



รายงานวิจัย  
เรื่อง

การประกันคุณภาพสำหรับการวัดปริมาณน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนจาก  
ห้องปฏิบัติการเคมีโดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์

Assuring the quality for determination of copper complex  
wastewater from chemical laboratory using Flame Atomic  
Absorption Spectrophotometer

นางสาว กนกพร สุพงษ์  
MISS KANOKPORN SUPONG

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้  
ประเภทส่งเสริมนักวิจัย ประจำปีงบประมาณ 2561  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง



## รายงานวิจัย

### เรื่อง

การประกันคุณภาพสำหรับการวัดปริมาณน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนจาก  
ห้องปฏิบัติการเคมีโดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์

Assuring the quality for determination of copper complex  
wastewater from chemical laboratory using Flame Atomic  
Absorption Spectrophotometer

นางสาว กนกพร สุพงษ์  
MISS KANOKPORN SUPONG

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้  
ประเภทส่งเสริมนักวิจัย ประจำปีงบประมาณ 2561  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

งานวิจัยเรื่อง การประกันคุณภาพสำหรับการวัดปริมาณน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนจากห้องปฏิบัติการเคมีโดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

แหล่งเงิน ทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินรายได้ ประเภทส่งเสริมนักวิจัย

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561 จำนวนเงิน 40,000 บาท (สี่หมื่นบาทถ้วน)

ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่เดือนตุลาคม 2560 - กันยายน 2561

คณะผู้วิจัย นางสาว กนกพร สุพงษ์ สังกัดคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง 02-329-8000-8099

### บทคัดย่อ

โลหะทองแดงซึ่งคุณสมบัติในการละลายสูงในสภาพแวดล้อมทางน้ำถูกนำมาใช้เป็นวัตถุอันตรายสำหรับอุตสาหกรรมที่หลากหลาย งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการประกันคุณภาพของปริมาณทองแดงในน้ำเสียจากทองแดงสังเคราะห์โดยเทคนิคเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Flame Atomic Absorption Spectrophotometer (FAAS)) ซึ่งพบว่าการประกันคุณภาพเป็นสิ่งสำคัญต่อความน่าเชื่อถือของการปริมาณของทองแดงตามวิธีมาตรฐานในน้ำและน้ำเสีย การตรวจสอบข้อมูลแสดงให้เห็นว่ามีความเป็นเส้นตรงที่ดีเยี่ยมในช่วงของความเข้มข้นมาตรฐานทองแดงระหว่าง 1-5 มิลลิกรัม/ลิตร ความไวของการวิเคราะห์พบว่ามีค่า  $0.024 \text{ mgL}^{-1}$  ร้อยละการกู้คืนและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 91.43 % และ 0.43 % ตามลำดับ ขอบเขตของการวัดเชิงปริมาณต่ำกว่าความเข้มข้นของทองแดงในน้ำทิ้งซึ่งถูกกำหนดตามกฎหมาย ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าการประมาณค่าความไม่แน่นอนจากการทวนสอบคือ 0.00037 ดังนั้นจึงแสดงถึงผลการตรวจสอบที่ดีในการตรวจหาทองแดงในน้ำเสียสังเคราะห์โดยใช้เปลวไฟอะตอมมิกสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FAAS)

คำสำคัญ : การประกันคุณภาพ, ทองแดงเชิงซ้อน, น้ำเสียสังเคราะห์, มาตรฐานเคมี

**Project Title** Assuring the quality for determination of copper complex wastewater from chemical laboratory using Flame Atomic Absorption Spectrophotometer

**Researcher** Miss Kanokporn supong

**Faculty:** Science

**Department:** Chemistry

### ABSTRACT

Copper that has high solubility in the aquatic environments used as a material for a variety of industrial. This research is study assuring the quality for determination of copper complex wastewater from chemical laboratory using Flame Atomic Absorption. It is important for assurance that the determination of copper for reliability was performed according to the Standard methods for the examination of water and wastewater. The data validation shows possesses excellent linearity in the range of copper standard concentration between 1-5 mg/L. The sensitivity of the analysis was found to be  $0.024 \text{ mgL}^{-1}$ . The percentage of recovery and the relative standard deviation are 91.43 % and 0.43 %, respectively. The limit of quantitative measurement is lower than the concentration of copper in the effluent which is determined by law. The experimental results demonstrated that estimation of uncertainty from recovery uncertainty was 0.00037. They can demonstrate overall good quality of the results which assure the quality for determination of copper in synthetic wastewater using flame atomic absorption spectrometry (FAAS).

**Keywords:** assuring, copper-complex, synthetic wastewater, metrological chemistry

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัย เรื่อง การประกันคุณภาพสำหรับการวัดปริมาณน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนจากห้องปฏิบัติการเคมีโดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Assuring the quality for determination of copper complex wastewater from chemical laboratory using Flame Atomic Absorption Spectrophotometer) ซึ่งประกอบด้วย วิเคราะห์ถูกต้อง การทวนสอบ และการประเมินค่าความไม่แน่นอนด้วยแนวทางความสมเหตุสมผลของวิธีโดยใช้แผนภูมิกำงปลา ตามข้อกำหนดมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025:2005 เพื่อสร้างความน่าเชื่อถือของการนำผลการทดลองไปใช้ และสอดคล้องตามข้อกำหนดมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025:2005 ทางผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่างานวิจัยนี้จะเป็นทางเลือกหนึ่ง เพื่อป้องกันแก้ไขปัญหามลพิษ เป็นการรักษาคุณภาพชีวิตในสถานที่ทำงานและชุมชนอย่างปลอดภัยและใส่ใจต่อสิ่งแวดล้อม

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินรายได้ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561 จากคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ผู้วิจัยขอขอบคุณหน่วยงานผู้บริหารคณะวิทยาศาสตร์ ตลอดจนผู้ประสานงานวิจัยของส่วนงานวิชาการดังกล่าว คือ นางอาทิตา เสนีย์เดชกุล

คุณค่าและประโยชน์อันพึงมีของงานวิจัย ผู้วิจัยขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่านและบิดาผู้ล่วงลับ

กนกพร สุพงษ์

# สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในงานวิจัย	ซ
<b>บทที่1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
<b>บทที่2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>4</b>
2.1 การตรวจความเหมาะสมของวิธีวิเคราะห์.....	4
2.2 การทวนสอบ.....	5
2.3 การประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบ.....	5
2.4 การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง.....	10
<b>บทที่3 วิธีการดำเนินการวิจัย.....</b>	<b>13</b>
3.1 อุปกรณ์และสารเคมี.....	13
3.2 การเตรียมสารเคมี.....	14
3.3 วิธีการทดลอง.....	14
<b>บทที่4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล.....</b>	<b>17</b>
4.1 ผลศึกษาความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์.....	17
4.2 ผลศึกษาการทวนสอบ.....	18
4.3 ผลศึกษาการประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบ.....	19

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ.....	24
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	24
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	24
เอกสารอ้างอิง.....	25
ภาคผนวก ก ผลการทดลอง.....	28
ประวัติผู้เขียน.....	40

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ตัวหารที่ขึ้นกับการกระจายตัวและระดับความเชื่อมั่น.....	8
3.1 พารามิเตอร์สำหรับวิเคราะห์เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	14
4.1 ค่าความไวของวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์....	17
4.2 การประเมินความเหมาะสมของระบบของการวิเคราะห์ทองแดงในน้ำเสียโดยใช้FAAS .....	17
4.3 ร้อยละการได้กลับคืนของทองแดงโดยกระบวนการทวนสอบ .....	18

# สารบัญรูป

ภาพที่	หน้า
2.1 ความสัมพันธ์ขององค์ประกอบตามมาตรฐานวิชาเคมี.....	4
2.2 แผนภูมิแก๊งปลา.....	6
2.3 ลำดับการเจือจางสารละลายมาตรฐานทองแดงสำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน.....	8
4.1 ช่วงเส้นตรงสำหรับการวัดทองแดงโดยใช้ FAAS.....	18
4.2 แผนภูมิแก๊งปลาแสดงแหล่งความไม่แน่นอนของการวัดปริมาณไอออนทองแดง.....	19

## นียมคำศัพท์

FAAS	Flame Atomic Absorption Spectrophotometer
aq.	aqueous
pH	Potential of Hydrogen ion
มก.	มิลลิกรัม
มล.	มิลลิลิตร
Kg.	กิโลกรัม
SD	Standard Deviation
% RSD	Relative Standard Diviation
g/mol	grams per mole
mol/L	mole / liter
ppm.	Part per million
กก.	กิโลกรัม
ชม.	ชั่วโมง
นน.	น้ำหนัก
มม.	มิลลิเมตร

