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

วศ บร
ชว 19

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

ของ

นายชนินทร์ เลิศคณาวนิชกุล

นักวิทยาศาสตร์ 6ว

เรื่องที่ 2

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ น้ำมัน และ ไขมัน

ผู้ร่วมดำเนินการ

นางภัทรา ปัญญวัฒนกิจ

นักวิทยาศาสตร์ 8ว

กลุ่มกำกับดูแลมาตรฐานห้องปฏิบัติการ

สำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

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

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

ของ

นายชนินทร์ เลิศคณาวนิชกุล

นักวิทยาศาสตร์ 6ว

เรื่องที่ 2

เลขหมู่ วส ยิธ
ลว 19
เลขทะเบียน 13904
วันที่ 31 ส.ค. 49

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ น้ำมัน และ ไขมัน

ผู้ร่วมดำเนินการ

นางภัทรา ปัญญวัฒนกิจ

นักวิทยาศาสตร์ 8ว

กลุ่มกำกับดูแลมาตรฐานห้องปฏิบัติการ

สำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

การศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบน้ำมันและไขมัน ทั้งในเมทริกที่เป็นน้ำกลั่นและน้ำเสีย พารามิเตอร์ที่ใช้ศึกษา ได้แก่ ไอดีแอล เอ็มดีแอล ความแม่น (accuracy) ความเที่ยง (precision) ที่อยู่ในช่วง 5.0 - 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ลิเนียริตี้ (linearity) และการศึกษาเปรียบเทียบการเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำเสียระหว่างวันที่ 1 กับ วันที่ 14

จากการศึกษาพบว่าการทดสอบน้ำมันและไขมันตาม TP.WW.EN.09 มีค่าไอดีแอลเท่ากับ 1.6 มิลลิกรัมต่อลิตร เอ็มดีแอล 3.4 มิลลิกรัมต่อลิตร ณ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 98 ส่วนค่าความแม่นที่คำนวณในรูปของร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ที่ความเข้มข้น 5.0 , 40.0 และ 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ดังนี้ 83.7-95.9 , 85.8-94.1 , 86.9-98.1 ในเมทริกน้ำกลั่น และ 80.8-94.1, 84.7-105.8, 82.1-90.6 ในเมทริกน้ำเสีย (เกณฑ์ที่กำหนดควรอยู่ในช่วงร้อยละ 79-114) ค่าความเที่ยงที่คำนวณในรูปของร้อยละค่ามาตรฐานเบี่ยงเบนสัมพัทธ์คิดเป็นร้อยละ 6.2 , 3.6 , 4.2 ในเมทริกน้ำกลั่น และ 5.7, 7.9 , 3.7 ในเมทริกน้ำเสีย (เกณฑ์กำหนดต้องไม่เกินร้อยละ 10) เมื่อนำผลที่ทดสอบได้ในช่วงความเข้มข้นดังกล่าวมาสร้างกราฟโดยใช้ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำมันและไขมันที่ทดสอบได้กับปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติมโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป หาลิเนียริตี้ ให้ค่าสัมประสิทธิ์เชิงถดถอย เท่ากับ 0.9998 และ 0.9995 ในเมทริกที่เป็นน้ำกลั่นและน้ำเสีย ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าในการทดสอบหาปริมาณไขมันและน้ำมันตาม TP.WW.EN.09 ให้ทั้งค่าความแม่น ความเที่ยงในช่วงความเข้มข้น 5.0 -200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

การศึกษาเปรียบเทียบการเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำเสียของวันที่ 1 กับ วันที่ 14 พบว่าผลการทดสอบปริมาณน้ำมันและไขมันไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ณ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

สารบัญ

		หน้า
บทคัดย่อ		i
สารบัญ		ii-iii
สารบัญตาราง		iv
สารบัญรูปภาพ		v
บทที่ 1	บทนำ	
	1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา	1
	1.2 วัตถุประสงค์การศึกษา	3
	1.3 ขั้นตอนการดำเนินการ	3
	1.4 ขอบเขตของการศึกษา	4
	1.5 ระยะเวลาในการศึกษา	4
	1.6 ประโยชน์ที่ได้รับ	4
บทที่ 2	วารสารปริทัศน์	
	2.1 การประกันคุณภาพ	6
	2.1.1 การควบคุมคุณภาพ	6
	2.1.2 การประเมินคุณภาพ	6
	2.2 พารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบในระบบคุณภาพ	7
	2.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ	9
บทที่ 3	วัสดุอุปกรณ์ เครื่องมือ และวิธีดำเนินการ	
	3.1รูปแบบและแผนดำเนินการ	11
	3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์	11
	3.3 สารเคมีและวิธีการเตรียมสารละลาย	12
	3.4 ขั้นตอนการทดสอบ	13
	3.5 ขั้นตอนดำเนินการการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ	
	3.5.1 ไอดีแอล	14
	3.5.2 เอ็มดีแอล	14
	3.5.3 ความแม่น ความเที่ยง	
	3.5.3.1 ที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	14
	3.5.3.2 ที่ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	15
	3.5.3.3 ที่ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	16

		หน้า
	3.5.4 ลิเนียริตี้	16
	3.6 การศึกษาเปรียบเทียบการเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำเสีย ของวันที่ 1 กับ วันที่ 14	16
บทที่ 4	ผลการทดลอง	
	4.1 ไอดีแอล	18
	4.2 เอ็มดีแอล	18
	4.3 ความแม่น ความเที่ยง	
	4.3.1 ที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	19
	4.3.2 ที่ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	21
	4.3.3 ที่ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	22
	4.4 ลิเนียริตี้	24
	4.5 การศึกษาเปรียบเทียบการเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำเสีย ของวันที่ 1 กับ วันที่ 14	26
บทที่ 5	สรุปผลการศึกษา	29
บทที่6	วิจารณ์ผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	31
เอกสารอ้างอิง		32
กิตติกรรมประกาศ		33
ภาคผนวก		34
ภาคผนวก ก	Method validation (Reccommended minimum number of analyses requirement)	35
ภาคผนวก ข	Criteria for accuracy is dependent on concentration of the analyte and on the method precision (RSD).	36
ภาคผนวก ค	แสดงระดับการยอมรับได้ของการวิเคราะห์สองซ้ำ (Duplicate sample) และการหา% Recovery ในตัวอย่างชนิดต่างๆ	37
ภาคผนวก ง	Analytical parameters that should be considered for different types of analytical procedures	38

สารบัญตาราง

		หน้า
ตารางที่ 4.1	แสดงปริมาณน้ำมันและไขมัน ,มิลลิกรัมต่อลิตร ในน้ำกลั่น	18
ตารางที่ 4.2	แสดงปริมาณน้ำมันและไขมัน,มิลลิกรัมต่อลิตร ในตัวอย่างน้ำเสีย ที่มีความเข้มข้นประมาณ 3 เท่าของค่าไอดีแอล	19
ตารางที่ 4.3	แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในน้ำกลั่น และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	19
ตารางที่ 4.4	แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในน้ำเสีย และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	20
ตารางที่ 4.5	แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในน้ำกลั่น และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	21
ตารางที่ 4.6	แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในน้ำเสีย และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	22
ตารางที่ 4.7	แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในน้ำกลั่น และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	23
ตารางที่ 4.8	แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในน้ำเสีย และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	24
ตารางที่ 4.9	แสดงผลการทดสอบปริมาณน้ำมันและไขมัน ในตัวอย่างน้ำเสียของวันที่ 1 กับวันที่ 14	27

สารบัญรูปภาพ

		หน้า
รูปที่ 3.1	แสดงขั้นตอนทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมันตาม TP.WW.EN.09	13
รูปที่ 4.1	แสดงลิเนียริตี้ของการทดสอบน้ำมันและไขมันในน้ำกลั่น	25
รูปที่ 4.2	แสดงลิเนียริตี้ของการทดสอบน้ำมันและไขมันในน้ำเสีย	25

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

การวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการมีความจำเป็นและมีความสำคัญมาก ทั้งนี้เพื่อนำผลการทดสอบทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพมาใช้ในการตัดสินใจดำเนินงาน ดังนั้นข้อมูลที่ได้ต้องมีทั้งความแม่น (accuracy) และความเที่ยง (precision)

การทดสอบเกี่ยวกับน้ำเสีย เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้ประกอบในการตัดสินใจเกี่ยวกับประสิทธิภาพของระบบบำบัด และปริมาณสิ่งสกปรกต่างๆที่เหลืออยู่ในน้ำทิ้งสุดท้ายก่อนปล่อยออกสู่แหล่งรองรับน้ำทิ้งต่างๆ ดังนั้นผลการทดสอบที่ได้จึงมีความสำคัญอย่างยิ่งต่อการตัดสินใจแก้ไขและเปลี่ยนแปลงระบบบำบัด หรือแม้แต่การนำไปสู่การขยายเพิ่มเติมระบบบำบัดขึ้นใหม่ ทั้งนี้หากผลการทดสอบที่ไม่ถูกต้องอาจนำไปสู่การลงทุนที่ผิดพลาดได้ ดังนั้นการนำข้อมูลที่ถูกต้องมาใช้ จึงป้องกันมิให้เกิดความเสียหายขึ้นภายหลัง ทั้งทางด้าน เศรษฐกิจ สังคม และสิ่งแวดล้อม เป็นต้น

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ (analytical method validation) หมายถึงการจัดทำหลักฐานและเอกสาร ตามหลักการทางวิทยาศาสตร์ เพื่อแสดงว่ากระบวนการที่พิจารณาแล้วเป็นไปตามแนวทางที่ควรจะเป็น ซึ่งอยู่ภายใต้การควบคุมการกำหนดข้อจำกัดการยอมรับได้ของตัวแปร ซึ่งจะทำให้เกิดผลดี ต่อการปฏิบัติงานทดสอบหลายด้าน อาทิ ลดการทำซ้ำ ลดต้นทุนการทดสอบ ลดปริมาณของเสีย ลดค่าใช้จ่าย และใช้เป็นข้อมูลสำหรับการตัดสินใจที่จะดำเนินการต่อหรือหยุดการปฏิบัติการทดสอบเมื่อเกิดสภาวะการแปรเปลี่ยนไปจากที่ควบคุม

