคดเมียมในตัวอย่างข้าวได้

ค่า LOQ ของแคดเมียมจะต่ำกว่าของตะกั่วมาก แสดงว่าวิธีวิเคราะห์แคดเมียมมีความไวสูงกว่าตะกั่ว คือสามารถวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมได้ต่ำถึง 0.04 มิลลิกรัม/กิโลกรัม และแม้ว่าจะตรวจไม่พบตะกั่วและแคดเมียมในข้าวจำนวน 16 ตัวอย่าง ก็อาจไม่ได้หมายความว่าจะไม่มีตะกั่วและแคดเมียมในข้าว แต่ปริมาณของตะกั่วและแคดเมียมอาจจะมีน้อยเกินกว่าที่วิธีนี้จะตรวจวัดได้ อย่างไรก็ตามจากการทดลองสรุปได้ว่า การควบคุมคุณภาพนี้จะทำให้ผลการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและแคดเมียมในข้าวอย่างมีความถูกต้องและน่าเชื่อถือมากยิ่งขึ้น

สารบัญ

		หน้า
บทคัดย่อ		**i**
สารบัญ		**ii**
ภาคผนวก		**iii**
บทที่ 1 บทนำ		**1**
1.1 คำนำ	*1*	
1.2 ปัญหาและที่มา	*1*	
1.3 วัตถุประสงค์	*2*	
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	*2*	
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	*2*	
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์		**3**
2.1 หลักการของอะตอมมิกแอบซอร์พชัน	*3*	
2.2 ระบบเอกสาร	*5*	
2.3 Mineralization	*6*	
2.4 การกำหนดแผนการวิเคราะห์	*7*	
2.5 การคำนวณและรายงานผลการวิเคราะห์	*11*	
2.6 Overall measurement	*11*	
บทที่ 3 วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีดำเนินการ		**12**
3.1 ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองและวิธีการเตรียม	*12*	
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์	*12*	
3.3 สารเคมี สารละลาย และวิธีการเตรียม	*12*	
3.4 การดำเนินงาน	*13*	
บทที่ 4 ผลการทดลอง		**16**
4.1 ผลการทดลองของตะกั่วในตัวอย่างข้าว	*16*	
4.2 ผลการทดลองของแคดเมียมในตัวอย่างข้าว	*17*	
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง		**18**
กิตติกรรมประกาศ		**19**
เอกสารอ้างอิง		**20**

ภาคผนวก

สารบัญตาราง และรูป

หน้า

ตารางที่ 1 Typical range of recovery 8

ตารางที่ 2 แสดงกำหนดลำดับของการวัด 15

ตารางที่ 3 การสร้างกราฟผลของการวัดสารละลายมาตรฐานของตะกั่ว ความเข้มข้น 0.0, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 และ 1.0 มิลลิกรัม/ลิตร 22

ตารางที่ 4 แสดงผลการวัดแบลงค์ของตัวอย่าง method blank 23

ตารางที่ 5 แสดงผลการวัด Quality Control Standand (QCS) 0.49875 mg/LPb 24

ตารางที่ 6 แสดงน้ำหนักของตัวอย่างข้าว 25

ตารางที่ 7 แสดงผลการวัดของตัวอย่างข้าวที่เติมสารละลายมาตรฐานของตะกั่ว ความเข้มข้น 0.2, 0.4 และ 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร 26

ตารางที่ 8 แสดงผลการควบคุมคุณภาพภายในของการวิเคราะห์ของตะกั่วในตัวอย่างข้าว 27

ตารางที่ 9 การสร้างกราฟผลการวัดสารละลายมาตรฐานของแคดเมียม ความเข้มข้น 0.0, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 และ 1.0 มิลลิกรัม/ลิตร 28

ตารางที่ 10 แสดงผลการวัดแบลงค์ของตัวอย่าง (method blank) 29

ตารางที่ 11 แสดงผลการวัด Quality Control Stand ard (QCS) 0.49775 mg/L 30

ตารางที่ 12 แสดงน้ำหนักของตัวอย่างข้าว 31

ตารางที่ 13 แสดงผลการวัดของตัวอย่างข้าวที่เติมสารละลายมาตรฐานของแคดเมียม ความเข้มข้น 0.2, 0.4 และ 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร 32

ตารางที่ 14 แสดงผลการควบคุมคุณภาพภายในของการวิเคราะห์แคดเมียม ในตัวอย่างข้าว 33

ตารางที่ 15 ตัวอย่าง work sheet 34

รูปที่ 1 แสดงภาพองค์ประกอบของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer 4

รูปที่ 2 แสดงกราฟมาตรฐานของตะกั่ว 22

รูปที่ 3 แสดงกราฟมาตรฐานของแคดเมียม 28

บทที่ 1
บทนำ

1.1 คำนำ

การวิเคราะห์ ตะกั่ว และแคดเมียมในข้าว ซึ่งโลหะหนักเหล่านี้เป็นอันตรายต่อผู้บริโภค ตามที่กำหนดไว้ในประกาศกระทรวงสาธารณสุข [1] ฉบับที่ 98 (พ.ศ. 2529) เรื่อง มาตรฐานอาหารที่มีสารปนเปื้อน กำหนดชนิดและปริมาณโลหะที่ให้ปนเปื้อนได้ในอาหารดังนี้ ตะกั่ว 1.00 มิลลิกรัม/กิโลกรัม ปรอท 0.02 มิลลิกรัม/กิโลกรัม (อาหารทั่วไป) 0.50 มิลลิกรัม/กิโลกรัม (อาหารทะเล) สารหนู 2.00 มิลลิกรัม/กิโลกรัม ดีบุก 250 มิลลิกรัม/กิโลกรัม สังกะสี 100 มิลลิกรัม/กิโลกรัม และทองแดง 20 มิลลิกรัม/กิโลกรัม กรณีแคดเมียมประกาศกระทรวงสาธารณสุขฉบับนี้ไม่มีเกณฑ์กำหนดไว้ เพื่อความปลอดภัยผู้บริโภค หน่วยงานมาตรฐานอาหาร เอฟเอโอ/ดับบลิว เอชโอ Codex กำลังศึกษาและเก็บข้อมูลของแคดเมียมในอาหารเพื่อที่จะกำหนดค่าปริมาณในระดับสูงสุด ดังนั้นการวิเคราะห์ในระดับต่ำๆ จึงจำเป็นต้องมีการควบคุมคุณภาพในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์โลหะอย่างมีระบบและขั้นตอนทำให้ได้ข้อมูลที่เชื่อถือได้

1.2 ปัญหาและที่มา

เนื่องจากในปัจจุบันนี้ห้องปฏิบัติการทดสอบของภาครัฐ สถาบันการศึกษาและเอกชน การวิเคราะห์ตัวอย่างของห้องปฏิบัติการเหล่านี้ จะมีวิธีวิเคราะห์ตัวอย่างแตกต่างกัน ซึ่งบางห้องปฏิบัติการมักจะใช้วิธีวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐานแห่งชาติ หรือวิธีมาตรฐานที่กำหนด แต่ก็มีห้องปฏิบัติการบางแห่ง เลือกใช้วิธีวิเคราะห์ที่ประยุกต์ จากวิธีวิเคราะห์มาตรฐานต่างๆ หรือวิธีวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการนั้นคิดค้นขึ้นมาใช้ในห้องปฏิบัติการ เครื่องมือที่ใช้บางห้องปฏิบัติการก็เหมือนกัน หรือแตกต่างกัน ดังนั้น เมื่อนำผลการวิเคราะห์มาประเมินผลพบว่า บางครั้งข้อมูลหรือผลการวิเคราะห์มีความแปรปรวนแตกต่างกัน หรือเกิดความผิดพลาด เมื่อนำไปใช้เพื่อคุ้มครองความปลอดภัยผู้บริโภค อาจทำให้ข้อสรุปผิดพลาดได้

กรมวิทยาศาสตร์บริการ โครงการวิทยาศาสตร์ชีวภาพเป็นหน่วยงานภาครัฐ มีหน้าที่ความรับผิดชอบในการตรวจวิเคราะห์คุณค่าทางโภชนาการ สารเจือปน สารปรุงแต่ง แร่ธาตุ และวิตามินในอาหารและผลิตภัณฑ์ เพื่อรับรองคุณภาพผลิตภัณฑ์อาหาร ใช้เป็นข้อมูลในการประกอบการขอขึ้นทะเบียนอาหาร หรือเป็นข้อมูลสำหรับผู้ประกอบการในด้านอาหาร เพื่อปรับปรุงคุณภาพ ดังนั้น ผลการวิเคราะห์จะต้องมีความถูกต้อง เป็นที่น่าเชื่อถือและเกิดความเชื่อมั่นของหน่วยงานหรือลูกค้าที่มารับบริการ

เพื่อให้ผลการวิเคราะห์ ตะกั่ว และแคดเมียมในข้าวมีความถูกต้องแม่นยำ และน่าเชื่อถือ ดังนั้น ในห้องปฏิบัติการทดสอบต้องมีการควบคุมคุณภาพ

1.3 วัตถุประสงค์

เพื่อใช้ควบคุมคุณภาพผลการวิเคราะห์ ตะกั่ว และแคดเมียมในข้าว ภายในห้องปฏิบัติการให้มีความถูกต้อง