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย

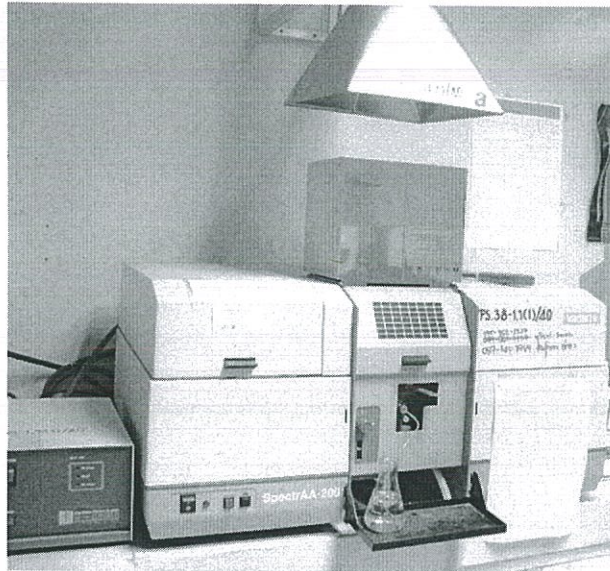
สารละลายเชิงซ้อนเทตระแอมมีนคอปเปอร์(II) ซัลเฟต โมโนไฮเดรต ( $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) มีค่าคงตัวของการเกิดสารละลายเชิงซ้อน เท่ากับ  $4.3 \times 10^{12}$  (Hu *et al.*, 2012) ย่อมแสดงว่าสารละลายดังกล่าวมีความเสถียรสูง สารละลายเชิงซ้อนดังกล่าวถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมสิ่งทอ ซึ่งจัดเป็นหนึ่งในอุตสาหกรรมหลักที่สร้างมูลค่าผลิตภัณฑ์มวลรวมในประเทศ (GDP) ของประเทศไทย (สำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม, 2558) นอกจากนี้สารละลายเชิงซ้อนเทตระแอมมีนคอปเปอร์ (II) ซัลเฟตโมโนไฮเดรต ( $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ถูกนำมาใช้ในการเรียนการสอนและงานวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ เนื่องจากสารเชิงซ้อนดังกล่าวมีองค์ประกอบเป็นทองแดงซึ่งเป็นโลหะหนักที่มีความหนาแน่น จุดเดือด จุดหลอมเหลวสูง สามารถดูดซึมได้ดีในกระเพาะอาหารและลำไส้ โดยไปสะสมที่กระดูก กล้ามเนื้อ ตับ สมอง เมื่อได้รับทองแดงติดต่อกันเป็นเวลานาน จะพบกลุ่มอาการ Wilson' Diseases คือ ร่างกายส่วนเทาอยู่ตลอดเวลา กล้ามเนื้อแข็งเกร็ง มีน้ำมูก น้ำลายไหล ควบคุมการพูดลำบาก และอาจส่งผลให้เกิดความผิดปกติทางจิต (ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตราย, 2558)

ดังนั้นถ้าทิ้งของเสียทางเคมีดังกล่าวก่อนที่จะทำการบำบัด อาจส่งผลกระทบและก่อปัญหามลพิษต่อแหล่งน้ำและผิวดิน ซึ่งอาจส่งผลกระทบต่อสุขภาพระดับชาติต่อไป (Chen *et al.*, 2013) จึงทำให้ปริมาณทองแดงถูกกำหนดไว้ในค่ามาตรฐานน้ำทิ้งตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรมฉบับที่ 2 (พ.ศ. 2539) ซึ่งกำหนดให้มีปริมาณทองแดงไม่เกิน 2 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยการตรวจสอบปริมาณทองแดงด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งสอดคล้องกับวิธีมาตรฐานสากลซึ่งกำหนดโดย APHA Method 3120A and American Society of the International Association for Testing and Materials (ASTM) : D1688-12

การตรวจสอบปริมาณทองแดงด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ โดยใช้เปลวไฟ หรือที่เรียกทั่วไปว่าเครื่องเฟลมอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Flame Atomic Absorption Spectrophotometer) (รูปที่ 1.1) ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะ โดยเมื่อสารละลายโลหะหนักถูกดูดผ่านเนบิวไลเซอร์ (nebulizer) เข้าไปที่เบิร์เนอร์ (burner) ที่มีเปลวไฟของก๊าซอะเซทิลีน (acetylene) กับออกซิเจน (oxygen) ทำให้เกิดเป็นอะตอมอิสระ หลังจากนั้นอะตอมอิสระจะดูดกลืนพลังงานจากแหล่งกำเนิดแสงฮอลโลว์แคโทด (hollow cathode lamp) ที่ความยาวคลื่นแตกต่างกัน ขึ้นกับชนิดของอะตอมโลหะหนัก โดยปริมาณของพลังงานที่ถูกดูดกลืนจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของอะตอมของโลหะหนักซึ่งถูกตรวจสอบด้วยดีเทคเตอร์ (detector) ที่สามารถใช้ได้ง่าย สะดวก มีความแม่นยำ และสามารถวิเคราะห์โลหะหนักปริมาณน้อยๆ ได้ถึงส่วนในล้านส่วน (แมน, 2555)

เนื่องจากผลการทดสอบการหาปริมาณโลหะทองแดงต้องมีความน่าเชื่อถือทางมาตรฐานวิธีวิเคราะห์ตามข้อกำหนดมาตรฐานสากล ISO/IEC17025:2005 ซึ่งเป็นมาตรฐานสากลที่ครอบคลุมตั้งแต่การเตรียมตัวอย่าง

ความชำนาญในการวิเคราะห์ทดสอบ การเก็บบันทึก ความสอกลับได้และการรายงานผลที่มีการประมาณค่าความไม่แน่นอน เพื่อประกันคุณภาพความน่าเชื่อถือของข้อมูลจากการทดลองตามแนวทาง ISO/GUM เพื่อให้ผู้ใช้ผลการทดลองมีความมั่นใจ (Standardization, 2005) โดยเฉพาะอย่างยิ่งกรณีที่ปล่อยน้ำทิ้งที่มีโลหะทองแดงลงสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ เพื่อเป็นไปตามกฎหมายกำหนดด้วยวัตถุประสงค์ด้านสิ่งแวดล้อม



รูปที่ 1.1 เครื่องเพลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น SpectrAA-200

งานวิจัยนี้ได้เสนอการประกันคุณภาพสำหรับการวัดปริมาณทองแดงในน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนโดยวิธีเพลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี โดยตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ (method validation) การทวนสอบวิธีทดสอบ (method verification) และวิเคราะห์ค่าความไม่แน่นอนของการวัด (method of measurement) ดังมีรายละเอียดดังนี้

- ตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีทดสอบ (method validation) โดยการทดสอบความเป็นเส้นตรงของช่วงการวิเคราะห์ ทดสอบความไวของการวิเคราะห์ ขีดจำกัดของการตรวจพบ ขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ การทดสอบความเที่ยงและความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์ที่ขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ
- ตรวจสอบการทวนสอบวิธีทดสอบ (method verification) โดยคำนวณร้อยละของการกลับคืนสารละลายมาตรฐานทองแดงที่มีค่าระบุการรับรอง ซึ่งสามารถสอกลับไปยังวัสดุอ้างอิงรับรองที่ผลิตโดย NIST (National Institute of Standards and Technology)
- วิเคราะห์และรายงานผลปริมาณทองแดงในน้ำเสียจากห้องปฏิบัติการเคมี โดยวิธีวิเคราะห์ที่ตรวจสอบความถูกต้องแล้ว

ประโยชน์ของโครงการวิจัยนี้เพื่อสร้างความเชื่อมั่นในคุณภาพผลการทดสอบว่ามีความถูกต้อง และน่าเชื่อถือตามหลักวิชาการต่อชุมชนที่อยู่ใกล้แหล่งกำเนิดน้ำเสีย ที่มีองค์ประกอบของสารละลายเชิงซ้อน คอปเปอร์แอมมีน ซึ่งได้แก่ โรงงานอุตสาหกรรมสิ่งทอ และห้องปฏิบัติการเคมีของสถาบันอุดมศึกษา เป็นต้น ก่อนที่จะปล่อยน้ำทิ้งดังกล่าวลงสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาการตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีหาปริมาณทองแดงในน้ำเสีย โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์
2. เพื่อศึกษาการทวนสอบวิธีทดสอบที่สามารถสอบกลับไปยังวัสดุอ้างอิงรับรองที่ผลิตโดย NIST
3. เพื่อศึกษาการประกันคุณภาพผลการวิเคราะห์ปริมาณทองแดงในน้ำเสียโดยมีความถูกต้อง และน่าเชื่อถือตามหลักวิชาการ
4. เพื่อนำผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับชาติ หรือตีพิมพ์เผยแพร่ในการประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

## 1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. ศึกษาการตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีหาปริมาณทองแดงในน้ำเสีย โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ โดยแปรค่าปัจจัยต่างๆ ได้แก่
  - 1.1 ช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity range) ของสารละลายมาตรฐานทองแดง
  - 1.2 ความไวของการวิเคราะห์ของสารละลายมาตรฐานทองแดง
  - 1.3 ขีดจำกัดของการตรวจพบ
  - 1.4 ขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ
2. ศึกษาการทวนสอบวิธีทดสอบที่สามารถสอบกลับไปยังวัสดุอ้างอิงรับรอง โดยการคำนวณร้อยละการกลับคืนของสารละลายมาตรฐานทองแดง
3. ศึกษาการรายงานผลทดสอบของปริมาณทองแดงในน้ำเสียโดยมีความถูกต้อง และน่าเชื่อถือตามหลักวิชาการ