น้ำมันและไขมัน (oil and grease) เป็นพารามิเตอร์หนึ่งที่ก่อให้เกิดปัญหามลพิษทางน้ำ เช่น ทำให้เกิดอุบัติเหตุต่อการขนส่งทางเรือในทะเล หรือในแม่น้ำ ทำให้เกิดการบดบังของแสงแดดไม่ให้ส่องผ่านลงไปในน้ำได้สะดวก อันก่อให้เกิดผลเสียต่อการดำรงชีวิตของพืชใต้น้ำซึ่งอาจทำให้ตายได้เมื่อไม่ได้รับแสงแดดเป็นเวลานาน นอกจากนี้ปริมาณออกซิเจนที่ละลายอยู่ในน้ำลดน้อยลง ทั้งนี้เนื่องจากน้ำมันและไขมันที่ลอยเป็นฝาอยู่เหนือผิวน้ำจะทำหน้าที่เป็นเกราะกำบังมิให้มีการละลายของออกซิเจน จากอากาศลงสู่แหล่งน้ำได้ จึงทำให้ปริมาณออกซิเจนละลาย(dissolved oxygen) ลดลง ในลักษณะเช่นนี้อาจส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตในแหล่งน้ำนั้นๆได้

น้ำมันและไขมันทุกชนิดเป็นสารประกอบพวกไฮโดรคาร์บอน เมื่อถูกปล่อยลงสู่แหล่งน้ำย่อมก่อให้เกิดผลกระทบต่อคุณภาพของน้ำทั้งทางด้านกายภาพและทางด้านชีวภาพได้ ทั้งนี้เนื่องจากสารประกอบไฮโดรคาร์บอนบางชนิดละลายน้ำได้ดี จึงทำให้การสังเคราะห์แสงของพืชจำพวกสาหร่ายลดลง นอกจากนี้พบว่าสัตว์จำพวกปลาผิวน้ำและกุ้งหากได้รับสารนี้ประมาณ 1-3 มิลลิกรัมต่อลิตรมากกว่า 96 ชั่วโมงอาจเป็นอันตรายต่อชีวิตได้ ส่วนสัตว์น้ำจำพวก ปลาขนาดเล็ก ปู และหอยแครง หากได้รับสารดังกล่าวปริมาณ 3-8 มิลลิกรัมต่อลิตรเกินกว่า 96 ชั่วโมงก็อาจทำให้เป็นอันตรายถึงชีวิตได้เช่นกัน สารประกอบพวกไฮโดรคาร์บอนนอกจากทำให้คุณภาพของน้ำลดลง ยังเป็นสาเหตุทำให้น้ำไม่เหมาะสมต่อการบริโภคและอุปโภคของมนุษย์ อีกทั้งยังส่งผลเสียต่อแหล่งอาหาร และแหล่งวางไข่ของสัตว์น้ำอีกด้วย น้ำมันและไขมันยังทำลายระบบนิเวศน์ของสัตว์ทะเลให้เปลี่ยนแปลงไป ได้แก่ การล่าเหยื่อ การหนีศัตรู การย้ายที่อยู่ และการสืบพันธุ์ เป็นต้น นอกจากนี้น้ำมันและไขมันยังส่งผลกระทบต่อด้านเศรษฐกิจและสังคม อาทิ การเพาะเลี้ยงสัตว์น้ำ ความเดือดร้อนรำคาญจากคราบน้ำมันตลอดจนการสูญเสียทัศนียภาพที่งดงามตามชายฝั่งทะเล อันเนื่องมาจากคราบสกปรกของน้ำมันและไขมัน เป็นต้น

จากที่กล่าวมาแล้วข้างต้นปริมาณน้ำมันและไขมัน เป็นพารามิเตอร์พื้นฐานที่สำคัญต่อการจัดการและแก้ไขปัญหาทางสิ่งแวดล้อม ดังนั้นจึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งต้องทำให้มั่นใจในผลทดสอบที่ได้มีทั้ง ความเที่ยง และ ความแม่น การตรวจสอบความใช้ของวิธีทดสอบ เป็นส่วนหนึ่งของข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและสอบเทียบตาม ไอเอสโอ/ไออีซี 17025 ข้อ 5.4.5 ที่ว่าด้วยห้องปฏิบัติการใดที่มีการดัดแปลงวิธีมาตรฐานโดยการนำวิธีทดสอบของ Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater,AWWA ,APHA, 19th ed 1995 รวมกับ US EPA Method 1664 เพื่อให้ได้วิธีทดสอบที่สมบูรณ์มากขึ้น อีกทั้งยังได้ค่าต่ำสุดที่มีทั้งความแม่นและความเที่ยง ซึ่งเป็นค่าต่ำสุดของวิธีทดสอบและเป็นค่าต่ำสุดที่กำหนดในกฎหมายมาตรฐานน้ำทิ้ง นอกจากนี้ทำให้ได้ข้อมูลเบื้องต้นจำนวนหนึ่งมาใช้ประกอบการตัดสินใจว่าจะดำเนินการทดสอบต่อไปหรือไม่ เมื่อเกิดสภาวะการเปลี่ยนแปลงไปจากที่ควบคุม ดังนั้นผู้ศึกษาเห็นว่าควรจัดทำการตรวจสอบความใช้ได้วิธีทดสอบน้ำมันและไขมันขึ้น เพื่อใช้เป็นส่วนประกอบส่วนหนึ่ง ในการตรวจประเมินห้องปฏิบัติการสำหรับการทดสอบน้ำมันและ ไขมัน ตาม ไอเอสโอ/ไออีซี 17025 เพื่อให้เกณฑ์การ

ตรวจประเมินเป็นไปในทิศทางเดียวกัน

1.2. วัตถุประสงค์ของการศึกษา

1.2.1 เพื่อจัดทำการตรวจสอบความใช้ได้วิธีทดสอบน้ำมันและไขมัน พารามิเตอร์ ที่ใช้ศึกษามีดังต่อไปนี้

1.2.1.1 ไอดีแอล (IDL = instrument detection level)

1.2.1.2 เอ็มดีแอล (MDL= method of detection limit)

1.2.1.3 ความแม่น (accuracy) และ ความเที่ยง(precision) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ดังต่อไปนี้

ก. ที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ข. ที่ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค. ที่ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.2.1.4 ลิเนียร์ลิตี้ (linearity)

1.2.2 ศึกษาเปรียบเทียบการเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำเสียของวันที่ 1 กับ วันที่ 14

1.3 ขั้นตอนการดำเนินการ

1.3.1 รวบรวมเอกสารที่เกี่ยวข้อง พร้อมทั้งทำความเข้าใจกับพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ

1.3.2 วางแผนดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ เช่น ทำการคำนวณหาปริมาตรตัวอย่างน้ำเสียที่ต้องใช้ ติดต่อหาแหล่งเก็บตัวอย่างน้ำเสีย เป็นต้น

1.3.3 ทำการทดสอบหาค่าไอดีแอล เอ็มดีแอล ความแม่น ความเที่ยง ณ ที่ความเข้มข้นต่างๆ ตามขอบเขตที่กำหนดไว้ในกระบวนการทดสอบมาตรฐาน

1.3.4 คำนวณผลการทดสอบแล้วหาค่าความแม่น ความเที่ยงของตัวอย่างในรูปร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ และ ร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ตามลำดับ

1.3.5 นำผลทดสอบที่ได้จากข้อ1.3.4 ณ ที่ความเข้มข้นต่างๆ มาหาลิเนียริตี้ เพื่อตรวจสอบหาความแม่นและความเที่ยงของกระบวนการทดสอบ

1.3.6 ทำการศึกษาเปรียบเทียบการเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำเสีย ของวันที่ 1 กับวันที่ 14

1.3.7 สรุป วิจารณ์ผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

1.3.8 จัดทำรูปเล่ม

1.4 ขอบเขตของการศึกษา

1.4.1 การทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมันโดยวิธีพาร์ติชันกราวิเมทริก (Partion Gravimetric method)

1.4.2 เมทริก ที่ใช้ศึกษาใช้เฉพาะ น้ำกลั่นและน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม

1.4.3 ความเข้มข้นที่ใช้ในการศึกษาอยู่ในช่วง 5.0 – 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.4.4 สารมาตรฐานที่ใช้แทนการวัดปริมาณน้ำมันและไขมันคือ กรดสเตียริก และเฮกซะเด็กเคน

1.4.5 น้ำมันและไขมันที่ทดสอบนี้หมายถึงไขมันของกลุ่ม น้ำมันและไขมันที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งสามารถละลายได้ในตัวทำละลายเฮกเซน (n-Hexane) เท่านั้น

1.5 ระยะเวลาในการศึกษา 11 มกราคม 2542 ถึง 27 ธันวาคม 2545

1.6 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.6.1 ทำให้ได้กระบวนการทดสอบมาตรฐานที่มีการตรวจสอบ ทั้งความแม่นและความเที่ยง ของการทดสอบน้ำมันและไขมัน

1.6.2 ทำให้เกิดความมั่นใจแก่ผู้ทดสอบและผู้ใช้บริการ

1.6.3 ทำให้ได้ระบบควบคุมคุณภาพของการทดสอบ คือสามารถใช้ติดตามตรวจสอบผลทดสอบที่ได้ในระหว่างการทดสอบ

1.6.4 ทำให้ได้ข้อมูลที่มีคุณภาพเป็นที่ยอมรับและใช้เป็นข้อโต้แย้งทางกฎหมายได้

1.6.5 ทำให้มั่นใจว่าเครื่องมือหรืออุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบมีความเหมาะสมและพร้อมใช้งาน