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

ใช้ในการควบคุมคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการทดสอบให้มีความเที่ยง และความแม่นของการทดสอบเป็นที่น่าเชื่อถือได้

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

กันยายน 2546 - เมษายน 2547

บทที่ 2
วารสารปริทัศน์

2.1 หลักการของอะตอมมิกแอบซอร์พชัน (principle of atomic absorption)

อะตอมมิกแอบซอร์พชัน[5] เป็นกระบวนการที่เกิดจากอะตอมเสรีของธาตุดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นอันหนึ่งโดยเฉพาะ ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุแต่ละชนิดจะมีระดับพลังงานแตกต่างกัน จึงมีการดูดกลืนแสงที่ต่างกัน ในการทำให้อะตอมของธาตุในสารประกอบเกิดเป็นอะตอมเสรีได้ ต้องมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไป ซึ่งอยู่ในรูปต่างๆกัน เช่น พลังงานความร้อนจากเปลวไฟ ความร้อนจากไฟฟ้า ความร้อนเหล่านี้จะทำให้เกิดการแตกตัว (dissociation)หรือเปลี่ยนเป็นไอ(vaporization)หรือแตกตัวเป็นอะตอม หรือทำให้อะตอมอยู่ในสถานะกระตุ้นหรืออาจกลายเป็นไอออนได้

เทคนิคต่างๆที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุต่างๆ นั้นสามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่

- Flame atomization technique
- Flameless technique หรือ non flame atomization technique
- Hydride generation technique
- Cold vapor generation technique

Flame atomization technique เป็นเทคนิคที่ใช้กระบวนการทำให้สารตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟที่เหมาะสม กระบวนการทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมเสรีด้วยเปลวไฟ (flame atomization) สารตัวอย่างจะต้องเป็นสารละลายที่เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน ไม่มีสารแขวนลอย ตัวทำละลายเป็นน้ำหรือสารอินทรีย์ก็ได้ กระบวนการ atomization แบ่งได้ ดังนี้

- Nebulization เป็นกระบวนการเปลี่ยนของเหลวให้เป็นละอองเล็กๆ (mist) ด้วยเครื่องเรียกว่า nebulizer
- Droplet precipitation เป็นกระบวนการที่ละอองเล็กๆ ของสารละลายรวมกันเป็นหยด สารละลายโดไม่สามารถจะลอยอยู่ในอากาศได้ จึงตกลงมาแล้วออกไปทางท่อน้ำทิ้ง (drain)
- Mixing เป็นกระบวนการที่ละอองเล็กๆ ของสารละลายเกิดผสมกับแก๊ส (fuel) ออกซิเดนท์ (oxidant) ใน spay chamber ของ nebulizer
- Desolvation เป็นกระบวนการที่ตัวทำละลายที่อยู่ในละอองเล็กๆ นั้นถูกกำจัดออกไปทำให้เกิดเป็นอนุภาคเล็กๆ ของสารประกอบ กระบวนการนี้จะเกิดขึ้นตอนล่างของเปลวไฟ
- Compound decomposition เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ โดยที่พลังงานความร้อนจากเปลวไฟ จะไปทำให้สารประกอบเกิดการแตกตัวเป็นออกไซด์ เป็นโมเลกุล และเป็นอะตอมเสรี บางครั้งอาจเกิดการกระตุ้น หรือเกิดการไอออนไนเซชันได้

สารละลายตัวอย่างถูกดูดผ่าน nebulizer เข้าไปใน burner ซึ่งมีเปลวไฟของแก๊สอะเซทีลีน (acetylene) กับออกซิเจน (oxygen) เกิดเป็นอะตอมอิสระผ่านลำแสงจากหลอดกำเนิดแสง (hollow cathode lamp) ของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ที่ให้พลังงานที่ความคลื่นเหมาะสม (resonance wavelength) ลำแสงจะผ่านกลุ่มอะตอมเสรีเหล่านั้น บางส่วนของพลังงานแสงจากหลอดกำเนิดแสงถูกดูดกลืนด้วยอะตอมเสรี ส่วนที่เหลือผ่านออกมาเข้าเครื่องดีเทคเตอร์ (detector) ปริมาณที่วัดได้ถูกนำไปเปรียบเทียบกับพลังงานแสงตอนแรก ปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนจะสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณอะตอมของธาตุที่ต้องการ

การหาปริมาณของธาตุเป็นไปตามทฤษฎี Lambert – Beer Law [6]

$A = \log I/I_0$

$A = abc$

A = แอบซอร์พชันของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์

I = ความเข้มของแสงก่อนผ่านอะตอมเสรีของธาตุ

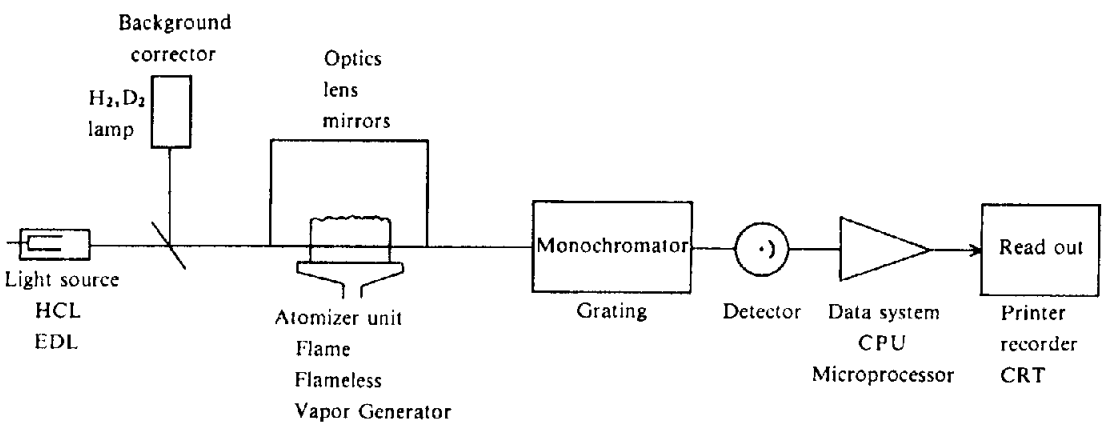
I_0 = ความเข้มของแสงหลังผ่านอะตอมเสรีของธาตุ

a = ค่าคงที่ของแต่ละธาตุ

b = ความยาวของเซลที่แสงตัดผ่าน

c = ความเข้มของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์

จากความสัมพันธ์ดังกล่าวสามารถนำไปคำนวณหาความเข้มข้นของธาตุได้



รูปที่ 1 แสดงแผนภาพองค์ประกอบของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophometer

องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ [5] มี 5 ส่วน (แสดงด้วยแผนภาพ รูปที่ 1) ดังนี้

- แหล่งกำเนิดแสง (light source)
- ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรี (atomizer)
- โมโนโครเมเตอร์ (monochromater) ซึ่งแยกแสงให้ได้ความยาวคลื่นของแสงที่ต้องการ
- ดีเทคเตอร์ (detector)
- เครื่องประมวลผลและอ่านผล (data system and read out units)

การควบคุมคุณภาพ[2](Quality Control) หมายถึงการดำเนินการของห้องปฏิบัติการเพื่อให้มั่นใจว่าผลการวิเคราะห์ และข้อมูลที่ได้จากห้องปฏิบัติการมีความถูกต้อง เชื่อถือได้ และเป็นไปตามที่ข้อกำหนดระบุไว้ทุกประการ

การควบคุมคุณภาพในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ ตะกั่ว และแคดเมียม ในข้าว ประกอบด้วย หัวข้อดังต่อไปนี้

2.2 ระบบเอกสาร[2]

เริ่มตั้งแต่การรับตัวอย่าง การจัดการ การชั่งตัวอย่าง การเก็บรักษา และป้องกันการปนเปื้อนของตัวอย่างจนถึงมีการป้องกันการเปลี่ยนแปลงทั้งทางกายภาพและทางเคมี จนถึงการเขียนรายงาน ทุกขั้นตอนจะมีเอกสารกำกับเพื่อการทำงานเป็นขั้นตอนที่มีการบันทึกข้อมูล และทำงานอย่างถูกต้อง

2.2.1 การเตรียมตัวอย่าง (Sample preparation) การเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในสภาพที่เหมาะสมที่จะทำให้การวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy) จะต้องกำหนดการเตรียมตัวอย่าง ในห้องปฏิบัติการทดสอบ ตะกั่ว และแคดเมียม ดังนี้

2.2.1.1 Edible portion จะต้องนำส่วนที่บริโภคได้มาใช้ในการวิเคราะห์ตะกั่ว และแคดเมียม จะต้องเขียนในคู่มือ คุณภาพให้ชัดเจนจะใช้ส่วนไหนในข้าวแต่ละประเภท และแต่ลักษณะ

2.2.1.2 Homogenization หมายถึงการเตรียมตัวอย่างให้เป็นเนื้อเดียวกับวิธีเตรียมตัวอย่างต้องกำหนดให้ชัดเจนว่าจะต้องใช้เครื่องบดสับตัวอย่างประเภทไหน