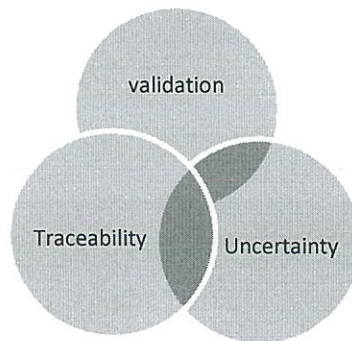
## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. เพื่อให้ผลการทดลองมีความน่าเชื่อถือตามข้อกำหนดมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025:2005

## บทที่ 2

# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การประกันคุณภาพของผลการทดลอง เพื่อแสดงความน่าเชื่อถือของข้อมูลตามแนวทาง ISO/GUM เพื่อให้ผู้ใช้ผลการทดลองมีความมั่นใจ (Standardization, 2005) โดยเฉพาะอย่างยิ่งเพื่อเป็นไปตามกฎหมายกำหนดด้วยวัตถุประสงค์ด้านสิ่งแวดล้อม ซึ่งการประกันคุณภาพผลการทดลองประกอบด้วยความต้องการของวิธีวิเคราะห์ ความสอบกลับได้ และการประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีวิเคราะห์ โดยพบว่าองค์ประกอบทั้งสาม มีความสัมพันธ์กัน ดังแสดงในรูปที่ 2.1 (Chairman et al., 2016)



รูปที่ 2.1 ความสัมพันธ์ขององค์ประกอบตามมาตรฐานวิชาการ

ดังนั้นการประกันคุณภาพผลการทดลองของวิธีทดสอบทางเคมี จึงประกอบด้วยขั้นตอนต่างๆ ดังนี้

1. การตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีวิเคราะห์ โดยมีการตรวจสอบความเหมาะสมของพารามิเตอร์ต่างๆ ดังนี้

1.1 ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (linearity) หมายถึง ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงแปรโดยตรงกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน ซึ่งมีความสัมพันธ์ในรูปสมการถดถอยเชิงเส้น (linear regression) และคำนวณค่า coefficient of determination ( $R^2$ ) จากกราฟ ซึ่งพบว่าค่า  $R^2$  มากกว่า 0.995 จะมีค่าเข้าใกล้ 1 จะเป็นช่วงที่สามารถอธิบายความสัมพันธ์ของตัวแปรทั้งสองได้เป็นอย่างดี ย่อมแสดงว่าเครื่องมือสามารถวิเคราะห์ได้อย่างเหมาะสม (Barwick et al., 2014)

1.2 ความไวของการวิเคราะห์ (sensitivity) หมายถึง ความเข้มข้นของธาตุที่ทำให้สัญญาณการดูดกลืนเปลี่ยนไป 0.0044 ค่าดังกล่าวถูกกำหนดไว้ในคู่มือเครื่อง โดยกำหนดให้มีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกิน  $\pm 20\%$  โดยคำนวณค่า characteristic concentration (mg/L) ดังสมการที่ 2.1

$$\text{Characteristic concentration(mg/L)} = (0.0044 \times C) / \text{Abs.เฉลี่ย} \quad (2.1)$$

เมื่อ C คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)

Abs. เฉลี่ย คือ ค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานลบด้วยค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงของแบลนด์

1.3 ขีดจำกัดของการตรวจพบ (Limit of Detection ; LOD) หมายถึง ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดโดยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ โดยทั่วไป LOD มีค่าประมาณ 3 เท่าของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของสารละลายแบลนด์

1.4 ขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantitative ; LOQ) หมายถึง ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวัดปริมาณสารในสารตัวอย่างโดยมีความแม่นยำและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ โดยทั่วไปขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ (LOQ) ในการคำนวณจะมีค่าประมาณ 10 เท่าของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของสารละลายแบลนด์ (กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 2550)

2. การทวนสอบ หมายถึง ความยอมรับผลการวัดในตัวอย่างว่ามีความแม่นยำหรือความถูกต้อง ความสอบกลับได้ สามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่ การสอบเทียบเครื่องมือวัด การวัดโดยวิธีปฐมภูมิ การวัดโดยใช้วัสดุอ้างอิงที่บริสุทธิ์ การใช้วัสดุอ้างอิงรับรองที่มีเนื้อสารเดียวกับหรือใกล้เคียงกับตัวอย่าง และการวัดโดยใช้วิธีที่ยอมรับ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการสอบกลับได้ตามข้อกำหนดด้านวิชาการของ ISO/IEC 17025 :7 เพื่อทวนสอบวิธีทดสอบ (method verification) โดยการเติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นปริมาณน้อยลงในตัวอย่าง แล้วคำนวณกลับมาในรูปร้อยละของการกลับคืน จากการสร้างกราฟของสารละลายมาตรฐานทองแดงที่มีค่าระบุการรับรองซึ่งสามารถสอบกลับไปยังวัสดุอ้างอิงรับรองที่ผลิตโดย NIST (National Institute of Standards and Technology) ประเทศสหรัฐอเมริกา (Shepherd et al., 2014) ดังสมการที่ 2.2

$$\text{ร้อยละของการกลับคืน (\% recovery)} = (A-B) \times 100 / C \quad (2.2)$$

เมื่อ A คือ ปริมาณสารที่มีในตัวอย่างรวมกับปริมาณสารมาตรฐานที่เติมลงไป (มิลลิกรัม/ลิตร)

B คือ ปริมาณสารที่มีในตัวอย่าง (มิลลิกรัม/ลิตร)

C คือ ปริมาณสารที่มีในตัวอย่างเฉลี่ย (มิลลิกรัม/ลิตร)

โดยที่ค่า % RSD ไม่ควรมากกว่า 7 และ ค่า % means recovery ควรอยู่ในช่วง 80 – 110 (Technical, 2013)

3. การประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบ หมายถึง ค่าที่ชี้ให้เห็นการกระจายตัวของผลการวัดที่เกิดจากความคลาดเคลื่อน ซึ่งแหล่งของค่าความไม่แน่นอน จัดได้เป็น 2 กลุ่ม ดังนี้

- ความคลาดเคลื่อนแบบสุ่ม (random errors) หรือ ความไม่แน่นอน type A คือ แหล่งของความไม่แน่นอนที่เกิดขึ้นจากความแตกต่างกันของค่าที่ได้จากการวัดแต่ละครั้ง เป็นสาเหตุให้ข้อมูลมีการกระจายตัวไปรอบๆ ค่าเฉลี่ย โดยไม่สามารถคาดการณ์แนวโน้มของความแตกต่างได้ ความคลาดเคลื่อนแบบสุ่ม ก็คือผลสะท้อนของการวัดซ้ำ ซึ่งก็คือ precision หรือ repeatability (Petrov et al., 2009)

- ความคลาดเคลื่อนของระบบ (systematic error) หรือความไม่แน่นอน type B คือ แหล่งความไม่แน่นอนที่เกิดขึ้นจากความไม่สมบูรณ์ในการวัด มีขนาดเท่าเดิมเมื่อทำวิธีเดิม ไม่สามารถทำให้ปริมาณลดลงได้ด้วยการวัดซ้ำ ได้แก่ ค่าความผิดพลาดของมาตรฐานซึ่งได้จากใบแสดงผลการสอบเทียบ, ค่าความไม่แน่นอนในการวัดที่แสดงไว้ในใบแสดงผลการสอบเทียบ, ค่าความละเอียดของมาตรฐานหรือเครื่องมือวัด, การ drift ของมาตรฐาน, วิธีดำเนินการ และสถานะแวดล้อมของการทดสอบ (Altieri *et al.*, 2011)

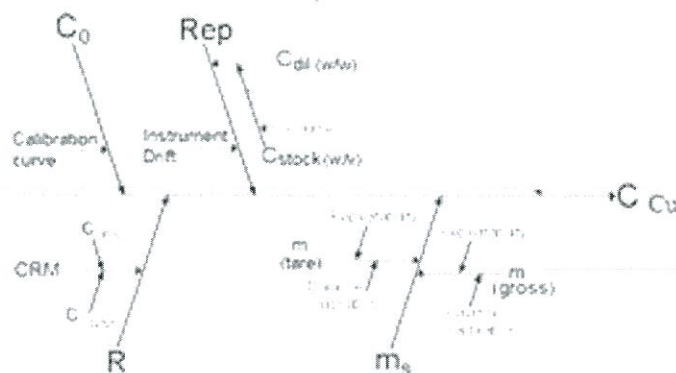
ซึ่งจากการวัดค่าการดูดกลืนแสงของทองแดงโดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ สามารถคำนวณค่าความเข้มข้นของทองแดงในน้ำเสียดังสมการที่ 2.3 (Marques *et al.*, 2015)

$$Cu \left( \frac{mg}{l} \right) = \frac{(C_0 \times V_{final})}{V_{initial} \text{ Recovery}} \quad (2.3)$$

โดยที่ $C_0$	คือ	ความเข้มข้นที่ได้จากการเทียบกราฟมาตรฐาน
$V_{final}$	คือ	ปริมาตรตัวอย่างหลังการเจือจาง
$V_{initial}$	คือ	ปริมาตรตัวอย่างก่อนการเจือจาง
Recovery	คือ	การได้กลับคืนของสารละลายอ้างอิงมาตรฐาน