1.6.6 ทำให้ลดต้นทุนการทดสอบ ลดการทำซ้ำ ลดปริมาณของเสีย และลดปริมาณงานที่ปลายทาง

1.6.7 ทำให้ผู้บริหารสามารถตรวจติดตามข้อผิดพลาด และสามารถดำเนินการแก้ไขปัญหาได้อย่างรวดเร็ว

1.6.8 ทำให้สามารถนำข้อมูลที่ได้มาใช้ในการหาค่าความไม่แน่นอนของการวัดได้ ซึ่งเป็นข้อกำหนดทางด้านวิชาการข้อหนึ่งตาม ไอเอสโอ/ไออีซี 17025

1.6.9 ทำให้นำข้อมูลที่ได้มาใช้สร้างแผนภูมิควบคุมเบื้องต้น เพื่อใช้ตรวจติดตามแก้ปัญหาผลการทดสอบได้

บทที่ 2
วารสารปริทัศน์

2.1 การประกันคุณภาพ (quality assurance) ตาม ไอเอสโอ 8402-1986 หมายถึง กิจกรรม หรือการกระทำที่มีระเบียบแบบแผน เพื่อสร้างความเชื่อมั่น หรือให้ข้อพิสูจน์ว่าผลิตภัณฑ์หรือการบริการนั้นๆมีคุณภาพตรงตามที่กำหนดทุกประการ ซึ่งประกอบด้วย 2 กิจกรรมคือ

2.1.1 การควบคุมคุณภาพ (quality control) หมายถึง เทคนิค วิธีการหรือกิจกรรมต่างๆ ที่กระทำขึ้น เพื่อให้ ผลิตภัณฑ์หรือการบริการนั้นๆมีคุณสมบัติตรงตามคุณภาพที่กำหนดทุกประการ สำหรับคุณภาพที่เกี่ยวข้องกับห้องปฏิบัติการทดสอบตีความหมายได้ 3 ระดับคือ

2.1.1.1 คุณภาพของข้อมูล ผลการทดสอบ ซึ่งได้แก่ ความถูกต้องของข้อมูลนั้นๆ

2.1.1.2 คุณภาพของวิธีการทดสอบ อันได้แก่ ความแม่นและความเที่ยงของวิธีทดสอบ

2.1.2.3 คุณภาพของระบบการทดสอบ ซึ่งหมายถึงองค์ประกอบรวมทั้งหมดที่มีผลต่อผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการ โดยทั่วไปประกอบด้วย 2 ส่วน คือ คน หรือบุคลากรที่ปฏิบัติงาน และสิ่งของ เช่น เครื่องมือ ห้องปฏิบัติการ สารเคมี สารมาตรฐาน เครื่องแก้วต่างๆ สภาวะอุณหภูมิในการเก็บรักษาตัวอย่าง เป็นต้น

การควบคุมคุณภาพในด้านที่เกี่ยวข้องกับการควบคุมห้องปฏิบัติการ (quality control laboratories) หมายถึงการดำเนินงาน หรือปฏิบัติการทั้งหลายในห้องปฏิบัติการที่กระทำ เพื่อประกันว่าข้อมูลที่ตรวจวัดได้อยู่ในขอบเขตความเที่ยง และความแม่นตามมาตรฐานที่กำหนดไว้ทุกประการ

2.1.2 การประเมินคุณภาพ (quality assessment) เป็นการประเมินทั้งระบบเพื่อยืนยันเชิงคุณภาพว่าระบบมีประสิทธิภาพเป็นไปตามที่กำหนดไว้หรือไม่ ซึ่งต้องดำเนินการอย่างต่อเนื่องตามระบบคุณภาพ

การประกันคุณภาพในส่วนที่เกี่ยวข้องกับการควบคุมห้องปฏิบัติการ หมายถึงระบบดำเนินการที่ห้องปฏิบัติการใช้เป็นหลักปฏิบัติการ ด้วยความระมัดระวังเพื่อสร้างความมั่นใจให้กับลูกค้า และสามารถบอกได้ว่าข้อมูลที่มาจากห้องปฏิบัติการมีคุณภาพและเชื่อถือได้จริง โดยมีเอกสารแสดงให้เห็นว่าวิธีการทดสอบเป็นไปตามเอกสารที่

เขียนไว้จริง ข้อมูลที่ได้มีการบันทึก และรายงานไว้ถูกต้องตรงตามตัวอย่างที่ได้รับ ไม่มีข้อผิดพลาดในการบันทึก หรือรายงาน ซึ่งข้อมูลทุกชนิดสามารถติดตามย้อนกลับเพื่อหาที่มาได้สะดวกและรวดเร็ว

2.2 พารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในการตรวจสอบความใช้ได้ในระบบควบคุม คุณภาพ

2.2.1 ไอดีแอล คือปริมาณความเข้มข้นที่ให้ค่าสัญญาณมากกว่า 3 เท่าค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของ น้อยซ์ เลเวล (Noise level = 3 S_0) ซึ่งสามารถหาได้จากการวัดค่าของการทดสอบในน้ำกลั่นหลายๆ ซ้ำ แล้วคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน จากนั้นนำไปคำนวณหาค่าไอดีแอล ได้จากสูตร

$$\text{ไอดีแอล} = \frac{\text{3เท่าค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ยของสัญญาณ}}$$

2.2.2 ลิมิต อ๊อฟ ดีเท็คชัน (limit of detection หรือ limit of determination) หมายถึงปริมาณของสิ่งที่ต้องการวัดที่น้อยสุดที่สามารถตรวจพบได้ แต่ไม่จำเป็นที่จะต้องเชื่อถือได้ในสภาวะทดสอบนั้นๆ ซึ่งสามารถหาได้หลายวิธีเช่น

2.2.2.1 ทำการทดสอบแบลงค์ตัวอย่าง (sample blank) หลายซ้ำ ประมาณ 20 ซ้ำ แล้ว คำนวณหาค่าได้จากสูตร

$X_{LOD} = X_{bl} + kS_{bl}$

X_{LOD} = ลิมิต อ๊อฟ ดีเท็คชัน

X_{bl} = ค่าเฉลี่ยของการทดสอบแบลงค์ตัวอย่าง

K = ค่าคงที่ ณ ที่ระดับความเชื่อมั่นหนึ่งๆ ซึ่งขึ้นกับจำนวนของแบลงค์ตัวอย่างที่วัด

S_{bl} = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของแบลงค์ตัวอย่าง

2.2.2.2 ทำการทดสอบหาสิ่งที่ต้องการวัดในตัวอย่างนั้นๆ โดยมีวิธีดังนี้

* เตรียมตัวอย่างให้มีความเข้มข้นประมาณ 3-5 เท่า ของ ไอดีแอล
* วิเคราะห์หาปริมาณอย่างน้อย 7 ซ้ำ ตามวิธีทดสอบนั้นๆ
* คำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
* คำนวณหาค่าเอ็มดีแอลจากสูตร

เอ็มดีแอล = t x ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$t_{6\ ,0.01}$ = องศาอิสระ = 3.143 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ98 เมื่อจำนวนซ้ำ ของการทดสอบ เท่ากับ 7 ซ้ำ

2.2.3 ลิมิต อ๊อฟ ควอนติเตชัน (limit of quantitation ,แอลโอคิว, LOQ) หมายถึงปริมาณต่ำสุดของสิ่งที่ต้องการวัด ที่ให้ค่าความแม่นและความเที่ยง ที่อยู่ในเกณฑ์การยอมรับได้ โดยทั่วไปหาได้จากสูตร

แอลโอคิว = 10 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

2.2.4 ความแม่น (accuracy) เป็นการบอกถึงความใกล้เคียงระหว่างค่าที่ทดสอบกับค่าที่แท้จริง (true value) ถ้ามีค่าใกล้เคียงกันมาก ก็แสดงว่าไม่มีความผิดพลาดในการทดสอบ หรือถ้ามีก็มีน้อยมาก โดยทั่วไปคำว่า ความแม่น แสดงค่าในรูปของร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ (% recovery) โดยคำนวณได้จากสูตร

ร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ = $\frac{\text{ปริมาณที่ทดสอบได้ X100}}{\text{ค่าจริง}}$

หรือ ร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณออนสไปต์ (% spiked recovery)

= $\frac{[\{\text{ปริมาณความเข้มข้นในตัวอย่าง +ปริมาณที่สไปต์}\}-\text{ปริมาณความเข้มข้นในตัวอย่าง }]\text{X100}}{\text{ปริมาณที่สไปต์}}$

สำหรับในการศึกษาครั้งนี้ได้กำหนดเกณฑ์ความแม่นของผลทดสอบ ในรูปของร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ หรือ ร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณออนสไปต์ อยู่ในช่วงร้อยละ 79-114 (US EPA Method 1664)

2.2.5 ความแม่น (precision) เป็นการบอกถึงความใกล้เคียงของกลุ่มข้อมูลที่ทดสอบซ้ำกันหลายๆครั้ง หรือทำการทดสอบซ้ำกับหลายๆตัวอย่าง เพื่อหาค่าการเบี่ยงเบนของการทดสอบซ้ำ ถ้ากลุ่มของข้อมูลชุดใดมีค่าการเบี่ยงเบนสูงแสดงว่าข้อมูลชุดนั้นมีความต่างกันมากในการทดสอบซ้ำ ซึ่งหมายถึงการทดสอบซ้ำมีความเที่ยงต่ำ (low precision) และถ้าหากว่าข้อมูลชุดใดมีค่าการเบี่ยงเบนน้อยก็แสดงว่าข้อมูลชุดนั้นมีความแตกต่างกันน้อยในการทดสอบซ้ำ หรือกล่าวได้ว่าการทดสอบซ้ำนี้มีความเที่ยงสูง (high precision) โดยทั่วไปค่าความเที่ยงของวิธีทดสอบมักจะแสดงในรูปของสัมประสิทธิ์ความผันแปร (coefficient of variation,CV) หรือ ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (relative standard deviation,RSD) คำนวณหาได้จากสูตร