2.2.1.3 Prevent contamination การป้องกันการปนเปื้อนเฉพาะการวิเคราะห์ตะกั่ว และแคดเมียม มีความจำเป็นมากที่ต้องคำนึงถึงการที่ทำให้มีการปนเปื้อน เช่น มีดต้องไม่เป็นสนิม จนถึงภาชนะที่ใช้

เก็บตัวอย่างต้องสะอาด และแห้ง และรวมไปถึงการเก็บตัวอย่างไว้ระหว่างกำลังวิเคราะห์ ในคู่มือคุณภาพต้องเขียนให้ชัดเจน

2.3 Mineralization[2]

ขั้นตอนนี้ต้องกำหนดแผนการทำดังนี้

2.3.1 การทำลายสารอินทรีย์ (organic) ในตัวอย่างข้าวโดยการเผาให้เป็นเถ้า(dry ashing) ที่อุณหภูมิสูง สามารถแบ่งได้ 4 ขั้นตอน ดังนี้

2.3.1.1 Dehydration เป็นการทำให้ความชื้นออกจากตัวอย่าง โดยใช้อุณหภูมิประมาณ 60 - 120°ซ เป็นการป้องกันการสูญเสียเนื่องจากตัวอย่างกระเด็นหรือเดือดล้นออกจากภาชนะที่ใส่ตัวอย่าง ดังนั้น ควรจะใช้แท่นความร้อน (hot plate) หรือตะเกียงอินฟาเรด (Infrared lamp) ขั้นตอนนี้ อาจจะทำให้โลหะบางชนิดระเหยไปได้ ดังนั้น การเติม dry ashing aid จะช่วยให้โลหะทนความร้อนได้ จะทำให้ผลการระเหยน้อยลง

2.3.1.2 Valatilization and partial oxidation ขั้นตอนนี้จะทำเป็นการวางบนแท่นความร้อนที่ควบคุมอุณหภูมิได้ไม่เกิน350°ซ สารที่ระเหยง่ายจะถูกไล่ออกจะมีควันเกิดขึ้น จะต้องทำอย่างระมัดระวัง โดยเพิ่มอุณหภูมิของแท่นความร้อนอย่างช้าๆ จนตัวอย่างแห้งดี แล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิ เป็น 350°ซ จนตัวอย่างหมดควัน

2.3.1.3 Complete oxidation ขั้นตอนนี้จะดำเนินการในเตาเผาไฟฟ้า (mufle furnace) อุณหภูมิที่ใช้จะอยู่ในช่วง 450 – 500 °ซ ขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะที่จะทดสอบ ashing aid ที่ใช้ เช่นกรดไนตริก แมกนีเซียมไนเตรท โดยการเลือกใช้ให้เหมาะสมกับตัวอย่าง

2.3.1.4 Dissolution เมื่อเผาตัวอย่างจนเป็นเถ้าสีขาวแล้วจะละลายด้วยกรดเจือจางต้มให้เดือดอ่อนๆ จะช่วยให้การละลายโลหะได้ดีขึ้น กรณีกรดซัลฟุริก จะไม่ใช้เพราะบอนด์(bond)ของซัลเฟตจะแข็งแรงมักจะไม่แตกตัวในการตรวจวัดปริมาณด้วยวิธี อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy) หลังจากละลายเถ้าด้วยกรดเจือจาง ปรับปริมาตรเป็น 25 หรือ 50 มิลลิลิตร แล้วนำสารละลายตัวอย่างผ่านกระดาษกรองวัตแมนเบอร์ 42 เพื่อป้องกันเศษผงและฝุ่นอุดท่อของเครื่อง ขณะทำการตรวจวัด

การปนเปื้อนหรือหายไปของโลหะในตัวอย่างในขั้นตอน mineralization ต้องมีข้อบ่งเตือนนักวิทยาศาสตร์ให้ระวังจุดใดบ้าง เขียนไว้ในคู่มือคุณภาพ เช่น

- การเลือกใช้สารเคมีให้มีการปนเปื้อนหาโลหะน้อยที่สุด
- การล้างเครื่องแก้วและอุปกรณ์อื่นๆ ที่ใช้ในการทดสอบ
- การเก็บสารละลายตัวอย่างรายการ รอการทดสอบโลหะควรจัดเก็บไว้ในขวดพลาสติก

2.4 การกำหนดแผนการวิเคราะห์[2] (determination step)

ขั้นตอนนี้มีหลายอย่างที่ต้องคำนึงถึงและต้องมีคู่มือให้นักวิทยาศาสตร์ปฏิบัติได้อย่างถูกต้อง

2.4.1 การทดสอบแบลงค์ (blank) เป็นการตรวจสอบสารปนเปื้อนที่อาจเกิดขึ้นได้จากการปฏิบัติขั้นตอนใดขั้นตอนหนึ่ง เช่น จากความไม่บริสุทธิ์ของสารเคมีการเตรียมตัวอย่าง การเก็บรักษาตัวอย่าง การปนเปื้อนของภาชนะที่ใช้การวิเคราะห์

การวิเคราะห์แบลงค์ในห้องปฏิบัติการทดสอบโลหะ ได้แก่

2.4.1.1 แบลงค์ของน้ำยาสารเคมี(reagent blank) ที่ใช้วิเคราะห์ เป็นการวิเคราะห์การปนเปื้อนโดยการวัดสารละลายมาตรฐานที่ไม่มีมาตรฐานที่ต้องการวัดผสมอยู่

2.4.1.2 แบลงค์ของวิธีวิเคราะห์(method blank) ที่ปฏิบัติหรือดำเนินการเช่นเดียวกับตัวอย่าง เช่น การใช้เครื่องแก้วและอุปกรณ์สารละลาย (solvent) และสารเคมี แบลงค์ของวิธีวิเคราะห์ใช้ตรวจวัดการปนเปื้อนที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการทดสอบที่เกิดขึ้นจากการใช้สารเคมี และอุปกรณ์ที่ใช้ดำเนินการทำทุกครั้ง ค่าของแบลงค์ของวิธีวิเคราะห์ (method blank) ควรจะใกล้เคียงกันในการวิเคราะห์แต่ละครั้ง ถ้าค่าแตกต่างกันมากแสดงว่ามีการปนเปื้อนระหว่างการวิเคราะห์หรือวิธีที่ใช้วิเคราะห์ไม่ถูกต้อง

2.4.2 การวิเคราะห์ ตัวอย่าง 2 ซ้ำ (duplicate) เป็นการหาค่าความผันแปรของผลการวิเคราะห์ หรือค่าที่ตรวจวัดได้ 2 ซ้ำที่กระทำโดยวิธีเดียวกัน เครื่องมือเดียวกัน และคนเดียวกัน ในตัวอย่างทดสอบเดียวกัน ซึ่งสามารถบอกถึงค่าความเที่ยง (precision) ของการวิเคราะห์นั้นๆ โดยที่การควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ที่ใช้ระหว่างวิเคราะห์ตัวอย่าง 2 ซ้ำ ผลการวิเคราะห์มีเปอร์เซ็นต์ความแตกต่าง Relation percent difference (RPD) เกณฑ์กำหนด ไม่เกิน 10%

$$\% \text{ RPD} = \frac{(C_1 - C_2)}{(C_1 + C_2)/2} \times 100$$

C_1 คือ ค่ามากของผลการทดสอบ

C_2 คือ ค่าน้อยของผลการทดสอบ

% RPD คือ เปอร์เซ็นต์ความแตกต่าง

2.4.3 การวิเคราะห์การคืนกลับได้ของสารที่ทราบปริมาณ (spiked sample) เป็นการตรวจสอบความแม่น (accuracy) ของการวิเคราะห์ตัวอย่างโดยการเติมสารมาตรฐานของโลหะที่ต้องการหาปริมาณ ให้ดำเนินการทำ 3 จุด นำไปทำการวิเคราะห์ ตามวิธีวิเคราะห์เช่นเดียวกับตัวอย่างที่ไม่มีการเติมสารมาตรฐานแล้วนำมาหาค่าร้อยละการคืนกลับได้ของสารที่ทราบปริมาณ (% recovery)

$$\% \text{ recovery} = 100 \times (C_S - C_A) / C_A^*$$

เมื่อ C_S = ค่าความเข้มข้นของ spiked sample

C_A = ค่าความเข้มข้นของตัวอย่าง

C_A^* = ความเข้มข้นของสารละลายที่เติมสารตัวอย่าง

เกณฑ์กำหนดของการควบคุมคุณภาพของการวิเคราะห์ร้อยละการคืนกลับได้ของสารที่ทราบปริมาณ ที่ยอมรับได้จะขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารที่วิเคราะห์ การควบคุมคุณภาพทุกครั้งที่ทำการวิเคราะห์จะต้องทำการวิเคราะห์ % recovery[4] ซึ่งค่าที่ได้จะต้องไม่น้อยกว่าค่าที่แสดงไว้ในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 Typical range of recovery

Concentration Analyte	recovery (%)
10 – 100 %	98 – 102
> 1%	97 – 103
> 0.1% (1000ppm)	95 – 105
100 ppb – 10 ppb	80 –110
10 ppb	65 – 120

