

การพัฒนาวิธีทดสอบตะกั่วในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่ว โดยเทคนิคอินดักทีฟสเปกโทรสโกปีพลาสมาออปติคอลลีมิสชันสเปกโทรเมตรี Development of test method for determination of lead in lead-free solder using inductively coupled plasma optical emission spectrometry

วันดี ลือสายวงศ์¹, จิตวิไล เวฬุวนารักษ์¹
Wandee Luesaiwong¹, Jitwilai Waluvanaruk¹

บทคัดย่อ

โลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วเป็นวัสดุที่มีการพัฒนาขึ้นมาเพื่อใช้แทนโลหะบัดกรีแบบเดิมที่มีส่วนผสมหลักเป็นดีบุกและตะกั่วในอุตสาหกรรมไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ การนำโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วมาใช้งานจำเป็นต้องมีการทดสอบปริมาณสารอันตราย 6 ชนิดตามระเบียบ RoHS เพื่อให้เกิดความมั่นใจว่าโลหะบัดกรีดังกล่าวมีปริมาณสารปนเปื้อนในผลิตภัณฑ์ไม่เกินเกณฑ์ที่กำหนด โดยในกรณีของตะกั่วต้องมีปริมาณไม่เกิน 1000 ส่วนในล้านส่วน สำหรับการทดสอบเพื่อให้เกิดความมั่นใจว่า โลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วที่ใช้มีปริมาณสารปนเปื้อนไม่เกินเกณฑ์ที่กำหนดสามารถทดสอบตามวิธีมาตรฐาน International Standard IEC 62321-5: 2013-edition หรือ Japanese Industrial Standard JIS Z 3910: 2008 โดยวิธีทดสอบมาตรฐานทั้งสองใช้วิธีการย่อยตัวอย่างด้วยกรดผสมเข้มข้นและให้ความร้อนด้วยแท่นให้ความร้อน ซึ่งการย่อยตัวอย่างลักษณะนี้ใช้ปริมาณกรดมากและอาจก่อให้เกิดมลภาวะทางอากาศ การพัฒนาวิธีการย่อยตัวอย่างโดยใช้ระบบปิดเช่นเครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟจะช่วยให้สามารถลดปริมาณกรดที่ใช้และมลภาวะที่เกิดจากระบวนการย่อย การศึกษานี้มุ่งเน้นการปรับลดปริมาณกรดและทำการย่อยด้วยเครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟ เมื่อได้สภาวะการย่อยตัวอย่างที่เหมาะสมแล้ว จึงทำการตรวจสอบความเหมาะสมผลของวิธีสำหรับการหาปริมาณตะกั่วในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วโดยอินดักทีฟสเปกโทรสโกปีพลาสมาออปติคอลลีมิสชันสเปกโทรเมตรี โดยศึกษาคุณลักษณะเฉพาะต่างๆ ผลการตรวจสอบความเหมาะสมผลของวิธีทดสอบนี้พบว่าไม่มีผลกระทบจากเนื้อสาร ความลำเอียงและความเที่ยงมีค่าร้อยละของค่าคืนกลับและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด และค่าความไม่แน่นอนขยายของตะกั่วในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วโดยวิธีทดสอบนี้น้อยกว่าร้อยละ ± 15 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ซึ่งสอดคล้องกับค่าความไม่แน่นอนเป้าหมาย ดังนั้นวิธีทดสอบที่พัฒนาและตรวจสอบความเหมาะสมผลของวิธีนี้เหมาะสมกับวัตถุประสงค์การใช้งาน ซึ่งห้องปฏิบัติการสามารถนำไปใช้เพื่อให้บริการต่อไป

Abstract

Lead-free solder is material developed in order to replace original solder in electric and electronic industries which mainly contains tin and lead. To use lead-free solder, it is necessary to analyze six hazardous substances according to RoHS directive to ensure that the lead-free solder contains contaminants in products under the limits of this directive which, in case of lead, its content shall not be more than