ร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน X 100
ค่าเฉลี่ย

2.2.6 รีโพรดิวซ์ซิบิลิตี้ (reproducibility) และ รีพีทอะบิลิตี้ (repeatability) หมายถึงการแสดงความผันแปรของการทดสอบที่ได้แต่ละครั้ง แต่คำสองคำนี้มีความหมายแตกต่างกันเพียงเล็กน้อย กล่าวคือ รีโพรดิวซ์ซิบิลิตี้ หมายถึงการแสดงความผันแปรของผลการทดสอบที่กระทำโดยวิธีการทดสอบวิธีเดียวกัน ตัวอย่างชนิดเดียวกัน แต่ทว่าเป็นการทดสอบภายใต้สภาวะการณ์ที่แตกต่างกัน เช่น ผู้ทดสอบเป็นคนละคนกัน ห้องปฏิบัติการทดสอบต่างกัน เวลาที่ใช้ในการทดสอบก็แตกต่างกันออกไป เป็นต้น ส่วนคำว่า รีพีทอะบิลิตี้ นั้นหมายถึงการแสดงความผันแปรของการทดสอบที่กระทำโดยวิธีการทดสอบวิธีเดียวกัน ตัวอย่างชนิดเดียวกัน การทดสอบภายใต้สภาวะแวดล้อมเดียวกัน ผู้ทดสอบเป็นคนเดียวกัน

2.2.7 ลิเนียริตี้ (linearity) เป็นการแสดงความสามารถของวิธีทดสอบซึ่งให้ผลการวิเคราะห์ที่เป็นสัดส่วนกันในช่วงความเข้มข้นที่กำหนด ซึ่งมีทั้งความเที่ยงและความแม่นของวิธีทดสอบโดยดูจากค่าสัมประสิทธิ์เชิงถดถอย (regressive coefficient ,r) อยู่ในช่วง 0.995-1.000 (เกณฑ์กำหนดตาม NATA) ในการศึกษาครั้งนี้ได้หาค่าสัมประสิทธิ์เชิงถดถอยโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป

2.3 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการทดสอบ

ดรัก ไดเร็คตอเรท ไกด์ไลน์ (Drug Directorate Guidelines) ซึ่งจัดทำโดย Ministry of National Health and Welfare ของประเทศแคนาดา ได้จำแนกการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการทดสอบออกเป็น 3 กลุ่มดังนี้

2.3.1 คอมพลีท วาลิเดชัน (complete validation) ใช้สำหรับวิธีใหม่ไม่ว่าจะเป็นวิธีที่โรงงานพัฒนาขึ้น หรืออาจดัดแปลงมาจากวิธีที่คล้ายคลึงกันตามเอกสารหรือวารสารทางวิชาการ

2.3.2 พาเชียล วาลิเดชัน (partial validation) ใช้กับวิธีที่มีการตีพิมพ์ในเอกสารหรือวารสารทางวิชาการ

2.3.3 พาเชียล รีวาลิเดชัน (partial revalidation) ใช้กับวิธีที่เคยใช้มาแล้ว แต่ต่อมามีการเปลี่ยนแปลงซึ่งการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวอาจมีผลต่อการทดสอบหรือค่าที่วัดได้ เช่นกรณีมีการเปลี่ยนแปลงวิธีการเพียงบางส่วนเพื่อความเหมาะสมและรวดเร็ว หรือมี

การเปลี่ยนสารเคมีที่ใช้เพื่อความเหมาะสม หรืออาจหาสารที่ระบุไว้ไม่ได้แล้วและมีการใช้สารเคมีตัวอื่นมาทดแทน หรือมีการเปลี่ยนเครื่องมือหรือมีการเปลี่ยนคุณภาพของสารเคมีที่ใช้ในการทดสอบ เป็นต้น

นอกจากนี้ใน ยูราเค็ม ไกด์ (Eurachem guide) "The Fitness for Purpose of Analytical methods" ได้อธิบายว่าในวิธีทดสอบหนึ่งๆ จะต้องทำการตรวจสอบความใช้ได้ด้วยเหตุผลดังต่อไปนี้

1. เมื่อมีการพัฒนาวิธีทดสอบใหม่
2. เมื่อพบการเปลี่ยนแปลงในระบบควบคุมคุณภาพ
3. วิธีทดสอบที่มีการในใช้ห้องปฏิบัติการต่างกัน หรือผู้ทดสอบต่างกัน หรือใช้เครื่องมือต่างกัน เป็นต้น
4. เมื่อต้องการมีการเปรียบเทียบผลระหว่างสองวิธี เช่น ระหว่างวิธีใหม่กับวิธีที่เป็นมาตรฐาน
5. เมื่อพบปัญหาใหม่เกิดขึ้นระหว่างมีการใช้วิธีทดสอบนั้นๆ

บทที่ 3
การดำเนินการ

3.1 รูปแบบและแผนดำเนินการ

เป็นการศึกษาเชิงทดลองในห้องปฏิบัติการ เพื่อศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบน้ำมันและไขมัน มีหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับการศึกษาครั้งนี้ได้เก็บตัวอย่างจากบ่อบำบัดน้ำเสียหลังผ่านระบบบำบัดจากองค์การเภสัชกรรมจำนวน 80 ลิตร เพื่อใช้เป็นประกอบส่วนหนึ่งในการรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการทดสอบและสอบเทียบ และใช้เป็นแนวทางสำหรับผู้ประเมินห้องปฏิบัติการทดสอบ ตามไอเอสโอ/ไออีซี 17025 ของกลุ่มงานสิ่งแวดล้อม โครงการฟิสิกส์และวิศวกรรม

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.2.1 เครื่องชั่งละเอียด อ่านทศนิยมได้อย่างน้อย 4 ตำแหน่ง

3.2.2 ตู้อบ

3.2.3 เดสิกเกเตอร์

3.2.4 กรวยแยกขนาด 2000 ลบ.ซม.

3.2.5 วอลุมเมตริก ปิเปตขนาด 5 , 25 ลบ.ซม.

3.2.6 แกรดุเอต ปิเปตขนาด 2 ลบ.ซม.

3.2.7 ขวดแก้ววัดปริมาตรขนาด 250 ลบ.ซม.

3.2.8 เครื่องระเหยสุญญากาศที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้

3.2.9 ลูกยางสำหรับใช้กับปิเปต

3.2.10 กระดาษกรอง นัมเบอร์ 40 หรือเทียบเท่า

3.2.11 ช้อนตักสารเคมี

3.2.12 ลวดเย็บกระดาษ

3.2.13 พีเอช เปเปอร์(ชนิดแถบ) ที่สามารถอ่านค่าความเป็นกรดด่างได้ 0-14

3.2.14 ขวดกลั่นขนาด 250 ลบ.ซม.

3.2.15 กระบอกตวง (cylinder) ขนาด 50 , 500 และ 1000 ลบ.ซม.

3.2.16 บีเกอร์ขนาด 50 และ 1000 ลบ.ซม.

3.3 สารเคมีและการเตรียมสารละลาย

3.3.1 สารมาตรฐาน กรดสเตียริก (Stearic acid) ความบริสุทธิ์ ร้อยละ 95

3.3.2 สารมาตรฐานเฮกซะเด็กเคน (Hexadecane) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98

3.3.3 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น(เออาร์ เกรด)

3.3.4 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1:1 ตวงกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (3.3.3) ด้วยกระบอกตวงปริมาตร 500 ลบ.ซม. ใส่ลงในน้ำกลั่น 500 ลบ.ซม.

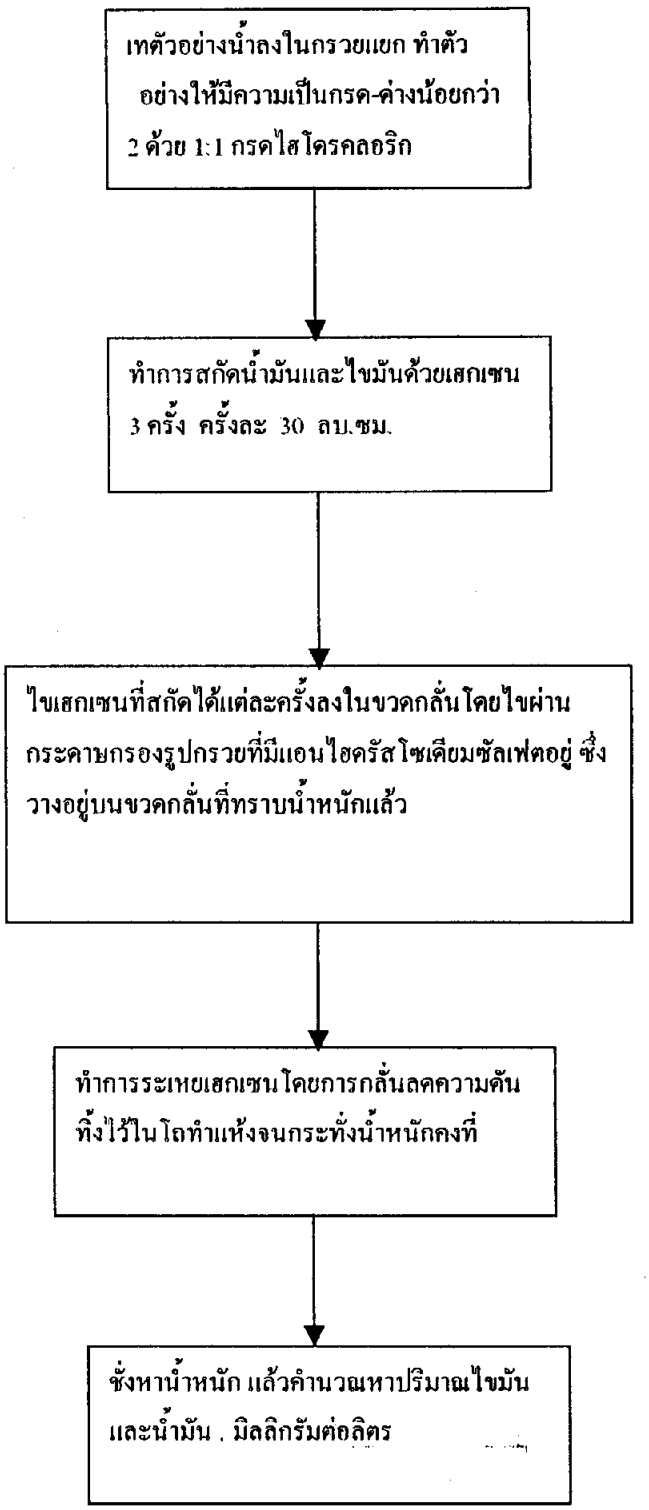
3.3.5 แอซีโตน (เออาร์ เกรด :AR Grade)