2.4.4 ความเที่ยง[2] (precision) เป็นค่าความแตกต่างระหว่างการวิเคราะห์แต่ละครั้งโดยเป็นการวิเคราะห์วิธีเดียวกัน นักวิทยาศาสตร์คนเดียวกัน เครื่องมือเดียวกัน แสดงโดยค่า Standard Deviation (SD) หรือเรียกว่า repeatability การหาค่าความเที่ยง โดยการวิเคราะห์อย่างเดียวกัน อย่างน้อย 7 ซ้ำ ค่าที่ได้นำมาค่าเฉลี่ย SD และ % Relative Standard Deviation (RSD) วิธีทดสอบที่มีความเที่ยงมาก % RSD (%CV) ควรมีไม่เกิน 2%

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD} \times 100}{\bar{X}}$$

เมื่อ SD = Standard Deviation

$\bar{X}$ = ค่าเฉลี่ย

2.4.5 การวิเคราะห์ Quality Control Standard (QCS) คือการตรวจวัดสารมาตรฐานที่ได้มาจากนอกเหนือจากที่ใช้งานประจำ ซึ่งใช้ในการตรวจสอบความถูกต้องของ Calibration curve เกณฑ์กำหนดการยอมรับของการได้กลับคืนของการวิเคราะห์ QCS จะกำหนดในรูป %RSD(% CV)[4] จะต้องอยู่ระหว่าง ±10%

2.4.6 Limit of Quantitaion (LOQ)[7] หรือ Limit of Report (LOR) เป็นค่าระดับความเข้มข้นต่ำสุดของสารที่ต้องการวิเคราะห์ ด้วยวิธีวิเคราะห์ที่ยืนยันผลการวิเคราะห์ที่มีค่าความเที่ยง (precision) ความแม่น (accuracy) และ linearity ตามที่เกณฑ์กำหนด การหาค่า LOQ นำ method blank 10 ซ้ำ แล้วนำไปอ่านค่า 10 ค่า แล้วคำนวณหาค่า SD

$$\text{LOQ} = \bar{X} + 10 \text{ SD}$$

2.4.7 Linearity เป็นการวิเคราะห์ที่การทำกราฟมาตรฐาน[2] (Calibration Curve) นำมาใช้โดยต้อง ตรวจสอบความเป็นเส้นตรง linear ของ กราฟทุกครั้ง โดยมีเกณฑ์กำหนด แสดงโดยค่า

Correlation Coefficient (R^2) = 0.995

2.4.8 พิสัย[3] (range) ของวิธีวิเคราะห์ คือ เป็นวิธีการวัดความแตกต่างระหว่างผลการวัดช่วงระดับความเข้มข้นสูงสุดและผลการวัดระดับความเข้มข้นต่ำสุดของสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่ให้ผลของความเที่ยง ความแม่น และ linearity อยู่ในช่วงที่กำหนด

2.4.9 เครื่องมือ ต้องมีการดูแล และบำรุงรักษา ให้อยู่ในสภาพพร้อมที่จะใช้งานเป็นอย่างดี และต้องมีเอกสารกำกับบำรุงรักษาหากจำเป็น

2.4.10 กำหนดลำดับ[2] (sequence) ในการวัด เพื่อให้เกิดความเชื่อมั่นว่าเตรียมเครื่องมือวัดค่าได้อย่างถูกต้อง กำหนดขั้นตอนต่างๆ ดังนี้

ลำดับที่ 1 เปิดเครื่อง อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ Atomic Absorption Spectrophotometer :

auto zezo เครื่องมือ ด้วยน้ำกลั่นหรือ reagent blank

ลำดับที่ 2 อ่านค่าสารละลายมาตรฐานมีความเป็นขั้นต่างๆ กัน

X_1 mg/L

X_2 mg/L

X_3 mg/L

X_4 mg/L

X_5 mg/L

ลำดับที่ 3 ตรวจสอบความถูกต้องจากกราฟมาตรฐานที่ช่วงความเข้มข้นสูงสุดของกราฟมาตรฐานคือวัดค่า X_5 mg/L อีกครั้งหลังจากทำกราฟมาตรฐานแล้ว ค่าที่วัดได้ควรจะเท่ากับ X_5 mg/L หรือ ใกล้เคียงกับ X_5 ในกราฟมาตรฐานซึ่งมีค่าความแตกต่างได้ไม่เกิน ± 5%

ลำดับที่ 4 ตรวจสอบความถูกต้องของกราฟมาตรฐานที่ช่วงความเข้มข้นต่ำสุด คือวัดค่า 0 mg/L อีกครั้งหลังจากทำกราฟมาตรฐานแล้ว ค่าที่วัดได้ควรจะเท่ากับ 0 mg/L หรือใกล้เคียงกับ 0 mg/L ในกราฟมาตรฐาน ซึ่งมีค่าความแตกต่างได้ไม่เกิน ± 5%

ลำดับที่ 5 ตรวจสอบความถูกต้องของการเตรียมสารละลายมาตรฐาน 1-2 วิธี โดยการดำเนินการวิเคราะห์สารละลาย Quality Control Standard (QCS) ค่าที่วัดได้มีความแตกต่างจากค่าที่กำหนดไว้ใน Certificate ไม่เกิน ± 10%

ลำดับที่ 6 วัดค่า method blank ถ้าพบว่ามีการปนเปื้อนต้องทำใหม่ทั้งชุด

ลำดับที่ 7 วัดค่า สารละลายตัวอย่างที่เตรียมไว้แล้ว จำนวน 10 ตัวอย่าง

ลำดับที่ 8 วัดค่า X_5 mg/L อีกครั้งค่าที่วัดได้ไม่เกิน ±5% และวัดค่า 0 mg/L อีกครั้งค่าที่วัดได้ไม่เกิน 20% ตามลำดับ ถ้าเกินค่าดังกล่าวทำกราฟมาตรฐานใหม่

ลำดับที่ 9 Limit of Quantitation (LOQ) วัดค่า method blank 10 ครั้ง คำนวณค่า $\overline{X}$ และ SD คำนวณค่า LOQ

LOQ = $\overline{X}$ + 10 SD หา method blank

2.5 การคำนวณและรายงานผลการวิเคราะห์[2]

ในการวิเคราะห์จะต้องมีแบบบันทึก (work sheet) ลงรายระเอียด สารละลายมาตรฐาน หมายเลขปฏิบัติการ ข้อการคำนวณ และแสดงวิธีการคำนวณไว้ใน work sheet ด้วย

2.5.1 ถ้าผลการวิเคราะห์มากกว่า LOQ ให้รายงานค่าเป็นตัวเลข

2.5.2 ถ้าผลการวิเคราะห์น้อยกว่า LOQ ให้รายงานค่าน้อยกว่า LOQ

2.6 Overall measurement[2]

การวัดคุณภาพของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ในภาพรวม มีตัวชี้วัดโดยการทดสอบความชำนาญ (Proficient Test) กับองค์กรที่ทำหน้าที่นี้ของนานาชาติ เช่น APLAC NATA ผลของการเข้าร่วมการทดสอบความชำนาญนั้น แสดงโดยค่า Z- score จะต้องอยู่ในช่วง 0 - 2 หรือการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างห้องปฏิบัติการทดสอบจะต้องอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีดำเนินการ

3.1 ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองและวิธีการเตรียม

ตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ ตะกั่ว และแคดเมียม เป็นข้าวสารจำนวนตัวอย่างละ 1 กิโลกรัม โดยการซื้อจากร้านค้าทั่วไป และบดให้ละเอียด

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.2.1 เครื่องชั่งไฟฟ้า ชั่งได้ละเอียด 0.0001 กรัม

3.2.2 เครื่องบดตัวอย่าง

3.2.3 เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิถึง 1000^{0}ซ

3.2.4 แท่นความร้อน hot plate

3.2.5 กระดาษกรองวัตแมนเบอร์ 42

3.2.6 ถ้วย vycor ขนาด 100 มิลลิลิตร

3.2.7 เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการชนิดต่างๆ

3.2.8 เครื่องมือ อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer) : Perkin-Elmer รุ่น PC 5100

3.3 สารเคมี สารละลาย และวิธีการเตรียม

3.3.1 กรดไนตริก 65 % ความถ่วงจำเพาะ 1.39 GR : Merck

3.3.2 สารละลายกรดไนตริก 20% (v/v)

เทกรดไนตริก(ข้อ 3.3.1)ใส่กระบอกตวง จำนวน 200 มิลลิลิตร แล้วเทลงในบิกเกอร์ ขนาด 1 ลิตรที่มีน้ำกลั่นจำนวน 800 มิลลิลิตร

3.3.3 แมกนีเซียมไนเตรทเฮกซะไฮเดรท ACS : Merck

3.3.4 สารละลายแมกนีเซียมไนเตรท 50 % (w/v)

ชั่งแมกนีเซียมไนเตรท(ข้อ 3.3.3) จำนวน 50 กรัม ในบิกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น ถ่ายลงขวดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3.3.5 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว/แคดเมียม 1000 มิลลิกรัม/ลิตร