หลังจากนั้นประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัด โดยแนวทางการประมาณค่าความไม่แน่นอนต้องคำนึงถึงความไม่แน่นอนทุกแหล่งย่อยที่มีนัยสำคัญ (Altieri *et al.*, 2010) โดยมีขั้นตอนดังนี้

3.1 หาแหล่งค่าความไม่แน่นอน (Identify sources of uncertainty) โดยใช้แผนภูมิแก๊งปลา จากสูตร Cause and effect diagram โดยเขียนให้ผลลัพธ์เป็นแกน ส่วนพารามิเตอร์ต่างๆ (parameters) ในสูตรเป็นแก๊งปลาหลัก และหาแหล่งที่มาของความไม่แน่นอนที่เกี่ยวข้องในแต่ละแก๊งปลาหลัก ว่ามีอะไรบ้างแยกออกเป็นแก๊งปลาย่อย (Chairman *et al.*, 2003) ดังตัวอย่างในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 แผนภูมิแก๊งปลาการวัดปริมาณทองแดงในน้ำเสียโดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

แต่จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า การประเมินค่าความไม่แน่นอนที่อาจส่งผลต่อค่าที่วิเคราะห์ได้ คือ ความไม่แน่นอนจากการทวนสอบ และความไม่แน่นอนจากการทำซ้ำ ดังนั้นจึงขอกล่าวรายละเอียดเฉพาะ ความไม่แน่นอนดังกล่าว

**3.2 คำนวณความไม่แน่นอนของแต่ละแหล่ง** โดยคำนวณค่าความไม่แน่นอนของแต่ละก้างปลาย่อย ซึ่งสามารถจำแนกแหล่งของความไม่แน่นอนในการวัดทองแดงจากน้ำเสียสังเคราะห์ได้ดังนี้

**3.2.1 ความไม่แน่นอนจากการทวนสอบด้วยสารละลายมาตรฐาน ( $\mu(R)$ )** โดยการเทียบกับกราฟมาตรฐาน มีค่าดังสมการที่ 2.4 (Santana, E.S.Sarkis, S.Azevedo, Ulrich, *et al.*, 2011)

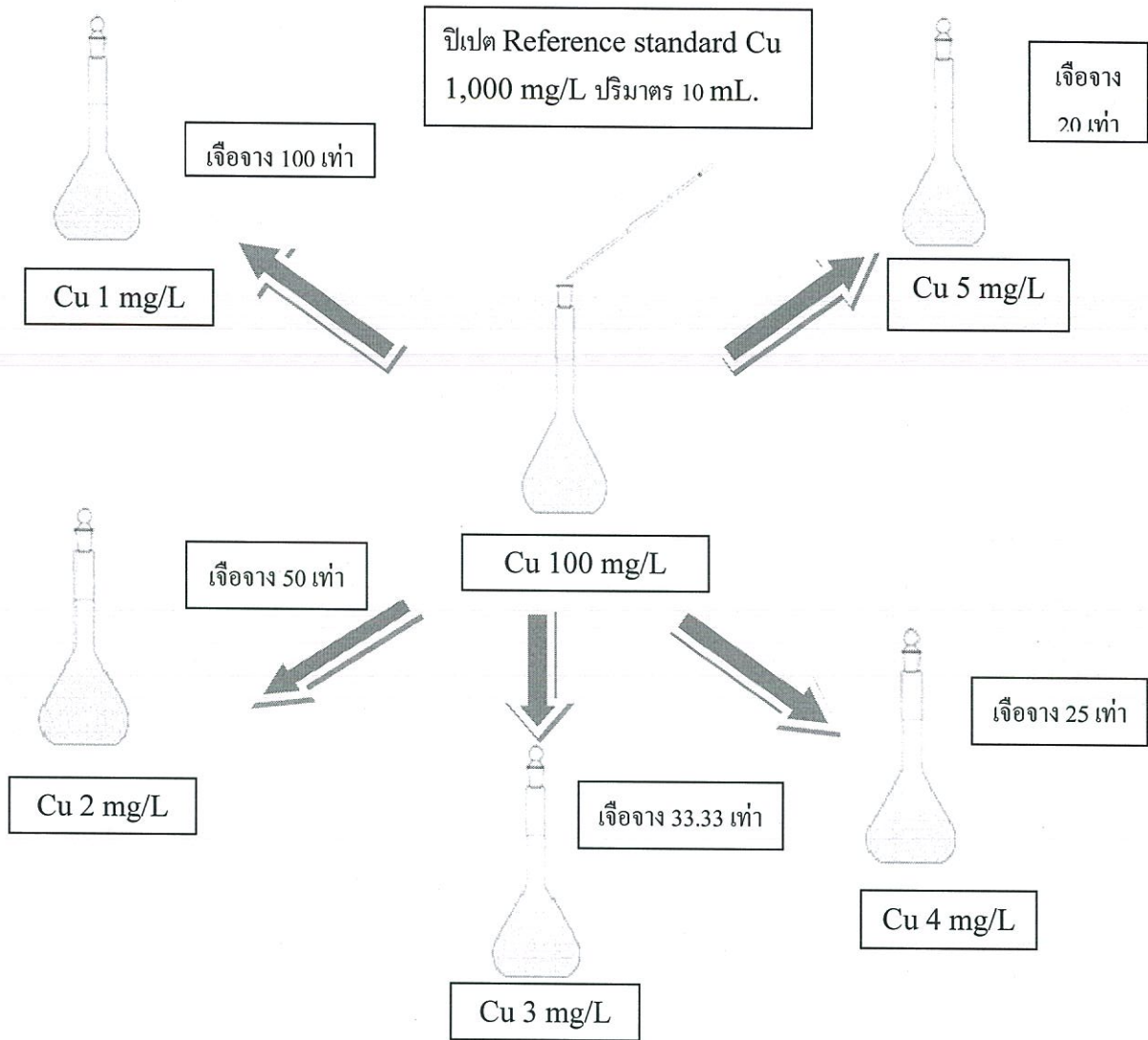
$$\mu(R) = \sqrt{\left(\frac{\mu(C_{CRM})}{C_{CRM}}\right)^2 + \frac{S_{Obs}^2}{n \times C_{Obs}^2}} \quad (2.4)$$

$\mu(R)$	คือ	ความไม่แน่นอนจากการทวนสอบด้วยสารละลายมาตรฐาน
$\mu(C_{CRM})$	คือ	ค่าความไม่แน่นอนที่มาจากสารละลายมาตรฐาน
$C_{CRM}$	คือ	ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างจากการเทียบกราฟมาตรฐาน
$S_{Obs}$	คือ	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ได้จากการวัดซ้ำของตัวอย่าง
$n$	คือ	จำนวนตัวอย่าง

### 3.2.3 ค่าความไม่แน่นอนจากการทำซ้ำ ได้แก่

ความไม่แน่นอนจากการทำเจือจางสารละลายมาตรฐาน ซึ่งมีแหล่งความไม่แน่นอนย่อย 3 แหล่ง คือ ความคลาดเคลื่อนจากสอบเทียบมาตรฐานเครื่องแก้ว การทำซ้ำ และจากอุณหภูมิ

- ความคลาดเคลื่อนของปริมาตรจากการทำซ้ำในการเจือจางสารละลายมาตรฐานทองแดง สำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน ซึ่งมีลำดับการเจือจางดังแสดงในรูปที่ 2.3 (Bader, 2011)
- ความคลาดเคลื่อนจากการสอบเทียบมาตรฐานเครื่องแก้ว
  - ขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร มีความคลาดเคลื่อนที่  $\pm 0.1$  มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส
  - ปิเปตแบบกระเปาะขนาด 10 มิลลิลิตร มีความคลาดเคลื่อนที่  $\pm 0.02$  มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส
  - ปิเปตแบบสเกลขนาด 5 มิลลิลิตร มีความคลาดเคลื่อนที่  $\pm 0.02$  มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส
- ความคลาดเคลื่อนจากอุณหภูมิ เนื่องจากอุณหภูมิมิมีผลต่อการขยายตัวของปริมาตรน้ำ เท่ากับ  $2.1 \times 10^{-4}$  มิลลิลิตรต่อองศาเซลเซียส (Dobilien et al., 2008)



รูปที่ 2.3 ลำดับการเจือจางสารละลายมาตรฐานทองแดงสำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน

หลังจากนั้นแปลงค่าความไม่แน่นอนแต่ละแหล่งเป็นค่าความไม่แน่นอนมาตรฐาน (Standard uncertainty;  $u_{std}$ ) โดยนำค่าความไม่แน่นอนที่ได้หารด้วยตัวหาร ซึ่งขึ้นกับแบบของการกระจายตัวและค่าความเชื่อมั่น ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ตัวหารที่ขึ้นกับการกระจายตัวและระดับความเชื่อมั่น

แหล่งของความไม่แน่นอน	ระดับความเชื่อมั่น (%)	รูปแบบการกระจายตัว	ตัวหาร
การสอบเทียบเครื่องมือและอุปกรณ์ทั่วไป	99	ปกติ	3
การตรวจสอบเครื่องมือ	95	ปกติ	2
การสอบเทียบเครื่องมือและอุปกรณ์ทั่วไป	ไม่ระบุความเชื่อมั่น	สี่เหลี่ยม	$\sqrt{3}$
ความบริสุทธิ์ของสารมาตรฐานที่ระบุเป็นช่วง	ไม่ระบุความเชื่อมั่น	สี่เหลี่ยม	$\sqrt{3}$