1000 ppm. For analysis to ensure that lead-free solder used contains regulated substances under the limits, two standard test methods can be used which are International Standard IEC 62321-5: 2013-edition or Japanese Industrial Standard JIS Z 3910: 2008. Both standard methods employ wet digestion using concentrated acids and heating on hotplate. These digestion methods consume more acid content and can cause air pollutant. Development of new sample digestion using closed system such as microwave digestion can reduce amount of acids used and pollutant. This study focused on reducing mixed acids and digesting sample by microwave digestion. After obtaining optimized condition for sample digestion, the process of the method validation for the determination of lead content in lead-free solder using inductively coupled plasma optical emission spectrometer was conducted to proof of certain performance characteristics. From the study, it was found that there is no matrix effect. While bias and precision studies showed that the percentage of recovery and relative standard deviations were in good agreement with the criteria. Then data from the bias and the precision study could be used to estimate measurement of uncertainty of the method. The expanded uncertainty of lead in lead-free solder by this method was less than $\pm 15 \%$, at the confidence level of 95 %. The estimation of measurement uncertainty obtained was corresponding to the target uncertainty. Therefore, it can be concluded that this validated method was fit for intended use and laboratory can use this validated method to provide testing service for customers further.

คำสำคัญ : ความสมเหตุสมผลของวิธีทดสอบ, อินดักทีฟพลาสมาออปติคัลอิมิสชันสเปกโทรเมตรี, โลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่ว

Keywords : Method Validation, Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry, Lead-Free Solder

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

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

1. บทนำ (Introduction)

จากการที่ตะกั่วถูกจัดให้เป็นหนึ่งในสารอันตราย 6 ชนิดตามระเบียบว่าด้วยการจำกัดการใช้สารอันตรายบางชนิดในผลิตภัณฑ์เครื่องใช้ไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ (Restriction of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronic equipment) หรือที่รู้จักกันในชื่อระเบียบ RoHS ทำให้วงการอุตสาหกรรมที่ผลิตอุปกรณ์ไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ทั่วโลกมีความตื่นตัวในการพัฒนาโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วเพื่อนำมาใช้งานทดแทนโลหะบัดกรีแบบเดิมที่มีส่วนผสมหลักเป็น ดีบุกและตะกั่วซึ่งอาจมีอัตราส่วนโดยประมาณของดีบุกและตะกั่วคือ ดีบุกร้อยละ 63 และตะกั่วร้อยละ 37 หรืออัตราส่วนอื่นเช่น ดีบุกร้อยละ 45 - 50 พอลวงร้อยละ 0.5 และส่วนที่เหลือคือ ตะกั่ว การพัฒนาโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วเพื่อใช้ในงานบัดกรีอุปกรณ์ไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ แทนตะกั่วบัดกรีแบบเดิม ต้องพิจารณาถึงสมบัติทางกายภาพและสมรรถนะของสารที่นำมาใช้ทดแทน นอกจากนี้อาจต้องพิจารณาปัจจัยประกอบในเรื่องความเป็นพิษต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ซึ่งเป็นจุดประสงค์หลักของการใช้สารทดแทนตะกั่ว ปริมาณสำรองของสารทดแทนที่สามารถนำมาใช้ได้ และกระบวนการถลุงสารทดแทนที่ต้องไม่ทำลายสิ่งแวดล้อมหรือใช้พลังงานมากกว่าการถลุงตะกั่ว ธาตุที่มีการพิจารณาเพื่อนำมาผสมกับดีบุกทดแทนการใช้ตะกั่วมีด้วยกันหลายธาตุเช่น เงิน (Ag), บิสมัท (Bi), ทองแดง (Cu), และพอลวง (Sb) เป็นต้น ซึ่งโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วที่พัฒนาขึ้นมาต้องผ่านการทดสอบสมบัติทางกายภาพต่างๆ จากการศึกษาพบว่าเมื่อใช้ธาตุเหล่านี้ผสมกับดีบุกแล้ว สมบัติทางไฟฟ้าและทางกายภาพสามารถยอมรับได้ และจุดหลอมเหลวมีแนวโน้มลดลง อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาปัจจัยประกอบในเรื่องความเป็นพิษต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ปริมาณสำรอง และผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมของการถลุงธาตุเหล่านี้ พบว่าลำดับความเหมาะสมของธาตุที่สามารถใช้แทนตะกั่วคือ ทองแดง บิสมัท พอลวง และเงิน ตามลำดับ