Perkin-Elmer Number : N930-0175 Lot No.6 - 244PB

Perkin-Elmer Number : N930-0176 Lot No.7 – 43CD

3.3.6 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว/แคดเมียม 10 มิลลิกรัม/ลิตร

ปิเปต1มิลลิลิตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว/แคดเมียม 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (ข้อ 3..3.5) ลงในขวดปริมาตร100มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายกรดไนตริก 20% (ข้อ 3.3.2) 20 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3.3.7 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว/แคดเมียม Quality Control Standard (QCS) 100 มิลลิกรัม/ลิตร Perkin-Elmer Number : N930-0281
Lot No. 16 – 85AS

3.3.8 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว/แคดเมียม Quality Control Standard (QCS) 0.5 มิลลิกรัม/ลิตร
ปิเปต 1 มิลลิลิตร สารละลายมาตรฐานตะกั่ว/แคดเมียม 100 มิลลิกรัม/ลิตร (ข้อ 3.3.7) ลงในขวดปริมาตรขนาด 200 มิลลิลิตร จำนวน 7 ขวด ความเข้มข้นละ 1ขวด เติมสารละลายกรดไนตริก 20% (ข้อ 3.3.2) 40 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3.4 การดำเนินงาน

3.4.1 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง[8,9]

3.4.1.1 ชั่งตัวอย่าง 10 กรัม ใส่ลงในถ้วย vycor (ข้อ 3.2.6) เติมน้ำกลั่น 2 มิลลิลิตรลงในตัวอย่าง แล้วเติมสารละลายแมกนีเซียมไนเตรท 50% (ข้อ 3.3.4) 1 มิลลิลิตรใช้แท่งแก้วคนให้ทั่ว แล้วนำไปวางบนแท่นความร้อน (ข้อ 3.2.4) เปิดที่อุณหภูมิต่ำเบอร์ 0.5 จนน้ำระเหยแห้ง แล้วค่อยเพิ่มอุณหภูมิจนตัวอย่างหมดควันแล้วนำเข้าเตาเผาไฟฟ้า (ข้อ 3.2.3)

3.4.1.2 ตั้งที่อุณหภูมิ 350^{0} ซ เพิ่มอุณหภูมิครั้งละ 50^{0}ซ ต่อ 1 ชั่วโมง จนถึงอุณหภูมิ 500^{0}ซ เผาที่อุณหภูมินี้ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง วางทิ้งไว้ให้เย็น

3.4.1.2.1 ถ้าเถ้า (ข้อ 3.4.1.2)ไม่ขาว เติมน้ำ 1 มิลลิลิตร แล้วเติมกรดไนตริก (ข้อ 3.3.1) 0.5-2 มิลลิลิตร นำไปวางบนแท่นความร้อน (ข้อ 3.2.4) เปิดที่อุณหภูมิต่ำเบอร์ 0.5 จนกรดระเหยแห้งแล้วค่อยเพิ่มอุณหภูมิจนเถ้าหมดไอกรด นำไปเผาต่อในเตาเผาไฟฟ้า (ข้อ 3.2.3) ที่อุณหภูมิ 500^{0} ซ เป็นเวลานาน 1-2 ชั่วโมง วางทิ้งไว้ให้เย็น

3.4.1.2.2 เถ้า(ข้อ 3.4.1.2.1) ทำให้ชื้นด้วยน้ำกลั่นเติมสารละลายกรดไนตริก 20% (ข้อ 3.3.2) 10 มิลลิลิตร นำไปต้ม

เพื่อละลายเถ้าบนแท่นความร้อน 2-3 นาที ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ใช้น้ำร้อนล้างถ้วย ครั้งละ 5 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง ทิ้งไว้ให้เย็น เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร แล้วกรองสารละลายตัวอย่างผ่านกระดาษกรองวัตแมนเบอร์ 42

3.4.1.2.3 แบลงค์ของตัวอย่างใช้น้ำ 10 มิลลิลิตร แทนตัวอย่าง เริ่มทำ ข้อ 3.4.1.1 - 3.4.1.2.2

3.4.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์ร้อยละปริมาณที่คืนกลับได้ (spiked sample)

3.4.2.1 ชั่งตัวอย่าง 10 กรัม ใส่ลงในถ้วยvycor (ข้อ 3.2.6) เติมน้ำกลั่น 2 มิลลิลิตรลงในตัวอย่าง แล้วเติมสารละลายแมกนีเซียมไนเตรท 50% (ข้อ 3.3.4) 1 มิลลิลิตร เติมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว/แคดเมียม 10 มิลลิกรัม/ลิตร 3 มิลลิลิตร (ข้อ 3.3.6)ใช้แท่งแก้วคนให้ทั่ว แล้วนำไปวางบนแท่นความร้อน (ข้อ 3.2.4) เปิดที่อุณหภูมิต่ำเบอร์ 0.5 จนน้ำระเหยแห้ง แล้วค่อยเพิ่มอุณหภูมิจนตัวอย่างหมดควันแล้วนำเข้าเตาเผาไฟฟ้า(ข้อ 3.2.3) ตั้งที่อุณหภูมิ 350^{0} ซ เพิ่มอุณหภูมิครั้งละ 50^{0}ซ ต่อ 1 ชั่วโมง จนถึงอุณหภูมิ 500^{0}ซ เผาที่อุณหภูมินี้ เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง วางทิ้งไว้ให้เย็น

3.4.2.2 ทำตามข้อ 3.4.1.2.1 - 3.4.1.2.2

3.4.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว/แคดเมียม 0.0, 0.2,0.3, 0.4,0.5 และ 1 มิลลิกรัม/ลิตร

ปิเปตสารละลายมาตรฐานตะกั่ว/แคดเมียม 10 มิลลิกรัม/ลิตร (ข้อ3.3.6) 0,2,3,4,5 และ 10 มิลลิลิตร ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวน 6 ขวด ความเข้มข้นละ 1 ขวด เติมสารละลายกรดไนตริก 20% (ข้อ 3.3.2) 10 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3.4.4 การวัด กำหนดลำดับดังนี้

เครื่องมือ อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ Atomic Absorption Spectrophotometer : Perkin-Elmer รุ่น PC 5100 :

ตะกั่ว Pb ที่ความยาวคลื่น 217.0 นาโนเมตร

แคดเมียม Cd ที่ความยาวคลื่น 228.8 นาโนเมตร

ตารางที่ 2 แสดงกำหนดลำดับของการวัด

ลำดับที่	ความเข้นข้นสารละลายมาตรฐาน ตะกั่ว/แคดเมียม (มิลลิกรัม/ลิตร)	วัตถุประสงค์
1	0	Reagent blank zero instrument
2	0.2	Calibrate the instrument
3	0.3	Calibrate the instrument
4	0.4	Calibrate the instrument
5	0.5	Calibrate the instrument
6	1.0	Calibrate the instrument
7	1.0	Verify calibration value 90-110%
8	0	Verify calibration value
9	0.5	Verify quality control standard 90-110%
10	Method blank	Blank analysis
11	Method blank	Auto zero
12	Sample1-10	Sample analysis
13	1.0	Verify calibration value 90-110%
14	0	Verify calibration value

3.4.5 การคำนวณ

$$\text{ปริมาณ ตะกั่ว/แคดเมียม} = \frac{X \times V \times D}{W} \text{ มิลลิกรัม/กิโลกรัม}$$

X = มิลลิกรัม/ลิตร ของ ตะกั่ว/แคดเมียมที่อ่านได้จากกราฟหรือเครื่อง

V = ปริมาตรของสารละลายตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

W = น้ำหนักของตัวอย่าง (กรัม)

D = dilution factor

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 ผลการทดลองของตะกั่วในตัวอย่างข้าว

4.1.1 ตารางที่3 และรูปที่ 2 ผลการวัดสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 0.0,0.2,0.3,0.4,0.5, และ 1.0 มิลลิกรัม/ลิตร พบว่าได้กราฟเส้นตรง แสดงด้วยค่าCorrelation Coefficient (R^2) เท่ากับ 0.9977 อยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด R^2 เท่ากับ 0.995

4.1.2 การตรวจสอบความเที่ยงของสารละลายมาตรฐาน ตารางที่ 5 แสดงด้วยผลการวัดสารละลายมาตรฐาน (QCS) ทดลอง 10 ซ้ำคำนวณหาค่า Mean ($\overline{X}$) SD และ %RSD พบว่า ได้ค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ เท่ากับ 100.9 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ 90-110 % และมีความเที่ยง (precision)ได้ค่า % RSD (%CV) เท่ากับ 1.23 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ %CV ไม่เกิน 10

4.1.3 การหาค่าต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ได้ ตารางที่ 4 แสดงด้วยผลการวัดสารละลายแบลงค์ของตัวอย่าง ทดลอง 10 ซ้ำ คำนวณหาค่า $\overline{X}$ และ SD พบว่าได้ค่า Limit of Detection (LOD) เท่ากับ 0.17 มิลลิกรัม/กิโลกรัม และ Limit of Quantitation (LOQ) เท่ากับ 0.34 มิลลิกรัม/กิโลกรัม