ตารางที่ 2.1 (ต่อ) ตัวหารที่ขึ้นกับการกระจายตัวและระดับความเชื่อมั่น

แหล่งของความไม่แน่นอน	ระดับความเชื่อมั่น (%)	รูปแบบการกระจายตัว	ตัวหาร
ปริมาตรที่เปลี่ยนแปลงเนื่องจากอุณหภูมิ	ไม่ระบุความเชื่อมั่น	สี่เหลี่ยม	√3
ความไม่แน่นอนจากสเกลเครื่องมือวัดทั่วไป	ไม่ระบุความเชื่อมั่น	สี่เหลี่ยม	√3
Tolerance ของเครื่องแก้ว	ไม่ระบุความเชื่อมั่น	สี่เหลี่ยม	√3
Resolution ของเครื่องแก้ว	ไม่ระบุความเชื่อมั่น	สามเหลี่ยม	√6
การวัด/ทดสอบซ้ำเพื่อหาความเที่ยง	ไม่ระบุความเชื่อมั่น		1
การตรวจสอบเครื่องมือ	ไม่ระบุความเชื่อมั่น		1

### 3.2 คำนวณค่าความไม่แน่นอนรวมจากแต่ละแหล่ง

- กรณีค่าความไม่แน่นอนแต่ละแหล่งมีหน่วยเดียวกัน ให้นำค่า Standard uncertainty มารวมกันได้เลย ดังสมการที่ 2.5

$$\mu = \sqrt{\mu_{a1}^2 + \mu_{a2}^2 + \dots + \mu_{an}^2} \quad (2.5)$$

- กรณีหน่วยต่างกัน หาค่า Standard uncertainty จากค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Uncertainty,  $U_{rsu}$ ) โดยนำค่า Standard Uncertainty หารด้วยปริมาณของ parameter นั้นก่อน แล้วจึงนำมารวมกัน ดังสมการที่ 2.6

$$\mu_{rsu} = \frac{\mu_{std}}{\text{quantity of parameter}} \quad (2.6)$$

3.3 คำนวณค่าความไม่แน่นอนรวม (Combined uncertainty) และขยายความไม่แน่นอน (expanded uncertainty) เพื่อความเชื่อมั่น การขยายค่าความไม่แน่นอนรวมโดยคูณค่า coverage factor (k) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ดังสมการที่ 2.7-2.8

$$\frac{\mu_c}{\text{quantity}} = \sqrt{(\mu_1)^2 + (\mu_2)^2 + \dots + (\mu_n)^2} \quad (2.7)$$

$$\mu_{expand} = k\mu_c \quad (2.8)$$

เมื่อ  $\mu_c$  เท่ากับ ความไม่แน่นอนมาตรฐานรวม  
 $\mu_{1-n}$  เท่ากับ ความไม่แน่นอนมาตรฐานของแต่ละปัจจัย  
 $\mu_{expand}$  เท่ากับ ความไม่แน่นอนขยาย

k เท่ากับ coverage factor  
quantity เท่ากับ ปริมาณของปัจจัย

3.4 รายงานผลการทดสอบในรูปแบบ  $x \pm \mu_{expand}$  ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ซึ่งส่งผลต่อการตัดสินใจในการยอมรับหรือไม่ยอมรับการกำจัดทองแดงในน้ำเสียด้วยวิธีการดังกล่าว ซึ่งตามข้อกำหนดของ ISO/IEC 17025 : 2005 ข้อ 5.10.3.1 (c) กำหนดให้ค่าที่วัดได้รวมกับค่าความไม่แน่นอน อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ สามารถรายงานค่าความไม่แน่นอน โดยจำนวนเลขนัยสำคัญหลังจุดทศนิยม (นอกจากค่าศูนย์) นิยมรายงานตัวเลขไม่เกิน 2 ตัว ส่วนกรณีผลทดสอบตรวจไม่พบทองแดงหรือมีค่าน้อยกว่าขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณ (LOQ) ไม่ต้องประมาณค่าความไม่แน่นอน (Ghorbani et al., 2008)

#### 4. การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง (Literature review)

Santana et al., 2011 ได้ทำงานวิจัยเกี่ยวกับการหาปริมาณของโลหะหนักต่างๆ ได้แก่ สังกะสี ทองแดง พรอท และตะกั่ว ในเนื้อปลาซึ่งใช้เป็นตัวชี้วัดทางชีวภาพโดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี (Atomic Absorption Spectrometry) เพื่อใช้เป็นข้อมูลทางในการประเมินคุณภาพสิ่งแวดล้อมของแหล่งน้ำ โดยมีการทดสอบความคงทนของวิธีทดสอบโดยทำการวัดปริมาณของโลหะหนักในเวลาต่างๆ และความน่าเชื่อถือวิธีทดสอบ โดยมีการคำนวณร้อยละของการกลับคืนสารละลายมาตรฐานที่มีค่าระบุการรับรอง ซึ่งสามารถสอบกลับไปยังวัสดุอ้างอิงรับรองที่ผลิตโดย NIST (National Institute of Standards and Technology) ซึ่งผลการทดลองที่ได้โดยประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัดโลหะหนักต่างๆ คือ พรอท สังกะสี ทองแดง และตะกั่วในเนื้อปลา ได้เท่ากับ  $7.70 \pm 0.88$ ,  $2.58 \pm 0.30$ ,  $3.13 \pm 0.37$  และ  $2.32 \pm 0.17$  ไมโครกรัมต่อเนื้อปลาหนึ่งกรัม ตามลำดับ

Gentscheva et al., 2012 ได้ทำงานวิจัยเกี่ยวกับการวัดปริมาณของโลหะต่างๆ ในน้ำ ด้วยเทคนิคเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี (Atomic Absorption Spectrometry) โดยตกตะกอนด้วย 2-nitroso-1-naphthol ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าขีดจำกัดการตรวจพบของปริมาณโลหะทองแดง นิกเกิล โคบอลต์ และตะกั่ว ได้เท่ากับ 0.61, 0.64, 0.89, 0.10 และ 0.60 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ โดยในกระบวนการทดลองมีการทวนสอบกลับได้โดยใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง SPS-WW2-Spectrapure Standards ที่ผลิตจากประเทศนอร์เวย์ และคาดหวังที่จะนำผลการทดลองดังกล่าวไปประยุกต์ใช้กับน้ำเสีย

นิระนารถ (2557) ได้ทำงานวิจัยเกี่ยวกับการประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัดในกรณีที่มีค่าผลทดสอบที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับเกณฑ์กำหนดที่ใช้ในการตัดสินใจ โดยเพื่อเปรียบเทียบค่าความไม่แน่นอนการวัดปริมาณพรอทในตัวอย่างน้ำโดยเทคนิค Flow Injection Atomic Absorption Spectrometry ที่ได้จากการประมาณค่าตามแนวทาง ISO/GUM และแนวทางการใช้ข้อมูลจากการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธี โดยจากการศึกษาพบว่าแหล่งค่าความไม่แน่นอนตามแนวทาง ISO/GUM ได้แก่ ความเที่ยง ปริมาตรตัวอย่าง ปริมาตรเบลนค์ ความเข้มข้นของตัวอย่างที่วัดโดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน ส่วนแหล่งความไม่แน่นอนตามแนวทางการใช้ข้อมูลจากการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธี ได้แก่ ความเที่ยงและความลำเอียง ค่าความไม่แน่นอนขยายที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ที่ได้มีค่าเท่ากับ 8.5 % และ 11 % ตามลำดับ

สุภาณี และคณะ (2558) ได้ทำงานวิจัยเกี่ยวกับการพัฒนาและตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ สารหนู ตะกั่ว และ แคดเมียม ในยาสมุนไพร โดยวิธี Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry (GFAAS) เพื่อประเมินความปลอดภัยของผลิตภัณฑ์ เตรียมตัวอย่างโดยวิธีย่อยสลาย ด้วยกรด แล้วตรวจหาปริมาณโดยวิธี GFAAS ตรวจสอบความถูกต้องของวิธีตามแนวทางของ ICH-Q2 (R<sub>1</sub>) พบว่าสารหนู ตะกั่ว และ แคดเมียม มีความเป็นเส้นตรงในช่วง 5-80, 10-80 และ 0.25-4.0 นาโนกรัมต่อ มิลลิลิตรตามลำดับ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์มากกว่า 0.999 ขีดจำกัดของการตรวจพบ เท่ากับ 2.5, 2.5 และ 0.16 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตรตามลำดับ โดยขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ เท่ากับ 1, 2 และ 0.1 ไมโครกรัมต่อกรัมตามลำดับ การทดสอบความแม่นยำของวิธีได้ค่าเฉลี่ยร้อยละของการกลับคืนเท่ากับ 105.6, 98.8 และ 101.0 วิธีวิเคราะห์มีความเที่ยงได้ค่าร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ น้อยกว่า 2.9, 2.0 และ 4.7 ตามลำดับ เมื่อนำวิธีวิเคราะห์นี้ไปตรวจหาการปนเปื้อนของสารหนู ตะกั่ว และ แคดเมียม ในยาสมุนไพรที่มีจำหน่ายในประเทศไทย พบว่าการปนเปื้อนของโลหะหนักทั้งสามชนิดไม่เกินมาตรฐานที่กำหนดไว้ในตำรามาตรฐานยาสมุนไพรไทย