3.3.6 โซเดียมซัลเฟต แอนไฮดรัส(เออาร์ เกรด) และ เฮกเซน(เออาร์ เกรด)

3.3.7 เฮกเซน (n- Hexane)

3.3.7 การเตรียมสารละลายมาตรฐานน้ำมันและไขมัน ชั่งสารมาตรฐานกรดสเตียริก (3.3.1) สารมาตรฐานเฮกซะเด็กเคน(3.3.2) อย่างละ 1.0000 $\pm$0.0001 กรัม ละลายด้วยแอซีโตน (3.3.4) แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 250 ลบ.ซม.ในขวดแก้ววัดปริมาตรด้วยแอซีโตน (3.3.4) สารละลายที่ได้ คิดเป็นปริมาณน้ำมันและไขมัน 40 มิลลิกรัมต่อลิตร

3.4 ขั้นตอนการทดสอบน้ำมันและไขมัน



<u>รูปที่ 3.1</u> แสดงขั้นตอนวิธีทดสอบน้ำมันและไขมัน ตาม TP.WW.EN.09

3.5 ขั้นตอนการดำเนินการการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ

3.5.1 ไอดีแอล ทำการทดสอบหาปริมาณน้ำมัน และไขมันโดยใช้น้ำกลั่นแทนตัวอย่างทดสอบตาม ตาม TP.WW.EN.09 จำนวน 10 ซ้ำ แล้วคำนวณหาปริมาณน้ำมันและไขมัน, มิลลิกรัมต่อลิตร หาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจากนั้นคำนวณหาค่า ไอดีแอล จากสูตร

$$\text{ไอดีแอล} = \frac{\text{3เท่าของค่าความเบียงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}}$$

3.5.2 เอ็มดีแอล นำตัวอย่างน้ำเสีย ที่มีความเข้มประมาณ 3 เท่าของไอดีแอล แล้วทำการทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมัน 7 ซ้ำ ตาม TP.WW.EN.09 หาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานคำนวณจาก เอ็มดีแอลได้จากสูตร

$$\text{เอ็มดีแอล} = 3.143 \times \text{ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน}$$

3.5.3 ความแม่น และ ความเที่ยง

<u>3.5.3.1 ที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร</u>

ก. เติมสารละลายมาตรฐานข้อ 3.3.7 ให้มีความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในน้ำกลั่น 1000 มิลลิลิตร แล้วทดสอบตาม TP.WW.EN.09 โดยทดสอบ 7 ซ้ำ คำนวณหาร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ

ข.ทำการทดสอบหาปริมาณน้ำมันและ ไขมันตัวอย่างน้ำเสียทดสอบตาม TP.WW.EN.09 โดยทดสอบ 7 ซ้ำ คำนวณหาร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ

ค. เติมสารละลายมาตรฐานข้อ 3.3.7 ให้มีความเข้มข้น 5.0มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในตัวอย่างน้ำเสีย แล้วทดสอบตาม TP.WW.EN.09 โดยทดสอบ 7 ซ้ำ คำนวณหาร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ

คำนวณหาค่าความแม่นได้จากสูตร

ร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ =

[(ปริมาณน้ำมันและไขมันในตัวอย่าง+น้ำมันและไขมันที่เติม)- ปริมาณน้ำมันและไขมันในตัวอย่าง]x100

ปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติม

คำนวณหาค่าความเที่ยงได้จากสูตร

ร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน x 100

ค่าเฉลี่ย

3.5.3.2 ที่ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ก. เติมสารละลายมาตรฐานข้อ 3.3.7 ให้มีความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในน้ำกลั่น 1000 ลบ.ซม. แล้วทดสอบตาม TP.WW.EN.09 โดยทดสอบ 7 ซ้ำ คำนวณหาร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ

ข. ทำการทดสอบหาปริมาณน้ำมัน และไขมันตัวอย่างน้ำเสีย ทดสอบตาม TP.WW.EN.09 โดยทดสอบ 7 ซ้ำ คำนวณหาร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ

ค. เติมสารละลายมาตรฐานข้อ 3.3.7 ให้มีความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในตัวอย่างน้ำเสีย แล้วทดสอบตาม TP.WW.EN.09 ทดสอบ 7 ซ้ำ คำนวณหาร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ

คำนวณหาค่าความแม่นได้จากสูตร

ร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ =

[(ปริมาณน้ำมันและไขมันในตัวอย่าง+น้ำมันและไขมันที่เติม)- ปริมาณน้ำมันและไขมันในตัวอย่าง]x100

ปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติม

คำนวณหาค่าความเที่ยงได้จากสูตร

ร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน x 100

ค่าเฉลี่ย

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

3.5.3.3 ที่ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ก. เติมสารละลายมาตรฐานข้อ 3.3.7 ให้มีความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในน้ำกลั่น 1000 ลบ.ซม. แล้วทดสอบตาม TP.WW.EN.09 โดยทดสอบ 7 ซ้ำ คำนวณหาร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ

ข. ทำการทดสอบหาปริมาณน้ำมันและ ไขมันตัวอย่างน้ำเสียทดสอบตาม TP.WW.EN.09 โดยทดสอบ 7 ซ้ำ คำนวณหาร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ

ค. เติมสารละลายมาตรฐานข้อ 3.3.7 ให้มีความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในตัวอย่างน้ำเสีย แล้วทดสอบตาม TP.WW.EN.09 โดยทดสอบ 7 ซ้ำ คำนวณหาร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ และร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ

คำนวณหาค่าความแม่นได้จากสูตร

ร้อยละการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ =

$$\frac{[(\text{ปริมาณน้ำมันและไขมันในตัวอย่าง} + \text{น้ำมันและไขมันที่เติม}) - \text{ปริมาณน้ำมันและไขมันในตัวอย่าง}] \times 100}{\text{ปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติม}}$$

คำนวณหาค่าความเที่ยงได้จากสูตร

$$\text{ร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์} = \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน} \times 100}{\text{ค่าเฉลี่ย}}$$

3.5.4 ลิเนียริตี้ (linearity) พล็อตกราฟโดยใช้ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติมที่ความเข้มข้น 5.0 , 40.0 และ 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร กับปริมาณน้ำมันและไขมันที่ทดสอบได้ มีหน่วยเป็น มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป หาค่าสัมประสิทธิ์ความถดถอย (regressive coefficient) เพื่อหาความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของน้ำมันและไขมันในช่วงความเข้มข้น 5.0 – 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร(เกณฑ์กำหนดตาม NATA เท่ากับ 0.995 – 1.000)

3.5.5 การศึกษาเปรียบเทียบการเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำเสีย ของ วันที่ 1 กับวันที่ 14 โดยใช้สถิติ ณ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

3.5.5.1 ทำการทดสอบ น้ำมัน และไขมัน โดยทำการทดสอบ วันที่ 1 ตาม TP.WW.EN.09 จำนวน 10 ซ้ำ

3.5.5.2 เก็บตัวอย่างในตู้เย็นที่สามารถควบคุมอุณหภูมิ ได้น้อยกว่า หรือ เท่ากับ 4 องศาเซลเซียส ไว้เป็นเวลา 14 วัน จำนวน 10 ขวด

3.5.5.3 นำตัวอย่างในข้อ 3.5.5.2 ทำการทดสอบ น้ำมัน และ ไขมัน โดยทำการทดสอบ TP.WW.EN.09 จำนวน 10 ซ้ำ

3.5.5.4 นำผลทดสอบน้ำมัน และไขมัน ที่ได้ในวันที่ 1 กับ วันที่ 14 มาเปรียบเทียบผลโดยใช้สถิติเพื่อหาความแตกต่าง ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

บทที่ 4

ผลการทดลอง

จากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบตาม TP.WW.EN.09 พารามิเตอร์ที่ใช้ตรวจสอบมีดังนี้ ไอดีแอล เอ็มดีแอล ความแม่น ความเที่ยง ลิเนียลิตี้ และ การศึกษาการเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำเสีย ของ วันที่ 1 กับ วันที่ 14 ซึ่งผลการทดลองแสดงดังรายละเอียดต่อไปนี้

4.1 ไอดีแอล ผลกาทดลองแสดง ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงปริมาณน้ำมัน และ ไขมัน, มิลลิกรัมต่อลิตร ในน้ำกลั่น

ครั้งที่	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
ปริมาณน้ำมันและไขมัน, มก.ต่อลิตร	0.3	0.9	0.8	1.3	0.1	1.0	0.48	0.7	1.26	1.40

นำปริมาณน้ำมันและไขมันที่ได้ทั้ง 10 ค่า มาคำนวณหาค่า ความเบี่ยงเบนมาตรฐานจากนั้นคำนวณหาค่า ไอดีแอล ได้ โดยคำนวณจากสูตร

$$\text{ไอดีแอล} = \frac{\text{3เท่าของค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}}$$

$$\text{ไอดีแอล} = 1.6 \quad \text{มิลลิกรัมต่อลิตร}$$

จากผลการทดลองพบว่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถทดสอบปริมาณน้ำมันและไขมันได้ที่ความเข้มข้น 1.6 มิลลิกรัมต่อลิตร