สำหรับการวิเคราะห์ทางเคมีเพื่อให้เกิดความมั่นใจว่าโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วที่ใช้ในผลิตภัณฑ์ไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์มีปริมาณสารอันตรายไม่เกินเกณฑ์ที่กำหนด (สำหรับตะกั่วคือ 1000 ส่วนในล้านส่วน) สามารถวิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐาน International Standard IEC 62321-5: 2013-edition (1) หรือ Japanese Industrial Standard JIS Z 3910: 2008 (2) โดยวิธีทดสอบมาตรฐานวิธีแรกใช้วิธีการย่อยตัวอย่างด้วยกรดไฮโดรคลอริก และตามด้วยการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จนกว่าการย่อยจะสมบูรณ์ โดยให้ความร้อนด้วยแท่นให้ความร้อน ซึ่งการย่อยตัวอย่างตามวิธีนี้มีโอกาสเกิดการตกตะกอนของเงิน ทำให้ได้สารละลายตัวอย่างที่ไม่ใส ขณะที่วิธีทดสอบมาตรฐานวิธีที่สองมีวิธีการหาปริมาณตะกั่วด้วยเทคนิคต่างๆ โดยในส่วนของ การหาปริมาณตะกั่วด้วยเทคนิคอินดักทีฟลิคิฟเฟิลพลาสมาออปติคอลลิมิชั่นสเปกโทรเมตรี ใช้วิธีการย่อยตัวอย่างประมาณ 1 กรัม ด้วยกรดผสมของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นและกรดไนตริกเข้มข้น 50 มิลลิลิตร และให้ความร้อนด้วยแท่นให้ความร้อน ซึ่งการย่อยตัวอย่างลักษณะนี้ใช้ปริมาณกรดมากและอาจก่อให้เกิดมลภาวะทางอากาศ การพัฒนาวิธีการย่อยตัวอย่างโดยใช้ระบบปิดเช่นเครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟ จะทำให้สามารถลดปริมาณกรดที่ใช้และมลภาวะที่เกิดจากกระบวนการย่อย การศึกษานี้จึงเน้นการปรับลดปริมาณกรดและทำการย่อยด้วยเครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟ เมื่อได้สภาวะการย่อยตัวอย่างที่เหมาะสมแล้ว จึงทำการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธีสำหรับการหาปริมาณตะกั่วในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วโดยอินดักทีฟลิคิฟเฟิลพลาสมาออปติคอลลิมิชั่นสเปกโทรมิเตอร์ โดยศึกษาคุณลักษณะเฉพาะต่างๆ ที่สำคัญของเทคนิคนี้ได้แก่ ความสัมพันธ์เชิงเส้น (linearity) ขีดจำกัดในการตรวจหา (limit of detection, LOD) ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (limit of quantitation, LOQ) ช่วงการใช้งาน (working range) ความลำเอียง (bias) ความเที่ยง (precision) ผลกระทบจากเนื้อสาร (matrix effect) และการประมาณ

ค่าความไม่แน่นอน (3.4) ผลจากการตรวจสอบความ
ลำเอียงมีค่าคืนกลับอยู่ในช่วงร้อยละ 93.6 -100.9 และ
การตรวจสอบความเที่ยงมีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
สัมพัทธ์น้อยกว่าร้อยละ 2 ซึ่งค่าทั้งสองอยู่ในเกณฑ์ที่
กำหนด ข้อมูลจากการศึกษาความลำเอียงสามารถ
นำมาประเมินผลกระทบจากเนื้อสารพบว่าวิธีทดสอบ
นี้ไม่มีผลกระทบจากเนื้อสาร นอกจากนี้ข้อมูลจาก
การศึกษาความลำเอียงและความเที่ยงสามารถนำมา
ใช้ประมาณค่าความไม่แน่นอนของตะกั่วในโลหะบัดกรี
ชนิดไม่มีตะกั่วด้วยวิธีทดสอบนี้ด้วย(3) โดยค่าความไม่
แน่นอนขยายของตะกั่วในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่ว
น้อยกว่าร้อยละ ± 15 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ซึ่ง
สอดคล้องกับค่าความไม่แน่นอนเป้าหมาย ซึ่งวิธีทดสอบที่
พัฒนาและตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธีแล้วพบ
ว่าเหมาะสมกับวัตถุประสงค์การใช้งาน ห้องปฏิบัติการ
สามารถนำไปใช้เพื่อให้บริการทดสอบหาปริมาณตะกั่ว
ในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วโดยอินดักทีฟพลาสมา
พลาสมาออกพิดคอลลิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 เครื่องมือและวัสดุอุปกรณ์