แก้วกมลและดร.ศักดิ์สิทธิ์ (2558) ได้ทำงานวิจัยเกี่ยวกับการหาปริมาณโลหะเหล็ก ทองแดง ตะกั่ว และ สังกะสีในน้ำเมาโดยเทคนิคเฟลอมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี ที่สุ่มจากจังหวัดสกลนครและ ชัยภูมิจำนวน 5 ตัวอย่าง นำตัวอย่างน้ำเมามาย่อยด้วยกรดไนตริก อัตราส่วน 2:1 โดยปริมาตร และเติม ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในขั้นตอนการวิเคราะห์ พบว่าช่วงกราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงของโลหะมีความเข้มข้น ในช่วงที่แตกต่างกันดังนี้ 2.0-6.0, 1.0-5.0, 1.0-20.0 และ 0.2 - 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ โดยมีค่า สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ ( $r^2$ ) > 0.997 และค่า LOD และ LOQ ของเหล็กและทองแดงมีค่าเท่ากัน คือ 0.012 และ 0.04 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ สำหรับตะกั่ว เท่ากับ 0.195 และ 0.65 มิลลิกรัมต่อลิตร และสังกะสี เท่ากับ 0.063 และ 0.21 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วง 83.1-92.9, 85.1-99.1, 90.5 -105 ตามลำดับ ความเข้มข้นของโลหะที่พบในตัวอย่างน้ำเมา มีค่า 8.65 - 10.26, 1.46 - 3.08, 3.90 - 4.42 และ ไม่สามารถตรวจวัดได้ ตามลำดับ จากการเปรียบเทียบการหาปริมาณโลหะในตัวอย่างน้ำเมาโดยวิธี กราฟมาตรฐานกับวิธีเติมสารละลายมาตรฐาน พบว่าปริมาณโลหะมีค่าไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้น ตัวอย่างน้ำเมาที่เป็นสินค้า OTOP จากจังหวัดสกลนคร และชัยภูมินี้ มีความปลอดภัยต่อผู้บริโภคภายใต้ มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมไทยที่กำหนดปริมาณสูงสุดของโลหะที่ยอมรับได้สำหรับ เหล็ก 15 มิลลิกรัม ต่อลิตร ทองแดงและสังกะสี 5 มิลลิกรัมต่อลิตร และตะกั่ว 0.2 มิลลิกรัมต่อลิตร

Ata et al., 2015 ได้ศึกษาพัฒนาวิธีวิเคราะห์ในการหาปริมาณสังกะสีในอินซูลินโดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์ด้วยเทคนิคการทำให้สังกะสีกลายเป็นไอด้วยการรีดิวซ์ให้เป็นไฮไดรด์ แล้วผ่าน เข้าไปในเปลวไฟไฮโดรเจน ความร้อนจากเปลวไฟไฮโดรเจนทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรี โดยวัดที่ความยาว คลื่น 213.9 นาโนเมตร โดยมีการทดสอบพารามิเตอร์ต่างๆของเครื่อง ได้แก่ ช่วงความเป็นเส้นตรงของความ เข้มข้นกับค่าการดูดกลืน ซึ่งพบว่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานสังกะสีอยู่ในช่วง 0.20 - 1.20 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร โดยความสัมพันธ์อยู่ในรูปสมการเชิงเส้น  $y = 0.144x - 0.010$  มีค่า coefficient of determination,  $R^2$  เท่ากับ 0.99842 ทดสอบความเที่ยงของวิธีในการวัดซ้ำแต่ละชั่วโมงภายในวันเดียวกัน มี

ค่าเท่ากับร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 0.78 โดยไม่มีค่าแตกต่างเมื่อวัดซ้ำในวันที่แตกต่างกัน  
ขีดจำกัดของการตรวจพบ และ ขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ เท่ากับ 0.0032 และ 0.0120 ไมโครกรัมต่อ  
มิลลิลิตร และร้อยละการคืนกลับเท่ากับ 99.8 โดยมีร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 1.13 ซึ่งจากการ  
วิจัยพบว่าวิธีดังกล่าวมีความไว น่าเชื่อถือ และความแม่นยำ จึงมีความเหมาะสมในการวัดปริมาณสังกะสีใน  
อินซูลินโดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

##### 3.1.1 สารเคมี

1. คอปเปอร์ซัลเฟตเพนทระไฮเดรต (Coppersulfate pentahydrate,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ ) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย
2. กรดซัลฟูริกเข้มข้น (Sulfuric acid,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย
3. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย
4. สารละลายมาตรฐานทองแดง 1,000 ppm เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Merck ประเทศเยอรมนี
5. กรดไนตริกเข้มข้น (Nitric acid,  $\text{HNO}_3$ ) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย

##### 3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องวัดความเป็นกรด-เบสยี่ห้อ Metrohm รุ่น 827 บริษัท Metrohm ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
2. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น SpectrAA-200 บริษัท Compaq Hewlett Packard ประเทศสหรัฐอเมริกา
3. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น AUX 220 บริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น
4. อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ
5. เครื่องกรองน้ำชนิดรีเวอร์สออสโมซิส
6. เทอร์โมมิเตอร์
7. ตู้อบ
8. ครุชีเบลชนิดมีรูพรุน
9. เครื่องกรองสารระบบสุญญากาศ

10. เครื่องแก้วต่าง ๆ ได้แก่ ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปิเปตแบบสเกล ปิเปตแบบกระเปาะ ขวดวัดความถ่วงจำเพาะของน้ำ กระจกทรงโยแก้ว ขวดรูปขมพู่ ปิกเกอร์ ขวดกรอง สารละลายชุดท่อแก้วสำหรับดักจับไอกรด ขวดสำหรับย่อย ถาดสแตนเลส พาสเจอร์ปิเปต เป็นต้น

11. กระจกยูนิเวอร์ซัลอินดิเคเตอร์

12. ขวด HDPE ขนาด 125 มิลลิลิตร

### 3.2 การเตรียมสารเคมี

#### 3.2.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน ปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดงเข้มข้น 1,000

มิลลิกรัม/ลิตร จำนวน 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1% HNO<sub>3</sub> จนถึงขีดปริมาตร จะได้สารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น (Copper standard solution) 100 มิลลิกรัม/ลิตร หลังจากนั้นปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดงที่เตรียมดังกล่าว จำนวน 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิลิตรตามลำดับ ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1% HNO<sub>3</sub> จนถึงขีดปริมาตร จะได้สารละลายมาตรฐานทองแดงเข้มข้น ความเข้มข้น 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัม/ลิตร ตามลำดับ

3.2.2 การเตรียมตัวอย่างน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนสังเคราะห์ ซึ่งมีความเข้มข้นของทองแดง 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งเป็นค่ามาตรฐานการปนเปื้อนตามมาตรฐานน้ำทิ้งของกรมโรงงาน กระทรวงอุตสาหกรรม

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดง (Copper standard solution) ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร จำนวน 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร แล้วเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วนโมลของไอออนทองแดง:แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เท่ากับ 1 : 4 ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนมีปริมาตร 1 ลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานทองแดงเชิงซ้อนเข้มข้น 2 มิลลิกรัม/ลิตร

2. น้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนจากห้องปฏิบัติการเคมี อาคารศูนย์เรียนรวมสมเด็จพระเทพรัตนราชสุดา

### 3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 ตรวจสอบความเหมาะสมของการวัดปริมาณทองแดงในน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อน โดยเทคนิคเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี โดยใช้พารามิเตอร์สำหรับวิเคราะห์เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 พารามิเตอร์สำหรับวิเคราะห์เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

พารามิเตอร์	Wavelength (nm)	Flame type	Background correction	Linear to (mg/L)	Sensitivity Check (mg/L)
ทองแดง	324.8	Air-acetylene	on	1.6	1.3

โดยวิเคราะห์ความเหมาะสมของวิธีที่ใช้ในการหาปริมาณของทองแดงในน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อน ดังนี้

1) การหาความไวของการวิเคราะห์ (Sensitivity) หาค่าความไวของการวิเคราะห์ นำน้ำปราศจากไอออน และสารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้นที่มีค่าการดูดกลืนแสง  $\cong 0.2$  นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงจำนวน 10 ครั้ง นำไปหาค่าเฉลี่ยค่าการดูดกลืนแสงหลังหักแบลงค์ จากนั้นเครื่องจะประมวลผลค่า characteristic concentration (mg/l) ดังสมการที่ 2.1

2) การทดสอบความเป็นเส้นตรงและช่วงของการวิเคราะห์ (linearity range) นำสารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 1, 2, 3, 4, 5 mg/l ไปวัดค่าการดูดกลืนแสง สร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสง คำนวณค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ เพื่อศึกษาความเป็นเส้นตรง ซึ่งควรมีค่าไม่ต่ำกว่า 0.995