4.2 เอ็มดีแอล นำตัวอย่างน้ำเสีย ที่มีความเข้มประมาณ 3 เท่าของไอดีแอล แล้วทำการวิเคราะห์หาปริมาณ น้ำมันและไขมัน 7 ซ้ำ ตาม TP.WW.EN.09 รายละเอียดแสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงปริมาณน้ำมันและไขมัน ,มิลลิกรัมต่อลิตร ในตัวอย่างน้ำเสียที่มีความเข้มข้นประมาณ 3 เท่าของค่าไอดีแอล

ครั้งที่	1	2	3	4	5	6	7
ปริมาณน้ำมันและไขมัน ,มก.ต่อลิตร	6.94	6.93	7.16	4.99	4.88	5.24	4.86

เอ็มดีแอล = 3.4 มิลลิกรัมต่อลิตร

จากการทดลองทดสอบหา ปริมาณน้ำมันและไขมันในตัวอย่างน้ำเสียตาม TP.WW.EN.09 ตรวจพบค่าเอ็มดีแอลได้ที่ความเข้มข้น 3.4 มิลลิกรัมต่อลิตร ณ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 98

4.3 ความแม่น และ ความเที่ยง

4.3.1 ที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร จากการทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริกน้ำกลั่นและน้ำเสียรายละเอียดแสดงดังตารางที่ 4.3 และ 4.4 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.3 แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริกน้ำกลั่น และร้อยละของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติม , มิลลิกรัมต่อลิตร	ปริมาณน้ำมันและไขมันที่สกัดได้ , มิลลิกรัมต่อลิตร	การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ, ร้อยละ
4.9	4.71	95.9
4.9	4.10	83.7
4.9	4.52	91.8
4.9	4.44	89.8
4.9	4.15	83.7
4.9	4.10	83.7
4.9	4.70	95.9

จากการทดลองความเที่ยงหาได้ดังนี้

ค่าเฉลี่ย = 4.37 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน = 0.27 มิลลิกรัมต่อลิตร

$$\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์, ร้อยละ} = \frac{0.27 \times 100}{4.37}$$

$$= 6.29$$

จากผลการทดลองที่ได้นำมาหาค่าความเที่ยงของการทดสอบที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ของวิธีทดสอบโดย คำนวณเป็น ร้อยละ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ 6.3 (เกณฑ์กำหนดไม่เกินร้อยละ 10) และ ความแม่นของการทดสอบโดยคำนวณในรูปของ การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณได้ อยู่ในช่วงร้อยละ 83.7 - 95.9 (เกณฑ์กำหนดร้อยละ 79 – 114 ตาม US EPA Method 1664)

ตารางที่ 4.4 แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริกน้ำเสีย และร้อยละของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติม , มิลลิกรัมต่อลิตร	ปริมาณน้ำมันและไขมันที่สกัดได้ ,มิลลิกรัมต่อลิตร	การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ , ร้อยละ
4.58	4.31	94.1
4.58	4.18	91.2
4.58	3.70	80.8
4.58	3.90	85.2
4.58	4.09	89.3
4.58	4.06	88.6
4.58	3.74	81.7

จากการทดลองหาความเที่ยงได้ดังนี้

ค่าเฉลี่ย = 4.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน = 0.226 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ,ร้อยละ = 5.7

จากผลการทดลองที่ได้นำมาหาค่าความเที่ยงที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ของวิธีทดสอบโดย คำนวณเป็นค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 5.7 (เกณฑ์กำหนดไม่เกินร้อยละ 10) และ ความแม่นของวิธีทดสอบโดย คำนวณในรูปของ การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณอยู่ในช่วงร้อยละ 80.8- 94.1 (เกณฑ์กำหนด ร้อยละ 79 – 114 ตาม US EPA Method 1664)

4.3.2 ที่ความเข้มข้น 40 มิลลิกรัมต่อลิตร จากการทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริกน้ำกลั่นและน้ำเสีย รายละเอียดแสดงดังตารางที่ 4.5 และ 4.6 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.5 แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริกน้ำกลั่น และร้อยละของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ที่ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติม ,มิลลิกรัมต่อลิตร	ปริมาณน้ำมันและไขมันที่สกัดได้ , มิลลิกรัมต่อลิตร	การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ,ร้อยละ
40.5	37.4	92.2
40.5	38.1	94.1
40.1	34.4	85.8
39.9	35.2	88.2
40.1	35.6	90.0
40.1	35.9	89.5
40.1	35.6	88.7

ค่าเฉลี่ย = 36.03 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน = 1.28 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ = 3.6

จากผลการทดลองที่ได้นำมาหาค่าความเที่ยงของการทดสอบ ที่ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยคำนวณเป็น ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 3.6 (เกณฑ์กำหนดไม่เกินร้อยละ 10) และความแม่นของการทดสอบโดย คำนวณในรูปของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณได้ อยู่ในช่วงร้อยละ 85.8- 94.1 (เกณฑ์กำหนดร้อยละ 79 – 114 ตาม US EPA Method 1664)

ตารางที่ 4.6 แสดงปริมาณน้ำมันไขมันในเมทริกน้ำเสีย และร้อยละของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ที่ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติม ,มิลลิกรัมต่อลิตร	ปริมาณน้ำมันและไขมันที่สกัดได้ ,มิลลิกรัมต่อลิตร	การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ , มิลลิกรัมต่อลิตร
40.6	34.4	84.7
40.6	37.2	91.6
40.6	38.5	94.7
40.6	43.0	105.8
40.6	38.3	94.2
40.6	42.2	103.8
40.6	41.6	102.3

ค่าเฉลี่ย = 39.31 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน = 3.09 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ = 7.9

จากผลการทดลองที่ได้นำมาหาค่าความเที่ยงของการทดสอบที่ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ของการทดสอบโดย คำนวณเป็น ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 7.9 (เกณฑ์กำหนดไม่เกินร้อยละ 10) และ ความแม่นของการทดสอบโดยคำนวณในรูปของ การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณได้ อยู่ในช่วงร้อยละ 84.7 - 105.8 (เกณฑ์กำหนดร้อยละ 79 – 114 ตาม US EPA Method 1664)

4.3.3 ที่ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

จากการทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริก น้ำกลั่นและน้ำเสียรายละเอียดแสดงดังตารางที่ 4.7 และ 4.8 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.7 แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริกน้ำกลั่น และร้อยละของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ที่ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปริมาณน้ำมันแลไขมันที่เติม , มิลลิกรัมต่อลิตร	ปริมาณน้ำมันและที่สกัดได้ , มิลลิกรัมต่อลิตร	การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ, มิลลิกรัมต่อลิตร
203.5	191.8	94.2
203.5	199.4	98.0
203.5	199.7	98.1
203.5	189.7	93.2
203.5	196.6	96.6
203.5	197.4	97.0
203.5	176.8	86.9

ค่าเฉลี่ย = 193.06 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน = 8.11 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์,ร้อยละ = 4.2

จากผลการทดลองที่ได้นำมาหาค่าความเที่ยงของการทดสอบที่ความเข้มข้น200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ของวิธีทดสอบทดสอบโดย คำนวณเป็น ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 4.2 (เกณฑ์กำหนดไม่เกินร้อยละ 10) และ ความแม่นของการทดสอบโดย คำนวณในรูปของ การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณได้ อยู่ในช่วง ร้อยละ 86.9 - 98.1 (เกณฑ์กำหนดร้อยละ 79 – 114 ตาม US EPA Method 1664)

ตารางที่ 4.8 แสดงปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริกน้ำเสีย และร้อยละของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ ณ ที่ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติม, มิลลิกรัมต่อลิตร	ปริมาณน้ำมันและไขมันที่สกัดได้ ,มิลลิกรัมต่อลิตร	การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ , ร้อยละ
201.24	172.42	85.7
201.24	173.15	86.0
201.24	172.59	85.8
201.24	182.36	90.6
201.24	165.14	82.1
201.24	181.76	90.3
201.24	168.38	83.7

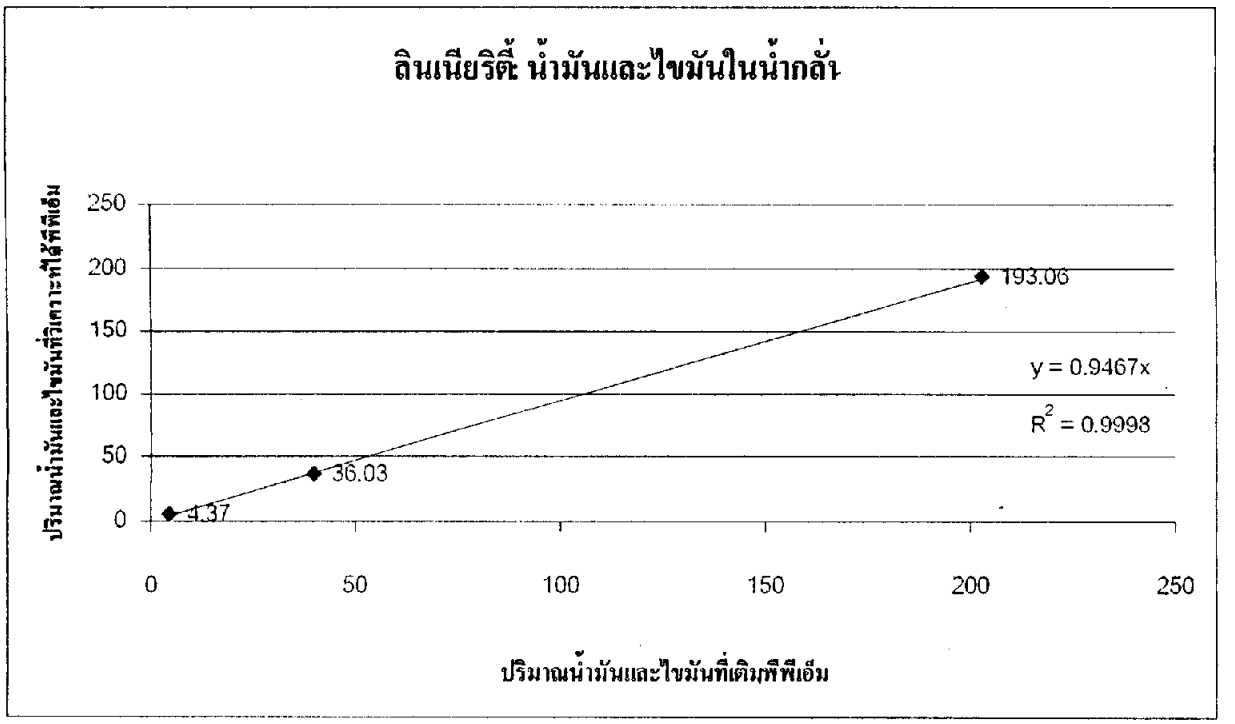
ค่าเฉลี่ย = 173.69 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน = 6.39 มิลลิกรัมต่อลิตร