2.1.1 เครื่อง Inductively Coupled Plasma
Optical Emission Spectrophotometer ยี่ห้อ Perkin
Elmer รุ่น Optima 5300 พร้อมอุปกรณ์

2.1.2 เครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบ
ไมโครเวฟยี่ห้อ Anton Paar รุ่น Multiwave 3000 พร้อม
อุปกรณ์

2.1.3 เครื่องชั่งยี่ห้อ Mettler รุ่น AX 304
ความละเอียด 0.1 มิลลิกรัม

2.1.4 ขวดแก้ววัดปริมาตร เกรดเอ (volumetric
flask class A) ขนาด 100 มิลลิลิตร

2.1.5 ปิเปตวัดปริมาตรเกรดเอ (volumetric
pipette class A) ขนาดต่างๆ

2.2 สารมาตรฐาน สารเคมี และอื่นๆ

2.2.1 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว ความเข้มข้น

1000 \pm 3 มิลลิกรัมต่อลิตรจาก Merck สอบกลับได้ไป
ยัง NIST SRM # 3128

2.2.2 สารละลายมาตรฐานตะกั่วระดับ
working standard ที่ความเข้มข้น 1.0, 3.0, 5.0, 7.0,
10.0 และ 12.0 มิลลิกรัมต่อลิตร เตรียมโดยการเจือจาง
สารละลายมาตรฐานตะกั่ว ด้วยกรดไนตริกร้อยละ 1

2.2.3 สารละลายมาตรฐานอิตเทรียม (Yttrium
standard solution) ความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.2.4 กรดไฮโดรคลอริก (HCl) เข้มข้น
และกรดไนตริก (HNO₃) เข้มข้น ชนิด AR grade

2.2.5 น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

2.2.6 แก๊สอาร์กอนความบริสุทธิ์ร้อยละไม่
น้อยกว่า 99.995

2.2.7 โลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วที่เป็นวัสดุ
อ้างอิง (RM 74XCA2) ที่มีปริมาณตะกั่วร้อยละ $0.0331 \pm$
0.0007

2.2.8 ตัวอย่าง เป็นโลหะบัดกรีชนิดไม่มี
ตะกั่วที่ประกอบด้วยธาตุหลักคือ ดีบุก เงิน (ประมาณ
ร้อยละ 4) และ ทองแดง (ประมาณร้อยละ 0.5) โดยมี
ลักษณะเป็นชิ้นงานโลหะสีเงินที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน
และนำมาถลุงให้ได้เศษกึ่งที่มีปริมาณเพียงพอสำหรับ
การศึกษาต่างๆ

2.3 วิธีการทดสอบตัวอย่างด้วยเครื่องอินดักทีฟ
พลาสมาออกพิดคอลลิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์

2.3.1 ชั่งเศษกึ่งโลหะบัดกรีชนิดไม่มี
ตะกั่วประมาณ 0.25 กรัม ใส่ในหลอดย่อยตัวอย่างของ
เครื่องย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟ

2.3.2 เติมกรดผสม (HCl 6.5 มิลลิลิตร :
HNO₃ 3.5 มิลลิลิตร) ลงในหลอดย่อยตัวอย่าง รอจน
ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์

2.3.3 นำหลอดย่อยตัวอย่างบรรจุในเครื่อง
ย่อยสลายตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟ และทำการย่อย
ตัวอย่างด้วยโปรแกรมดังแสดงในตารางที่ 1 โดยใช้
ความดันสูงสุด 60 บาร์ (อัตราความดัน 0.5 บาร์ต่อ
วินาที) และอุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส

2.3.4 หลังจากกระบวนการย่อยสิ้นสุดลง และทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำหลอดย่อยตัวอย่างออก และถ่ายสารละลายตัวอย่างใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

2.3.5 เติมน้ำกรดผสม 10 มิลลิลิตร และ สารละลายมาตรฐานอิทเทรียม 1 มิลลิลิตร ปรับปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