3) การหาขีดจำกัดของการตรวจพบ (LOD) และการหาขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ (LOQ) นำตัวอย่างแบลงค์อ่านค่าการดูดกลืนแสง 10 ครั้ง เครื่องจะประมวลผลข้อมูลออกมาในรูปความเข้มข้นโดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานที่สร้างไว้ แล้วจึงหาค่าความเข้มข้นเฉลี่ย (Mean) และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) จากนั้นคำนวณค่า  $LOD = \text{ความเข้มข้นเฉลี่ยของแบลงค์} \pm 3SD$  คำนวณหาค่า  $LOQ_{\text{คำนวณ}} = \text{ความเข้มข้นเฉลี่ยของแบลงค์} \pm 10SD$

### 3.3.2 การทวนสอบวิธีทดสอบ โดยการทดสอบความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์ ดังนี้

เตรียมสารละลายน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนสังเคราะห์ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวน 4 ใบ หลังจากนั้นเติมสารละลายมาตรฐานทองแดงทองแดงเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรดังกล่าว จำนวน 0,1, 3 และ 5 มิลลิกรัมตามลำดับ ปรับปริมาตรด้วย 1 %  $HNO_3$  ซึ่งในขวดวัดปริมาตรจะประกอบด้วยสารละลายทองแดงเชิงซ้อนสังเคราะห์และสารละลายมาตรฐานทองแดงเข้มข้น 0,1, 3 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตรตามลำดับ จากนั้นนำสารละลายดังกล่าวไปวัดปริมาณของทองแดง โดยใช้เทคนิคเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ โดยใช้ฟารามีเตอร์ตามตารางที่ 3.1 จากผลการทดลองคำนวณค่าร้อยละของการกลับคืน (% recovery) ของแต่ละความเข้มข้น คำนวณค่าเฉลี่ยร้อยละของการกลับคืน (% mean recovery) และค่าร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% Relative Standard Deviation, %RSD โดยที่ % mean recovery ควรอยู่ในช่วง 80-110 และค่า % RSD ของทองแดงไม่มากกว่า 7

3.3.3 การประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัด (Measurement uncertainty) จากการทดลอง ทำการคำนวณความไม่แน่นอนที่มาจากการทวนสอบ ดังนี้

ความไม่แน่นอนจากการทวนสอบ เนื่องจากสารละลายมาตรฐานอ้างอิงมีความเข้มข้นเท่ากับ  $1,000 \pm 0.005$  มิลลิกรัมต่อลิตร จึงสามารถคำนวณค่าความไม่แน่นอนจากการทวนสอบ ดังสมการที่ 2.4 รายงานผลการทดสอบการวัดการตรวจวิเคราะห์ทองแดงเชิงซ้อนสังเคราะห์ที่ระดับ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร คำนวณหาค่าความไม่แน่นอนรวม (Combined uncertainty) ดังสมการที่ 2.7, คำนวณค่าขยาย

ความไม่แน่นอน (expanded uncertainty) เพื่อความเชื่อมั่นโดยคูณค่า coverage factor (k) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ดังสมการที่ 2.8

3.3.4 วัดปริมาณไอออนทองแดงในน้ำเสียเชิงซ้อน นำน้ำเสียหลังการเรียนปฏิบัติการเคมีทั่วไปและปฏิบัติการเคมีเบื้องต้น เรื่องสารประกอบโคออร์ดิเนชัน

3.3.5 รายงานผลการวัดไอออนทองแดงในน้ำเสียเชิงซ้อน ในรูป  $x \pm \mu_{expand}$  ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

## บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล

จากการตรวจสอบปริมาณไอออนทองแดงในน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อน โดยใช้พารามิเตอร์จากตารางที่ 3.1 ซึ่งมีการประกันคุณภาพสำหรับการวัดปริมาณไอออนทองแดงตามมาตรฐานทางเคมี ได้แก่ ความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ (Validation Method), กระบวนการสอบกลับได้ (Traceability Process) และการประมาณค่าความไม่แน่นอนจากการวัด (Measurement Uncertainty) ได้ผลการทดลองดังนี้

### 4.1. ผลศึกษาความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ (Validation Method) ซึ่งประกอบด้วย

4.1.1 ความไวของการวิเคราะห์ (Sensitivity) ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ โดยใช้สารละลายไอออนทองแดงเข้มข้น 1.3 มิลลิกรัมต่อลิตร นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงจำนวน 10 ครั้ง จากการประมวลผลของเครื่องเพื่อคำนวณหาค่า characteristic concentration ได้ผลดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ค่าความไวของการวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

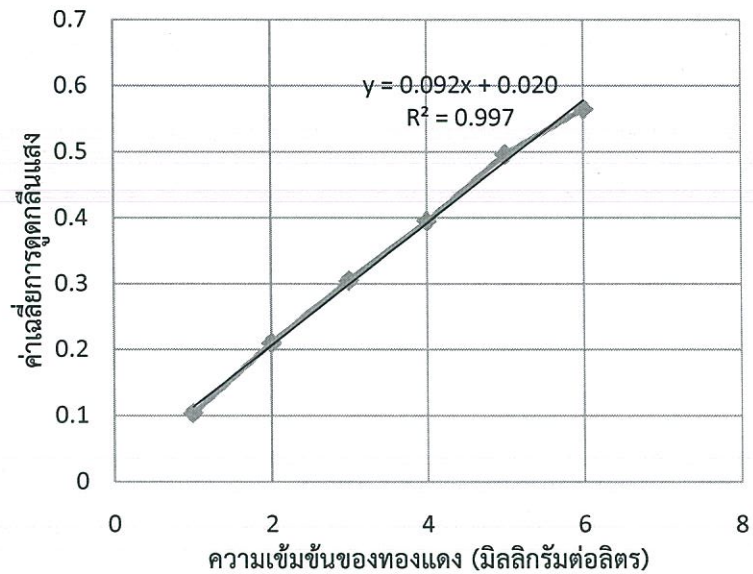
Characteristic concentration average	(mg/l)
Characteristic concentration <small>คำนวณ</small>	0.024
Characteristic concentration <small>เครื่องมือ</small>	0.025
% ค่าความคลาดเคลื่อนจากเครื่องมือ	4

4.1.2 ผลการทดสอบ system suitability นำสารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 1, 2, 3, 4, 5 mg/l ไปวัดค่าการดูดกลืนแสง จะได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 การประเมินความเหมาะสมของระบบของการวิเคราะห์ทองแดงในน้ำเสียโดยใช้ FAAS

Copper standard (mgL <sup>-1</sup> )	Absorbance (mean)	% Relative standard deviation (%RSD)
1	0.104	1.28
2	0.21	0.57
3	0.305	0.50
4	0.395	1.22
5	0.496	0.57
6	0.565	0.28

4.1.3 ผลการทดสอบความเป็นเส้นตรงและช่วงของการวิเคราะห์ (linearity range) จากผลการทดลองการทดสอบ



รูปที่ 4.1 ผลการทดสอบความเป็นเส้นตรงและช่วงของการวิเคราะห์

4.2 ผลศึกษาการทวนสอบ (Traceability process)

ผลการทดลองของกระบวนการทวนสอบโดยการเติมสารละลายมาตรฐานทองแดงเข้มข้น 1 และ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในสารละลายเชิงซ้อนทองแดงเข้มข้น 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ดังแสดงในตารางที่ 4.3

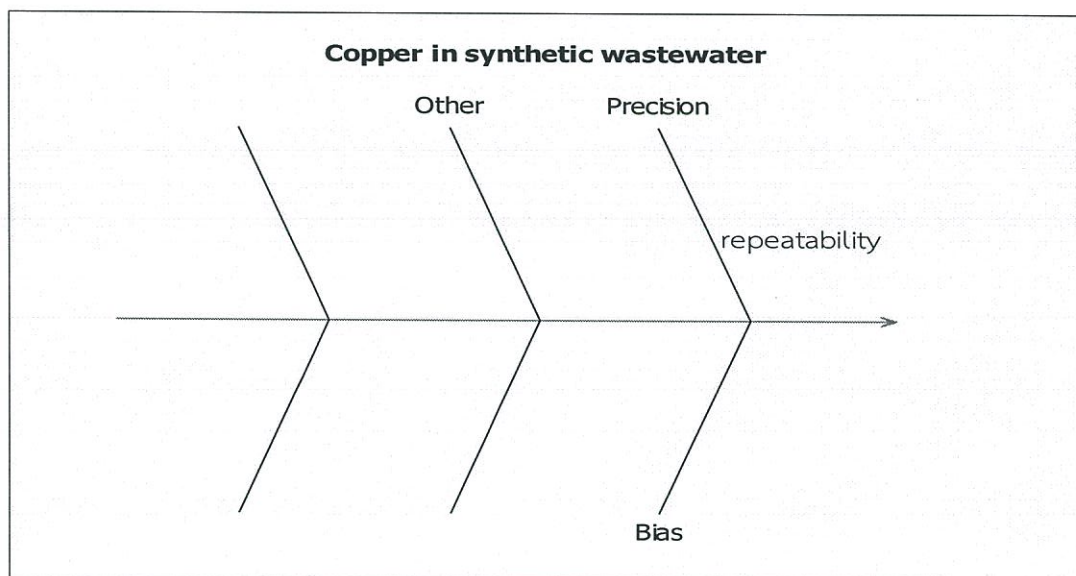
ตารางที่ 4.3 ร้อยละการได้กลับคืนของทองแดงโดยกระบวนการทวนสอบ