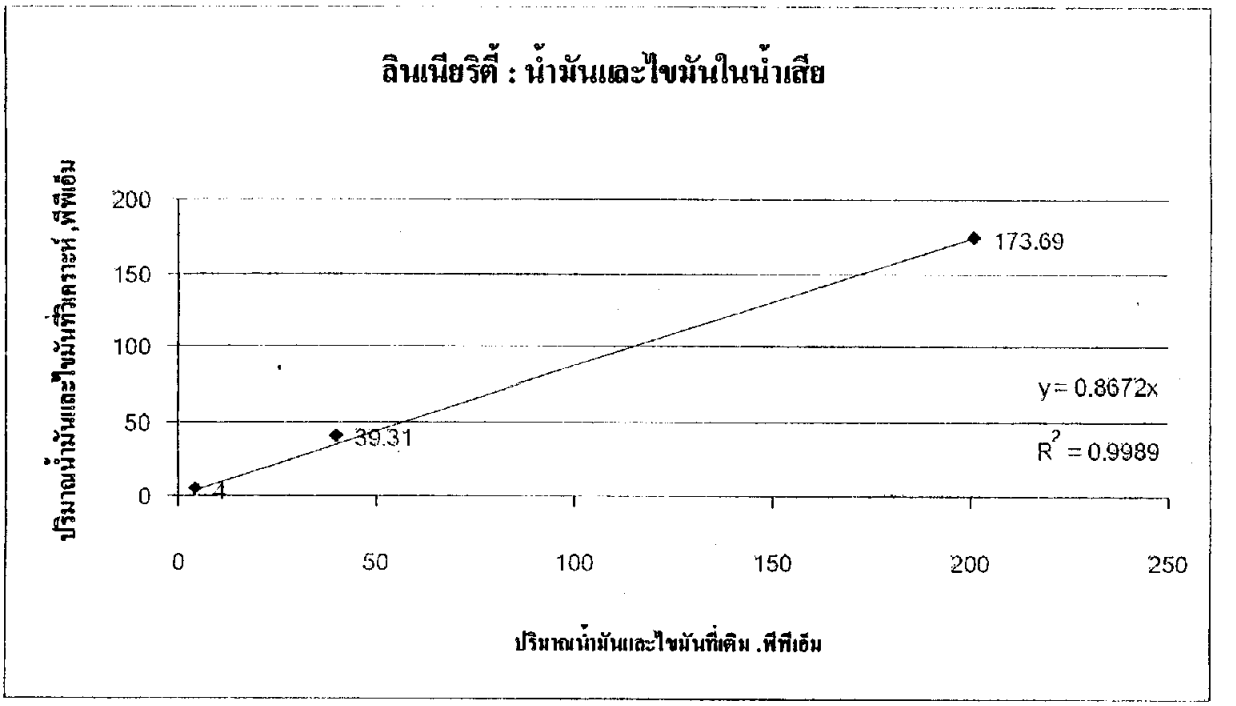
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ = 3.7

จากผลการทดลองที่ได้ นำมาหาค่าความเที่ยงของการทดสอบที่ความเข้มข้น 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ของการทดสอบโดย คำนวณเป็น ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 3.7 (เกณฑ์กำหนดไม่เกินร้อยละ 10) และ ความแม่นของการทดสอบโดย คำนวณในรูปของ การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณได้ อยู่ในช่วงร้อยละ 82.1 - 90.6 (เกณฑ์กำหนดร้อยละ 79 – 114 ตาม US EPA Method 1664)

4.4 ลิเนียริตี้ จากผลการทดลองหาปริมาณน้ำมันและไขมันที่ความเข้มข้น 5.0 , 40.0 และ 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร นำมาสร้างกราฟโดยใช้ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำมันและไขมันที่เติม, มิลลิกรัมต่อลิตร กับปริมาณน้ำมันและไขมันที่ทดสอบได้ , มิลลิกรัมต่อลิตร หาค่าสัมประสิทธิ์ความถดถอย (regressive coefficient) ได้เท่ากับ 0.9998 และ 0.9989 ในเมทริกน้ำกลั่น และในเมทริกน้ำเสีย ตามลำดับ (เกณฑ์กำหนดตาม NATA เท่ากับ 0.995 – 1.000) ดังรูปที่ 3.2 และ 3.3 ตามลำดับ



รูปที่ 4.1 ลิเนียริตี้ของปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริกน้ำกลั่น



รูปที่ 4.2 ลิเนียริตี้ของปริมาณน้ำมันและไขมันในเมทริกน้ำเสีย

จากการทดลองแสดงให้เห็นว่า กระบวนการทดสอบน้ำมันและไขมันตาม TP.WW.EN.09 ที่ความเข้มข้นช่วง 5.0 – 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ให้กราฟเป็นเส้นตรง โดยดูจากค่าสัมประสิทธิ์การถดถอยซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.9998 และ 0.9995 (เกณฑ์กำหนดตาม NATA ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอยควรมีค่าอยู่ระหว่าง0.995 ถึง 1.000) ซึ่งแสดงให้เห็นว่ากระบวนการทดสอบนี้ให้ผลการทดสอบ ที่มีทั้งความเที่ยง และความแม่น

4.4 การศึกษาเปรียบเทียบการเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำเสีย ของ วันที่ 1 กับวันที่ 14 จากการทดสอบ น้ำมัน และ ไขมัน โดยทำการทดสอบ ของ วันที่ 1 กับวันที่ 14 ตาม TP.WW.EN.09 ได้ผลการทดสอบรายละเอียดดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 แสดงผลการทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมัน ในตัวอย่างน้ำ เสียของวันที่1 กับ วันที่ 14

ครั้งที่	ปริมาณน้ำมันและไขมัน ,มิลลิกรัมต่อลิตร (วันที่ 1)	ปริมาณน้ำมันและไขมัน , มิลลิกรัมต่อลิตร (วันที่ 14)
1	66.47	68.83
2	68.93	66.65
3	66.29	67.77
4	67.8	61.80
5	65.4	58.35
6	57.17	63.05
7	62.89	57.70
8	58.31	62.88
9	64.89	65.11
10	67.23	64.98
เฉลี่ย , มิลลิกรัมต่อลิตร	64.538	63.712
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน,มิลลิกรัมต่อ ลิตร1	3.9530	3.7199
n	10	10

สถิติ $F = SD_1^2 / SD_2^2$

$F_{cal} = 1.0627$

เนื่องจาก F_{test} มีค่าน้อยกว่า 3.179 เมื่อ $n = 9$ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

ดังนั้น $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$

$$t = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - (\mu_1 - \mu_2)}{\sqrt{S_p^2(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2})}}$$ มีองศาอิสระ $n_1 + n_2 - 2$

$$S_P^2 = \frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 - 2}$$

$$t_{cal\,(0.05,18)} = 0.48$$

$$-2.101 < t_{cal\,(0.05,1)} < 2.101$$

จากการทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมันในตัวอย่างน้ำเสียของ วันที่ 1 และวันที่ 14 พบว่า t_{ca} น้อยกว่า t_{cri} ผลการทดสอบไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

ดังนั้นตัวอย่างน้ำเสียที่ใช้ทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมัน ตาม TP.WW.EN.09 สามารถเก็บไว้ได้ถึง 14 วัน

บทที่ 5
สรุปผลการศึกษา

5.1 สรุปผลการศึกษา

ผลจากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบน้ำมันและไขมันตาม TP.WW.EN. 09 ได้ผลดังนี้

5.1.1 ค่าไอดีแอล = 1.6 มิลลิกรัมต่อลิตร

5.1.2 ค่าเอ็มดีแอล = 3.4 มิลลิกรัมต่อลิตร

5.1.3 ค่าความแม่น และความเที่ยง ที่ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ในน้ำกลั่น ความเที่ยงของวิธีทดสอบคำนวณ ในรูปของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 6.2 ความแม่นของวิธีทดสอบ คำนวณในรูปของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ อยู่ในช่วงร้อยละ 83.7 – 95.9

ในน้ำเสีย ความแม่นของวิธีทดสอบคำนวณ ในรูปของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 5.7 ความเที่ยงของวิธีวิทดสอบ คำนวณในรูปของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ อยู่ในช่วงร้อยละ 80.8 – 94.1

5.1.4 ค่าความแม่น และความเที่ยง ที่ความเข้มข้น 40.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ในน้ำกลั่น ความเที่ยงของวิธีทดสอบคำนวณ ในรูปของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 3.6 ความแม่นของวิธีทดสอบ คำนวณในรูปของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ อยู่ในช่วงร้อยละ 85.8 – 94.1

ในน้ำเสีย ความเที่ยงของวิธีทดสอบคำนวณ ในรูปของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 7.9 ความแม่นของวิธีทดสอบ คำนวณในรูปของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ อยู่ในช่วงร้อยละ 84.7 – 105.8