2.3.6 กรองสารละลายตัวอย่างและ วิเคราะห์ด้วยเครื่องอินดักทีฟลิคิฟเฟิลพลาสติกออปติ คัลมิสชันสเปกโทรมิเตอร์โดยใช้สารละลายมาตรฐาน อิทเทรียมเป็นสารมาตรฐานภายใน (internal standard) และสารละลายมาตรฐานตะกั่วเป็นสารมาตรฐาน ภายนอก (external standard) สำหรับการสร้างกราฟ มาตรฐานความเข้มข้นของตะกั่วในตัวอย่าง สามารถ คำนวณจากสมการ

$$Pb \text{ (mg/kg)} = \frac{C \times D \times V}{wt. sp.}$$

เมื่อ C คือความเข้มข้นของตะกั่วในตัวอย่างลบ ความเข้มข้นของตะกั่วในแบลนด์ (มิลลิกรัมต่อลิตร)

D คือแฟคเตอร์ของการเจือจาง

V คือปริมาตรของสารละลายตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

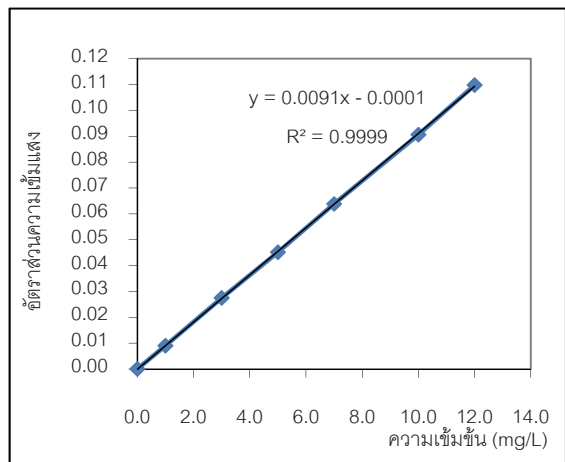
wt.sp. คือน้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

ตารางที่ 1 โปรแกรมการย่อยตัวอย่างด้วยเครื่องย่อยสลายตัวอย่าง ด้วยระบบไมโครเวฟ

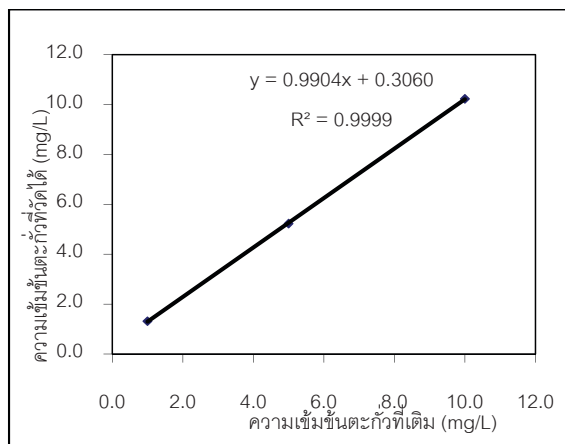
ขั้นที่	กำลังไฟฟ้า (วัตต์)	Ramping time(นาที)	Holding time(นาที)
1	800	5.0	-
2	800	-	25.0
3	0	-	25.0

ตารางที่ 2 คุณลักษณะเฉพาะของวิธีทดสอบ

พารามิเตอร์	
ความสัมพัทธ์เชิงเส้น (มิลลิกรัมต่อลิตร)	1.0 - 12.0
ขีดจำกัดในการตรวจหา (มิลลิกรัมต่อลิตร)	3.0
ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	60.0
ช่วงการใช้งาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)	60.0 - 4000.0
ค่าคืนกลับ (ร้อยละ)	93.6 - 100.9
ความเที่ยง (ร้อยละของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์)	2.0
ผลกระทบจากเนื้อสาร	ไม่มี
ค่าความไม่แน่นอนขยาย (ร้อยละ)	13.3



รูปที่ 1 กราฟมาตรฐานของตะกั่ว



รูปที่ 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสาร มาตรฐานตะกั่วที่เติมกับความเข้มข้นของปริมาณตะกั่วที่วัดได้