4.1.4 การตรวจสอบความเที่ยง(precision) และความแม่น (accuracy) ตารางที่ 7 แสดงโดยการเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้น 0.2,0.4และ 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร ลงในตัวอย่างข้าวทดลอง 7 ซ้ำ คำนวณหาค่า $\overline{X}$ SD และ %RSD พบว่ามีความแม่น ได้ค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ เท่ากับ 99.5 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ 90-110 % และมีความเที่ยงได้ค่า %RSD (%CV) เท่ากับ 1.67 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ %CV ไม่เกิน 10

4.1.5 ตารางที่ 8 ผลการวัดตัวอย่างข้าว จำนวน 16 ตัวอย่าง โดยการทดลอง 2 ซ้ำ(duplicate) และเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้น 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร ลงในตัวอย่างข้าว พบว่า ไม่พบตะกั่วในตัวอย่างข้าว เพราะฉะนั้นค่าของเปอร์เซ็นความแตกต่างจึง เท่ากับ ศูนย์ และค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ อยู่ระหว่าง 94.7– 104.3 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ 90-110%

4.2 ผลการทดลองของแคดเมียมในตัวอย่างข้าว

4.2.1 ตารางที่ 9 และรูปที่ 3 ผลการวัดสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 0.0,0.2,0.3,0.4,0.5 และ 1.0 มิลลิกรัม/ลิตร พบว่าได้กราฟเส้นตรง แสดงด้วยค่าCorrelation Coefficient (R^2) เท่ากับ 0.9999 อยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด R^2 เท่ากับ 0.995

4.2.2 การตรวจสอบความเที่ยงของสารละลายมาตรฐาน ตารางที่ 11 แสดงด้วยผลการวัดสารละลายมาตรฐาน QCS ทดลอง 10 ซ้ำ คำนวณหาค่า $\overline{X}$ SD และ %RSD พบว่าได้ค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ เท่ากับ 103.2 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ 90-110 % และมีความเที่ยง ได้ค่า %RSD(%CV) เท่ากับ 0.51อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ %CV ไม่เกิน 10

4.2.3 การหาค่าต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ได้ ตารางที่ 10 แสดงด้วยผลการวัดสารละลายแบลงค์ของตัวอย่าง ทดลอง 10 ซ้ำ คำนวณหาค่า $\overline{X}$ และ SD พบว่าได้ค่า Limit of Detection (LOD) เท่ากับ 0.013 มิลลิกรัม/กิโลกรัม และ Limit of Quantitation (LOQ) เท่ากับ 0.04 มิลลิกรัม/กิโลกรัม

4.2.4 การตรวจสอบความเที่ยง (precision) และความแม่น (accuracy)
ตารางที่ 13 แสดงโดยการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้น 0.2,0.4 และ 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร ลงในตัวอย่างข้าว ทดลอง 7 ซ้ำ คำนวณหาค่า $\overline{X}$ SD และ %RSD พบว่าได้ค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ เท่ากับ 100.4 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ 90-110 % และมีความเที่ยง ได้ค่า %RSD (%CV) เท่ากับ 1.43 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ %CV ไม่เกิน 10

4.2.5 ตารางที่ 14 ผลการวัดตัวอย่างข้าว จำนวน 16 ตัวอย่าง โดยการทดลอง 2 ซ้ำ(duplicate) และเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้น 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร ลงในตัวอย่างข้าว พบว่า ไม่พบแคดเมียมในตัวอย่างข้าว เพราะฉะนั้นค่าของเปอร์เซ็นความแตกต่างจึง เท่ากับ ศูนย์ และค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ คือ ตั้งแต่ 93.7 – 100.2 อยู่ในในเกณฑ์ที่ยอมรับ 90-110 %

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ข้อมูลที่ได้จากการทดลองได้นำมาปฏิบัติใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ ตะกั่วและแคดเมียม เพื่อเป็นการควบคุมภายในได้ดังนี้

5.1 กราฟสารละลายมาตรฐาน(calibration curve) เป็นเส้นตรง (linearity) แสดงค่า Correlation Coefficient (R^2) ของตะกั่ว และแคดเมียม เท่ากับ 0.9977 และ 0.9999 ตามลำดับ อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับเท่ากับ 0.995

5.2 การตรวจความเที่ยงของกราฟสารละลายมาตรฐาน โดยใช้สารละลายมาตรฐาน(Quality Control Standard) ที่มีใบรับรองค่าของตะกั่ว 100.99 และแคดเมียม 99.90 มิลลิกรัม/ลิตร ซึ่งสามารถสอบกลับไปถึง NIST SRM 3128 และ 3108 ตามลำดับ จากทดลองพบว่าได้ค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ของตะกั่ว เท่ากับ 100.9 และแคดเมียม 103.2 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ 90-110%

5.3 จากผลการทดลองได้ค่าระดับความเข้มข้นต่ำสุดของสารที่วิเคราะห์ (Limit of Quantitation,LOQ) ของตะกั่ว เท่ากับ 0.34 และแคดเมียม 0.04 มิลลิกรัม/กิโลกรัม

5.4 วิธีวิเคราะห์มีความเที่ยง และความแม่น จากการทดลองได้ค่าร้อยละของปริมาณคืนกลับได้ของตะกั่ว เท่ากับ 99.55 และแคดเมียม 100.4

5.5 วิธีวิเคราะห์ตัวอย่างหาปริมาณตะกั่ว และแคดเมียม ทำ 2 ซ้ำ (duplicate) และตรวจสอบค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ของตะกั่วและแคดเมียม จากการทดลองวิเคราะห์ตัวอย่างข้าว จำนวน 16 ตัวอย่าง พบว่าได้ค่าร้อยละของปริมาณที่คืนกลับได้ของตะกั่ว อยู่ระหว่าง 94.7-104.3 และแคดเมียมอยู่ระหว่าง 93.7-100.2 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ 90-110 %

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณ คุณปรีชา ธรรมนิยม ผู้อำนวยการโครงการวิทยาศาสตร์ชีวภาพ คุณสุนทรี เปรื่องการ คุณธิดาดวง ฟอลเล็ต และคุณนงนุช เมธียนต์พิริยะ ที่กรุณาให้คำแนะนำอันเป็นประโยชน์ และขอขอบคุณทุกท่านที่มีส่วนร่วมในการช่วยให้ผลงานสำเร็จสมบูรณ์ด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

1. พระราชบัญญัติอาหาร พ.ศ. 2522 ประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 98 (พ.ศ. 2529) เรื่อง มาตรฐานอาหารที่มีสารปนเปื้อน

2. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข การฝึกอบรมเชิงปฏิบัติการ เพื่อพัฒนาประสิทธิภาพการวิเคราะห์ วันที่ 11-14 กันยายน พ.ศ. 2543

3. ศุภชัย ใช้เทียมวงศ์ 2539 ปฏิบัติการเคมีปริมาณวิเคราะห์ พิมพ์ครั้งที่ 5 กรุงเทพฯ. สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย หน้า 9,12

4. ศูนย์ฝึกอบรมและพัฒนาเทคนิคทางวิทยาศาสตร์ กองการศึกษาเคมีปฏิบัติ กรมวิทยาศาสตร์บริการ หลักสูตร สถิติสำหรับงานวิเคราะห์ทดสอบและวิจัย วันที่ 20-21 ธันวาคม 2544

5. แม้น อมรสิทธิ และ อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย หน้า 322-364

6. โสภา จิระวงศ์อร่าม. 2534 Atomic Absorption Spectrophotometer

7. Eurachem Working group. The fitness For purpoose of analytical methods : A Laboratory guide to method validation and related topic. UCG (Teddington) U.K., English vesion 1st ed 1998

8. J.AOAC Vol 52 No.5 1969 p.1035-1038

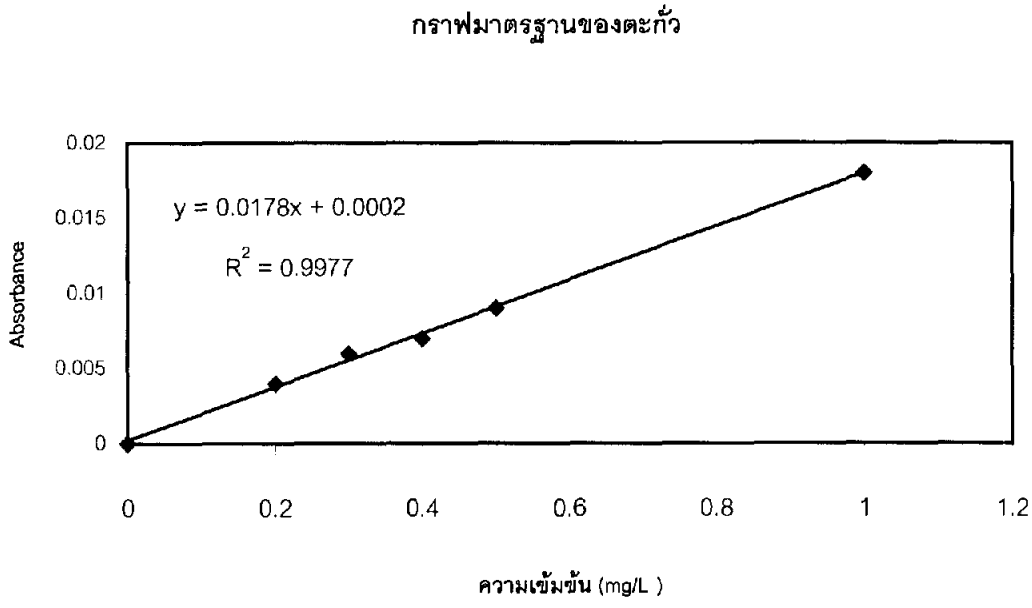
9. AOAC Official Methods of Analysis (2000), section 9.109 Chapter 9 p 19-21