5.1.5 ค่าความแม่น และความเที่ยง ที่ความเข้มข้น 200 .0 มิลลิกรัมต่อลิตร

ในน้ำกลั่น ความเที่ยงของวิธีทดสอบคำนวณ ในรูปของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ร้อยละ 4.2 ความแม่นของวิธีทดสอบ คำนวณในรูปของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ อยู่ในช่วงร้อยละ 86.9- 98.1

ในน้ำเสีย ความเที่ยงของวิธีทดสอบคำนวณ ในรูปของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ร้อยละ 3.7 ความเที่ยงของวิธีทดสอบ คำนวณในรูปของการกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ อยู่ในช่วงร้อยละ 82.1 – 90.6

5.1.6 ลิเนียริตี้ของการทดสอบน้ำมันและไขมัน ให้ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย 0.9998 และ 0.9995 ในเมทริกที่เป็นน้ำกลั่นและน้ำเสีย ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าปริมาณน้ำมันและไขมันที่ทดสอบได้ในช่วงความเข้มข้น 5.0 - 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มีทั้งความแม่น ความเที่ยง ภายใต้สภาวะที่ควบคุมของวิธีทดสอบ

นอกจากนี้ได้ทำการทดสอบเปรียบเทียบปริมาณน้ำมันและไขมันของวันที่1 กับวันที่ 14 พบว่าผลทดสอบไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ทั้งนี้แสดงให้เห็นว่าเมื่อทำการเก็บตัวอย่างน้ำเสียมาทดสอบหาปริมาณน้ำมันและไขมันสามารถเก็บรักษาสภาพตัวอย่างไว้ได้ถึง 14 วัน ซึ่งผลทดสอบที่ได้ไม่ส่งผลกระทบต่อค่าความแม่นและความเที่ยงของตัวอย่างน้ำเสีย

จากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีน้ำมันและไขมัน ตาม TP.WW.EN.09 ทำให้ได้กระบวนการทดสอบมาตรฐาน ที่จะสร้างความเชื่อมั่นในความแม่นและความเที่ยงของผลทดสอบได้ นอกจากนี้ยังใช้เป็นส่วนประกอบส่วนหนึ่งเพื่อเป็นแนวทางสำหรับผู้ประมินในการตรวจประเมินห้องปฏิบัติการ ที่จะขอการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบตาม ไอเอสโอ/ไออีซี 17025 สำหรับน้ำมันและไขมัน

บทที่ 6

วิจารณ์ผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

6.1 วิจารณ์ผลการทดลอง

จากการศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ ของวิธีทดสอบน้ำมันและไขมันตาม TP.WW.EN.09 ในช่วงความเข้มข้น 5.0 ถึง 200.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ใช้ตัวอย่างน้ำเสียจากอุตสาหกรรมเพียงอุตสาหกรรมเดียวเท่านั้น ดังนั้นวิธีทดสอบนี้อาจจะมีผลกระทบต่อค่าความแม่นและความเที่ยงของตัวอย่างน้ำเสียประเภทอื่นๆ ที่มิได้นำมาใช้เป็นเมทริกในการศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ นอกจากนี้ความเข้มข้นต่ำสุดที่ใช้กำหนดขอบเขตของการศึกษา จะกำหนดไว้ที่ความเข้มข้นต่ำสุดที่กฎหมายกำหนดยอมให้ระบายน้ำทิ้งลงสู่แหล่งสาธารณะได้ คือที่ 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

6.2 ข้อเสนอแนะ

6.2.1 ควรมีการจัดทำ การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบน้ำมันและไขมันกับน้ำเสียจากอุตสาหกรรมประเภทอื่นๆเพิ่มเติม

6.2.2 ควรมีการพัฒนาเทคนิค วิธีการทดสอบโดยการกำหนดความเข้มข้นต่ำสุดน้อยกว่าที่กฎหมายกำหนดคือน้อยกว่า 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

เอกสารอ้างอิง

ศิณีนารถ วาสนะวัฒนและคณะ. หลักการตรวจสอบความถูกต้องเพื่อป้องกัน พัฒนาและแก้ปัญหาด้านการควบคุมและประกันคุณภาพ: ศูนย์บริการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม 2537, พิมพ์ครั้งที่ 1, เล่มที่ 1, หน้า 1-41

อัจรา พุ่มฉัตร. การสอบเทียบขีดความสามารถในการตรวจวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการ. วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ : กันยายน . 2539 ปีที่ 44, ฉบับที่ 142 ,: หน้า10-13

American Public Healh Association . standard methods for the examination of water and wastewater, 20th ed. , Washington, D.C. : AWWA. 1998 p.5-34 ถึง 5-38

Christopher Burgess. Valid Analytical Methods and Procedure. The Royal Socicty of Chemistry,2000, p,23,37

Elizabeth Prichard. Analytical Measurement Terminology.2001,p20

Eurachem Guide. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics,1998 p.6,31,42-43

Maria, Csuros . Environmental Sampling and Analysis for Technicians. Boca Raton, 1994 p.143-151

Method validation. 2000 [on line] เข้าถึงได้จาก WWW.lab compliance.com/methods/meth-val.htm

National Association of Authorities. Format and content of test methods and procedures for validation and verification of chemical test method. Technical Note 17 : NATA ,1998. p.1-8

International Organizatio for Standarization. ISO 6060 : water quality – determination of the chemical oxygen demand.2nd ed. Geneva,1989

กิตติกรรมประกาศ

ผลงานวิจัยนี้ ได้รับความร่วมมือเป็นอย่างดีจากบุคลากรในกลุ่มกำกับดูแลมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ขอขอบคุณ คุณธิดา เกิดกำไร ผู้อำนวยการโครงการฟิสิกส์และวิศวกรรม ที่กรุณาให้คำแนะนำ และแก้ไขข้อผิดพลาดต่างๆ จนกระทั่งผลงานนี้เสร็จสิ้นอย่างสมบูรณ์

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณเพื่อนๆทุกคน ที่เป็นกำลังใจให้กับผู้วิจัยจนกระทั่งผลงานนี้เสร็จสมบูรณ์เป็นอย่างดี

หากผลงานศึกษาฉบับนี้เป็นประโยชน์ต่อส่วนรวม อันก่อให้เกิดผลดีแก่ประเทศชาติ ขอให้ท่านที่กล่าวนามมาแล้วข้างต้น จงได้รับเกียรติคุณ ความดี และการสรรเสริญ โดยถ้วนหน้ากัน

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก Method validation (Reccommended minimum number of analyses requirement)

Characteristic to be evaluate	Procedures to be followed	Number of determination
Precision (Repeatability)	Replicate analysis of analysis	At least 7 in each sample matrix
Robusness	Analysis by diferrent operators (Usually by interlaboratory studies)	Replicate analysis by different operator ,in different ,using different equipment
Recovery	Analysis of spiked samples at appropriate concentration	At least 7 at each of three Concentration in each sample matrix type
	Analysis of reference material (CRM_S)	At least 7 for each CRM
Selectivity (interference) matrix effects	Analysis of spiked samples, Standard and reference materials (CRM_S)	At least 7 at each of three Concentration in each sample matrix type
Limit of detection Limit of quantitation	Analysis of blanks and low level spiked sample	At least 7 in each sample matrix
Linearity range Accuracy (bias or systematic error)	Analysis of spiked samples and standards reference materials (CRM_S ,if available)	At least 7 at each of 5 concentration over working range At least 7 replicates analysis each CRM

ภาคผนวก ข Criteria for accuracy is dependent on concentration of the analyte and on the method precision (RSD).

Analyte sample	Mean recovery (%)	RSD (%)
100 %	98-102	1.3
10 %	98-102	2.8
1 %	97-103	2.7
0.1 %	95-105	3.7
100 ppm	90-107	5.3
10 ppm	80-110	7.3
1 ppm	80-110	11
100 ppb	80-110	15
10 ppb	60-115	21
1 ppb	40-120	30

ภาคผนวก ค แสดงระดับการยอมรับได้ของการวิเคราะห์สองซ้ำ (Duplicate sample) และการหา% Recovery ในตัวอย่างชนิดต่างๆ

รายการทดสอบ	% Recovery	Precision ของการวัดระดับต่ำเมื่อทำการวิเคราะห์ 2 ซ้ำ, %	Precision ของการวัดระดับสูงเมื่อทำการวิเคราะห์ 2 ซ้ำ, %
Metals	80-120	25	10
Volatile organics	70-130	40	20
Nutrients	80-120	25	10
Total organic carbon	80-120	25	10

หมายเหตุ - การวิเคราะห์ระดับความเข้มข้นต่ำ (Low -level) หมายถึงการวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้นน้อยกว่า 20 เท่าของ MDL

- การวิเคราะห์ระดับความเข้มข้นสูง(High- level) หมายถึงการวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้นมากกว่า 20 เท่าของ MDL

ภาคผนวก ง Analytical parameters that should be considered for different types of analytical procedures

Analytical performance parameters	Class I	Class II	Class III	Class IV
Accuracy	Yes	Yes	*	No
Precision	Yes	Yes	Yes	No
Specificity	Yes	Yes	*	Yes
LOD	No	Yes	*	Yes
LOQ/LOR	*	Yes	*	No
Linearity	Yes	Yes	*	No
Range	Yes	Yes	*	No
Ruggedness	*	*	*	*
Robutness	*	*	*	*

* May be required , depending on the nature of specific test

Class I : Analytical methods for quantitation of food additives , vitamin food, additives

In food packaging or any analyte of which level is in percent

Class II : Analytical methods for quantitation of contaminants in food and water (pesticide , heavy metals, mycotoxin etc.) The level of analyte of this class is in part per million (ppm) or part per billion (ppb)

Class III: Analytical methods for determination of nutritional values including food composition etc.

Class IV : Quanlitative analysis