ตารางที่ 3 แหล่งของค่าความไม่แน่นอนต่างๆ

แหล่งค่าความไม่แน่นอน	ค่าปริมาณ (x)	ค่าความไม่แน่นอนมาตรฐาน (u(x))	ค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานสัมพัทธ์ (u(x)/x)
น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)	0.2548	0.0001	0.0004
ปริมาตรตัวอย่าง (มิลลิลิตร)	100	0.0408	0.0007
ปริมาตรเบลงค์ (มิลลิลิตร)	100	0.0408	0.0007
ความเที่ยง (มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม)	196.0	5.6712	0.0289
ตะกั่วในสารละลายตัวอย่าง (มิลลิกรัมต่อลิตร)	0.4943		0.0595
ชุดสารมาตรฐานที่ใช้สร้างกราฟ มาตรฐาน (แกน x)			0.0059

4. สรุป (Conclusion)

การศึกษานี้แสดงถึงการพัฒนาวิธีทดสอบปริมาณตะกั่วในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วด้วยเครื่องอินดักทีฟพลาสมาออปติคัลอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ โดยการปรับเปลี่ยนวิธีการเตรียมสารละลายตัวอย่างจากวิธีมาตรฐานที่ใช้กระบวนการย่อยด้วยกรดบนแท่นให้ความร้อน มาใช้การย่อยตัวอย่างด้วยเครื่องย่อยสลายระบบไมโครเวฟที่เป็นระบบปิด ทำให้สามารถลดปริมาณกรดเข้มข้นที่ใช้และลดมลภาวะทางอากาศที่เกิดจากการย่อยด้วยกรดแบบปกติ เมื่อได้สภาวะการย่อยตัวอย่างแล้ว ได้ทำการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธีทดสอบปริมาณตะกั่วในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วที่ได้ปรับเปลี่ยน ผลจากการตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะต่างๆ ได้แก่ ความสัมพันธ์เชิงเส้น ชัดจำกัดในการตรวจหา ชัดจำกัดการวัดปริมาณ ช่วงการใช้งาน ความลำเอียง ความเที่ยง ผลกระทบจากเนื้อสาร และการประมาณค่าความไม่แน่นอน เป็นไปตามเกณฑ์การยอมรับที่กำหนด แสดงว่าวิธีทดสอบนี้เหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ ซึ่งผลการทดสอบปริมาณตะกั่วในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วที่เป็นวัสดุอ้างอิงมีค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ และค่าความไม่แน่นอนขยายอยู่ในเกณฑ์กำหนดค่าความไม่แน่นอนเป้าหมายสามารถใช้เป็นข้อมูลยืนยันได้อย่างดี จากข้อมูลทั้งหมดที่ศึกษาสามารถสรุปได้ว่าวิธีทดสอบที่ผ่านการ

ตรวจสอบความสมเหตุสมผลนี้สามารถนำมาใช้ในงานทดสอบปริมาณตะกั่วในโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วเพื่อให้บริการแก่ลูกค้า

5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

ขอขอบคุณนางสาวนรีระนาถ แจ่มทองสำหรับคำปรึกษาทางวิชาการ และขอขอบคุณนางสาวดวงมล เขาวงค์ศรีหมุดและนายวิระ สอนไธสง สำหรับคำแนะนำเกี่ยวกับเครื่อง ICP-OES รวมทั้งขอขอบคุณบริษัทไทยแลนด์สเมลติงแอนด์รีไฟนิงจำกัดสำหรับการอนุเคราะห์ตัวอย่างโลหะบัดกรีชนิดไม่มีตะกั่วในการศึกษาครั้งนี้

6. เอกสารอ้างอิง (References)

- (1) INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION. IEC 62321-5: 2013. Determination of certain substances in electrotechnical products — Part 5: Cadmium, lead and chromium in polymers and electronics and cadmium and lead in metals by AAS, AFS, ICP-OES and ICP-MS.
- (2) JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD. JIS Z 3910: 2008, Methods for chemical analysis of solder.
- (3) EURACHEM. Eurachem Guide: The Fitness for purpose of analytical methods, A Laboratory guide to method validation and related topics.

London : Laboratory of the government chemist, 1998.

(4) BARWICK, V. J., and S. L. R. ELLISON. VAM Project 3.2.1 Development and Harmonisation of Measurement Uncertainty Principles Part (d): Protocol for uncertainty evaluation from validation data, Version 5.1, January 2000.

(5) EURACHEM/ CITAC. Guide CG 4: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 3rd ed. London : Laboratory of the government chemist, 2012.

(6) MILLER, J.C., and J.N. MILLER. Statistics for analytical chemistry. 5th ed. England : Person Education Limited, 2005.