ภาคผนวก

ตารางแสดงผลการทดลองของตะกั่วในตัวอย่างข้าว

ตารางที่ 3 การสร้างกราฟผลของการวัดสารละลายมาตรฐานของตะกั่ว ความเข้มข้น 0.0, 0.2,0.3,0.4,0.5 และ 1.0 มิลลิกรัม/ลิตร

mg/L Pb	Absorbance
0	0.000
0.2	0.004
0.3	0.006
0.4	0.007
0.5	0.009
1.0	0.018



รูปที่ 2 แสดงกราฟมาตรฐานของตะกั่ว

ผล :

1) ได้กราฟเส้นตรง linearity
2) ค่า Correlation Coefficient (R^2) = 0.9977

ตารางที่ 4 แสดงผลการวัดแบลงค์ของตัวอย่าง method blank

ลำดับที่	จำนวน (ซ้ำ)	mg/L Pb
1	10	0.013
2	10	0.015
3	10	0.024
4	10	0.009
5	10	0.017
6	10	0.021
7	10	0.020
8	10	0.024
9	10	0.017
10	10	0.022
$\overline{X}$		0.0182
SD		0.004917
$\overline{X}$ + 3 SD		0.033
$\overline{X}$ + 10 SD		0.0674

ผล :

1) การคำนวณ(LOD)[5]

$$\text{Limit of Detection (LOD)} = \frac{0.033 \times 50}{10}$$

$$= 0.17\ \mu g/g \text{ หรือ } mg/kg$$

3) การคำนวณ(LOQ)[5]

$$\text{Limit of Quantitation (LOQ)} = \frac{0.0674 \times 50}{10}$$

$$= 0.34\ \mu g/g \text{ หรือ } mg/kg$$

ตารางที่ 5 แสดงผลการวัด Quality Control Standard (QCS) 0.49875 mg/L Pb

ลำดับที่	จำนวน (ซ้ำ)	QCS 0.49875 mg/L Pb
1	10	0.512
2	10	0.508
3	10	0.508
4	10	0.495
5	10	0.506
6	10	0.496
7	10	0.501
8	10	0.507
9	10	0.506
10	10	0.495
$\bar{X}$	0.5034	
SD	0.006186	
%CV (≤ 10%)	1.23	
%recovery (90-110%)	100.9	

<u>หมายเหตุ</u> : Quality Control Standard มีใบรับรองค่าของตะกั่ว 100.99 มิลลิกรัม/ลิตร ซึ่งสามารถสอบกลับไปถึง NIST SRM 3128

ผล :

1) ตรวจสอบความแม่น

ได้ % recovery = 100.9

2) ตรวจสอบความเที่ยง

ได้ % CV = 1.23

ตารางที่ 6 แสดงน้ำหนักของตัวอย่างข้าว

ลำดับที่	น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)			
	control sample	spiked 0.2 mg/L	spiked 0.4 mg/L	spiked 0.6 mg/L
1	9.9999	10.0586	10.1730	9.9460
2	9.9995	9.9397	10.0463	9.8298
3	10.0007	9.6486	9.9919	9.7491
4	10.0003	10.0097	10.1311	9.8676
5	10.0172	9.7410	10.1084	9.7438
6	10.0036	9.9798	10.0589	9.8289
7	9.0429	9.8316	10.1056	9.8372
เฉลี่ย	9.8863	9.8927	10.0879	9.8346

ผล :

1) น้ำหนักของตัวอย่างข้าวที่เป็น control sample
2) น้ำหนักของตัวอย่างข้าวที่เติมสารละลายมาตรฐานของตะกั่ว ความเข้มข้น 0.2,0.4 และ 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร

ตารางที่ 7 แสดงผลการวัดของตัวอย่างข้าวที่เติมสารละลายมาตรฐานของตะกั่ว ความเข้มข้น 0.2,0.4 และ 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร

ลำดับที่	จำนวน (ซ้ำ)	control sample		spiked 0.2 mg/L Pb		spiked 0.4 mg/L Pb		spiked 0.6 mg/L Pb	
		Abs.	Pb (mg/L)	Abs.	Pb (mg/L)	Abs.	Pb (mg/L)	Abs.	Pb (mg/L)
1	7	0	0	0.004	0.193	0.007	0.406	0.012	0.610
2	7	0	0	0.004	0.194	0.007	0.413	0.012	0.611
3	7	0	0	0.004	0.189	0.007	0.409	0.012	0.619
4	7	0	0	0.004	0.197	0.007	0.415	0.012	0.607
5	7	0	0	0.004	0.187	0.007	0.406	0.012	0.601
6	7	0	0	0.004	0.193	0.007	0.405	0.011	0.588
7	7	0	0	0.003	0.185	0.007	0.403	0.011	0.596
$\bar{X}$					0.1911		0.4081		0.6046
SD					0.004259		0.00441		0.01037
%CV (≤ 10%)					2.22		1.08		1.72
% recovery (90-110%)					95.6		102.0		100.8

ผล :

1) ตรวจสอบความแม่น

ได้ % recovery = (95.6 + 102.0 + 100.8) / 3 = 99.5

2) ตรวจสอบความเที่ยง

ได้ % CV = (2.22 + 1.08 + 1.72) / 3 = 1.67

ตารางที่ 8 แสดงผลการควบคุมคุณภาพภายในของการวิเคราะห์ของตะกั่วในตัวอย่างข้าว

1) ทำ 2 ซ้ำ duplicate

2) เติมสารละลายมาตรฐานของตะกั่วความเข้มข้น 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร

ลำดับที่	ชื่อตัวอย่าง	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	%recovery
1	Rice No.1	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	94.7
2	Rice No.2	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	94.7
3	ข้าวชัยนาท 1	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	100.2
4	ข้าวขาว 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	96.8
5	ข้าวขาว 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	104.3
6	ข้าวสุกหอมมะลิ	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	100.2
7	ข้าวหอมมะลิ 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	96.8
8	ข้าวหอมมะลิ 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	104.3
9	ข้าวหอมมะลิ 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	96.8
10	ข้าวปทุมธานี 1	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	100.2
11	ข้าวขาว 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	104.2
12	ข้าวกล้องมะลิ 1	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	100.2
13	ข้าวขาว 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	96.5
14	ข้าวกล้องมะลิ 2	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	100.2
15	ข้าวหอมมะลิ 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	104.2
16	ข้าวตาแห้ง	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	100.2

<u>หมายเหตุ</u> : ตะกั่ว :Limit of Quantitation (LOQ) คือ 0.34 μg/g หรือ mg/kg

ผล :

1) ได้ % recovery อยู่ระหว่าง 94.7 – 104.3 %

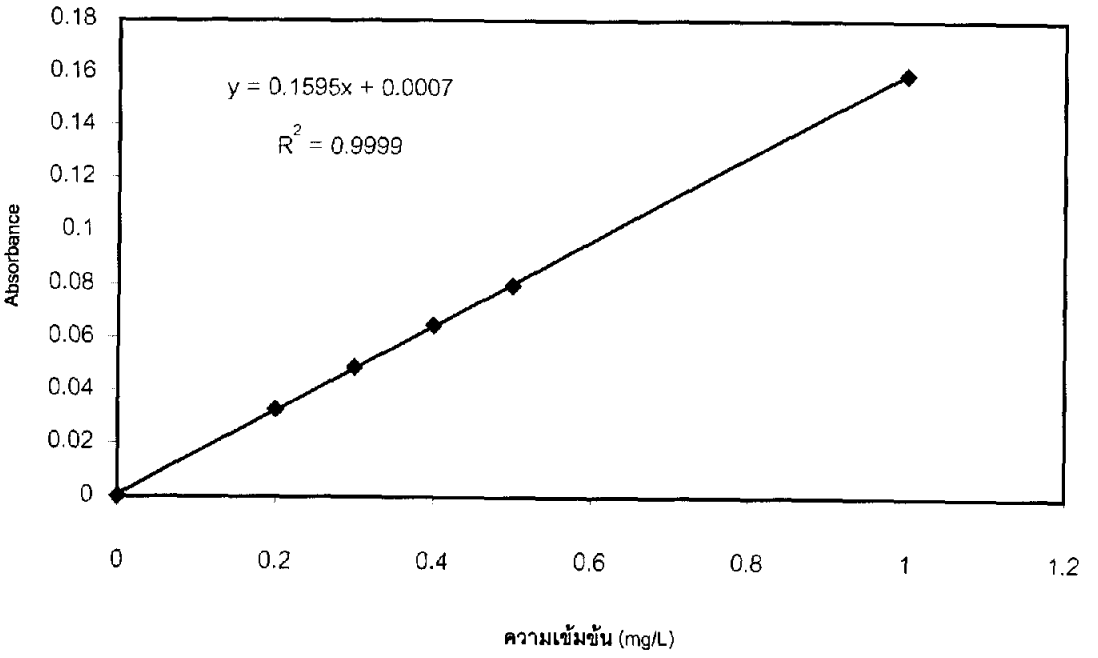
2) เปอร์เซ็นต์ความแตกต่างผลการวิเคราะห์ 2 ซ้ำ = 0

ตารางแสดงผลการทดลองของแคดเมียมในตัวอย่างข้าว

ตารางที่ 9 : การสร้างกราฟผลของการวัดสารละลายมาตรฐานของแคดเมียม ความเข้มข้น 0.0,0.2,0.3,0.4,0.5 และ 1.0 มิลลิกรัม/ลิตร

mg/L Cd	Absorbance
0.0	0.000
0.2	0.033
0.3	0.049
0.4	0.065
0.5	0.080
1.0	0.160

กราฟมาตรฐานของแคดเมียม



รูปที่ 3 แสดงกราฟมาตรฐานของแคดเมียม

ตารางที่ 10 แสดงผลการวัดแบลงค์ของตัวอย่าง (method blank)

ลำดับที่	จำนวน (ซ้ำ)	mg/L Cd
1	10	0.000
2	10	0.001
3	10	0.001
4	10	0.000
5	10	0.000
6	10	0.000
7	10	0.001
8	10	0.002
9	10	0.000
10	10	0.000
$\bar{X}$		0.0005
SD		0.000707
$\bar{X}$ + 3 SD		0.00262
$\bar{X}$ + 10 SD		0.00757

ผล :

การคำนวณ (LOD) และ (LOQ)[5]

1) การคำนวณ(LOD)

Limit of Detection (LOD) $= \frac{0.00262 \times 50}{10}$

$= 0.013$ µg/g หรือ mg/kg

2) การคำนวณ(LOQ)

Limit of Quantitation (LOQ) $= \frac{0.00757 \times 50}{10}$

$= 0.04$ µg/g หรือ mg/kg

ตารางที่ 11 แสดงผลการวัด Quality Control Standard (QCS) 0.49775 mg/L

ลำดับที่	จำนวน (ซ้ำ)	QCS 0.49775 mg/L Cd
1	10	0.513
2	10	0.519
3	10	0.512
4	10	0.515
5	10	0.516
6	10	0.516
7	10	0.511
8	10	0.513
9	10	0.511
10	10	0.512
$\overline{X}$	0.5138	
SD	0.002616	
%CV (≤ 10%)	0.51	
%recovery (90-110%)	103.2	

<u>หมายเหตุ</u> : Quality Control Standard มีใบรับรองค่าของแคดเมียม 99.90 มิลลิกรัม/ลิตร ซึ่งสามารถสอบกลับไปถึง NIST SRM 3108

ผล :

1) ตรวจสอบความแม่น

ได้ % recovery = 103.2

2) ตรวจสอบความเที่ยง

ได้ % CV = 0.51

ตารางที่ 12 แสดงน้ำหนักของตัวอย่างข้าว

ลำดับที่	น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)			
	control sample	spiked 0.2 mg/L Cd	spiked 0.4 mg/L Cd	spiked 0.6 mg/L Cd
1	9.9999	10.0586	10.1730	9.9460
2	9.9995	9.9397	10.0463	9.8298
3	10.0007	9.6486	9.9919	9.7491
4	10.0003	10.0097	10.1311	9.8676
5	10.0172	9.7410	10.1084	9.7438
6	10.0036	9.9798	10.0589	9.8289
7	9.0429	9.8316	10.1056	9.8372
เฉลี่ย	9.8863	9.8927	10.0879	9.8346

ผล :

1) น้ำหนักของตัวอย่างข้าวเป็น control sample
2) น้ำหนักของตัวอย่างข้าวที่เติมสารละลายมาตรฐานของแคดเมียม ความเข้มข้น 0.2,0.4 และ 0.6มิลลิกรัม/ลิตร

ตารางที่ 13 แสดงผลการวัดของตัวอย่างข้าวที่เติมสารละลายมาตรฐานของแคดเมียม ความเข้มข้น 0.2,0.4 และ 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร

ลำดับที่	จำนวน (ซ้ำ)	control sample		spiked 0.2 mg/L Cd		spiked 0.4 mg/L Cd		spiked 0.6 mg/L Cd	
		Abs.	Cd (mg/L)	Abs.	Cd (mg/L)	Abs.	Cd (mg/L)	Abs.	Cd (mg/L)
1	7	0	0	0.033	0.208	0.063	0.394	0.095	0.598
2	7	0	0	0.033	0.209	0.064	0.400	0.095	0.596
3	7	0	0	0.032	0.203	0.064	0.403	0.094	0.590
4	7	0	0	0.033	0.205	0.064	0.401	0.096	0.603
5	7	0	0	0.032	0.203	0.064	0.402	0.095	0.593
6	7	0	0	0.032	0.204	0.063	0.398	0.091	0.570
7	7	0	0	0.032	0.202	0.065	0.409	0.093	0.585
$\bar{X}$					0.2049		0.401		0.5907
SD					0.002673		0.00462		0.010796
%CV (≤ 10%)					1.30		1.15		1.83
% recovery (90-110%)					102.4		100.3		98.5

ผล :

1) ตรวจสอบความแม่น

ได้ % recovery = (102.4 + 100.3 + 98.5) / 3 = 100.4

2) ตรวจสอบความเที่ยง

ได้ % CV = (1.30 + 1.15 + 1.83) / 3 = 1.43

ตารางที่ 14 แสดงผลการควบคุมคุณภาพภายในของการวิเคราะห์แคดเมียมในตัวอย่างข้าว

1) ทำ 2 ซ้ำ (duplicate)

2) เติมสารละลายมาตรฐานของแคดเมียมความเข้มข้น 0.6 มิลลิกรัม/ลิตร

ลำดับที่	ชื่อตัวอย่าง	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	%recovery
1	Rice No.1	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	93.7
2	Rice No.2	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	93.7
3	ข้าวขาว 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	97.8
4	ข้าวขาว 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	98.7
5	ข้าวขาว 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	99.2
6	ข้าวหอมมะลิ 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	98.7
7	ข้าวกล้องมะลิ 1	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	94.2
8	ข้าวหอมมะลิ 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	96.7
9	ข้าวสุกหอมมะลิ	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	96.7
10	ข้าวกล้องมะลิ 2	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	94.2
11	ข้าวขาว 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	96.7
12	ข้าวหอมมะลิ 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	96.8
13	ข้าวชัยนาท 1	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	94.2
14	ข้าวปทุมธานี 1	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	96.5
15	ข้าวตาแห้ง	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	98.5
16	ข้าวหอมมะลิ 100%	น้อยกว่า LOQ	น้อยกว่า LOQ	100.2

<u>หมายเหตุ</u> : แคดเมียม :Limit of Quantitation (LOQ) คือ 0.04 μg/g หรือ mg/kg

ผล :

1) ได้ % recovery อยู่ระหว่าง 93.7 – 100.2 %

2) เปอร์เซ็นต์ความแตกต่างผลการวิเคราะห์ 2 ซ้ำ = 0

ตารางที่ 15 ตัวอย่าง work sheet

Worksheet No. ...../.....

Analysis of .....

Lab No. ..... BS/ .....

Sample name .....

Client's name and address .....

.....Tel.....

Sample description .....

Analyst
Check by
Date

Method code : BIOC-05

1. Balance Id. วศ.กช. 6670-002-0001/23

2. Atomic Absorption Spectrometer Id. วศ.กช. 6635-012-0001/16

3.Muffle Furnace Id.วศ.กช.4430-001-0001/6

Date	Received	Start analysis	Complete analysis	Draft report	Final report

calibration of standard		
No.	..... conc. (mg/L)	Abs ..... nm.
Blank	0.000	
1	0.200	
2	0.300	
3	0.400	
4	0.500	
5	1.000	

Sample Measurement					
		Blank	A	B	C
Weighing bottle + sample [W1]	g				
Weighing bottle [W2]	g				
Weight of sample [W] = [W1 - W2]	g				
Average weight (A-B)	g				
Standard ..... added	µg				
Total volume (V)	ml				
..... in spike sample	mg/L				
Dilution					
Dilution factor (D)					
Absorbance at ..... nm.					
Abs corrected from Blank					
.....conc from cali curve [X]	mg/L				
.....content = X ● (V/W) ● D	mg/kg				
Average ..... cont.	mg/L				
Average ..... cont.	mg/kg				

Q.C. day by day control (accepted recovery range 90-110%)

(1) Cal. ..... content of sam. wt. ..... g mg/L	(2) ..... content (sample+..... added) mg/L	(3) ..... Added mg/L	(4) ..... Founded [= (2)-(1)] mg/L	(5) Recovery %	(6) Accept (Y / N)

Internal Quality Control

Analyst	Worksheet No	..... content (mg/kg)	Deviation between the analysts (%)	Accept (Y / N) [Deviation < 20%]	Remark