สารละลาย	ความเข้มข้น (mgL <sup>-1</sup> )	ความเข้มข้นทั้งหมด (mgL <sup>-1</sup> )	ความเข้มข้นที่ได้จากกราฟมาตรฐาน (mgL <sup>-1</sup> )	ความเข้มข้นที่ได้กลับคืน (mgL <sup>-1</sup> )	การได้กลับคืน (%)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%)	ขีดจำกัดการตรวจพบ	ขีดจำกัดการวัดปริมาณ
sample	1.8663	2.8663	2.7754	0.9091	90.91	0.89	0.0042	0.014
Std.added	1							
sample	1.8663	3.8663	4.2935	2.4272	80.91	0.0046		
Std.added	3							
sample	1.8663	6.8663	6.9891	5.1228	102.46	0.39		
Std.added	5							

จากผลการทดลองพบว่าค่าการได้กลับคืนเฉลี่ยของสารละลายมาตรฐานทองแดงมีค่าใกล้เคียงกับค่าจริง คือ ร้อยละการกลับคืน มีค่าเท่ากับ 91.43, ร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ อยู่ในช่วงระหว่าง 0.0046-0.89 โดยจากการวิเคราะห์ขีดจำกัดการตรวจพบและขีดจำกัดการวัดปริมาณ เท่ากับ 0.0042 มิลลิกรัมต่อลิตร และ LOQ 0.0140 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ดังนั้นจากผลการดังกล่าวจึงมีแนวโน้มว่า กระบวนการทดลองมีความถูกต้องค่อนข้างสูง

#### 4.3. ผลศึกษาการประมาณค่าความไม่แน่นอนของวิธีทดสอบ (Measurement uncertainty)

จากการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดปริมาณไอออนทองแดงในน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนสังเคราะห์ โดยใช้แนวทางการใช้ข้อมูลจากการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธีแสดงในรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 แผนภูมิ ก้างปลาแสดงแหล่งความไม่แน่นอนของการวัดปริมาณไอออนทองแดง

จากแผนภูมิ ก้างปลา รูปที่ 4.2 แสดงแหล่งความไม่แน่นอนของการวัดปริมาณไอออนทองแดงในน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนสังเคราะห์ โดยใช้แนวทางการใช้ข้อมูลจากการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธี ได้แก่

4.3.1 การทำซ้ำ เป็นค่าความไม่แน่นอนชนิด A โดยตรวจสอบความเที่ยงของวิธีทดสอบจากเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้ คือ เครื่องเฟลมอะตอมมิกซ์แอบซอร์พชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (Flame Atomic Absorption Spectrophotometer) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\mu(\text{Repe}) = \left( \frac{\text{MaxRSD}}{\sqrt{n}} \right)$$

โดยที่ Max RSD เท่ากับ ค่า relative standard deviation สูงสุดของช่วงที่ใช้ในการวิเคราะห์

n เท่ากับ จำนวนทั้งหมดที่ใช้ในการทดสอบ

จากผลการทดลองค่า Relative standard deviation สูงสุดของช่วงที่ใช้ในการวิเคราะห์ เท่ากับ 0.551 และ จำนวนทั้งหมดที่ใช้ในการทดสอบ เท่ากับ 50 ดังนั้นจากการแทนค่าตามสมการจะได้ ค่าความไม่แน่นอนจากเครื่องมือ เท่ากับ 0.0721

4.3.2 ความไม่แน่นอนจากการทวนสอบ เนื่องจากความลำเอียงดังกล่าว มี 2 แหล่ง คือ  $\mu(\bar{R})_m$  เป็นตัวแทนของวิธีทดสอบ พิจารณาจากค่าความเข้มข้นระดับกลางที่ใช้ศึกษาความลำเอียงของวิธีซึ่งมีค่าเท่ากับ  $3 \text{ mgL}^{-1}$  และ  $\mu(\bar{R})_s$  เป็นตัวแทนของตลอดช่วงใช้งาน จึงมีความสามารถคำนวณค่าความไม่แน่นอนจากการทวนสอบ ดังสมการที่ 2.4 คือ

$$\mu(\bar{R})_m = \bar{R}_m \times \sqrt{\left(\frac{\mu(C_{spike})}{C_{spike}}\right)^2 + \frac{S_{obs}^2}{n \times C_{obs}^2}}$$

$\mu(\bar{R}_m)$  คือ ความไม่แน่นอนจากการทวนสอบด้วยสารละลายมาตรฐาน

$\bar{R}_m$  คือ ค่าการทวนสอบเฉลี่ย

$\mu(C_{spike})$  คือ ความไม่แน่นอนมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานที่เติมลงใน *spiked sample*

$C_{spike}$  คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่เติมลงใน *Spiked sample* =  $3 \text{ mgL}^{-1}$

$S_{obs}$  คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานการทดสอบซ้ำของ *Spiked sample* ในภาวะ repeatability

n คือ จำนวนครั้งที่ทดสอบซ้ำ = 10

$$\left(\frac{\mu(C_{spike})}{C_{spike}}\right) = \sqrt{\left(\frac{\mu(C_{std})}{C_{std}}\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{0.005}{\sqrt{3} \times 1000}\right)^2} = 2.87 \times 10^{-5}$$

$$\bar{R}_m = \frac{\bar{C}_{obs}}{C_{spike}} = \frac{2.6232}{3} = 0.8744$$

$$\mu(\bar{R}_m) = 0.8744 \times \sqrt{(2.87 \times 10^{-5})^2 + \frac{(0.0035)^2}{10 \times (2.6232)^2}}$$

$$= 0.00037$$

ตรวจสอบความมีนัยสำคัญของความลำเอียง ซึ่งต้องพิจารณาว่าค่าคืนกลับแตกต่างจาก 1 หรือไม่ โดยใช้ *t-test*

$$t_{\text{คำนวณ}} = \frac{|1 - \bar{R}_m|}{\mu(\bar{R})_m} = \frac{|1 - 0.8744|}{0.00037} = 339.46$$

พิจารณาค่า  $t_{\text{คำนวณ}}$  เทียบกับค่า *coverage factor* (*k*) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% มีค่าเท่ากับ 2 จะเห็นว่า  $t_{\text{คำนวณ}}$  มีค่ามากกว่า 2 ดังนั้นค่าคืนกลับจึงแตกต่างจาก 1 อย่างมีนัยสำคัญ คำนวณ

$$\begin{aligned} \frac{\mu(\bar{R}_m) //}{\bar{R}_m} &= \sqrt{\left(\frac{1 - \bar{R}_m}{k}\right)^2 + \mu(\bar{R}_m)^2} \\ &= \sqrt{\left(\frac{1 - 0.8744}{2}\right)^2 + (0.00037)^2} = 0.0628 \end{aligned}$$

$\mu(\bar{R}_S)$  หาได้จากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าคืนกลับเฉลี่ยของตัวอย่างตลอดช่วงใช้งาน

$$\frac{\mu(\bar{R}_S)}{\bar{R}_S} = \text{SD} = 0.0038 \text{ mgL}^{-1}$$

คำนวณค่าความไม่แน่นอนรวมของความลำเอียง

$$\begin{aligned} \frac{\mu(R)}{R} &= \sqrt{\left(\frac{\mu(\bar{R}_m) //}{\bar{R}_m}\right)^2 + \frac{\mu(\bar{R}_S)^2}{\bar{R}_S^2}} = \sqrt{(0.0628)^2 + 0.0038^2} \\ &= 0.0629 \end{aligned}$$

จากการศึกษาความลำเอียงและความเที่ยงของวิธีทดสอบมีการใช้ปิเปตและขวดวัดปริมาตรขนาดต่างๆ แบบสุ่มในช่วงระยะเวลาหนึ่ง ผลกระทบของเครื่องแก้วเชิงปริมาตรที่ใช้และภาวะแวดล้อมจึงได้รวมไว้กับค่าความไม่แน่นอนจากความลำเอียงและความเที่ยงแล้ว

4.4. คำนวณค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานรวม (Combined uncertainty) และขยายความไม่แน่นอน (expanded uncertainty)

4.4.1 คำนวณค่าความไม่แน่นอนมาตรฐานรวม (Combined uncertainty) จากสมการดังนี้

$$\frac{\mu_c}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu(R)}{R}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{rep}}{\bar{X}}\right)^2} = \sqrt{(0.0629)^2 + (0.0721)^2}$$

$$\mu_c = 0.0957 \times 2 = 0.1914$$

4.4.2 คำนวณความไม่แน่นอนขยายที่ระดับความเชื่อมั่น 95% โดยการขยายค่าความไม่แน่นอนรวม โดยคูณค่า coverage factor (k) ดังสมการ

$$\mu_{expand} = k\mu_c = 2 \times 0.1914 = 0.3828$$

เมื่อ	$\mu_c$	เท่ากับ	ความไม่แน่นอนมาตรฐานรวม
	$\mu_{1-n}$	เท่ากับ	ความไม่แน่นอนมาตรฐานของแต่ละปัจจัย
	$\mu_{expand}$	เท่ากับ	ความไม่แน่นอนขยาย
	k	เท่ากับ	coverage factor
	quantity	เท่ากับ	ปริมาณของปัจจัย

4.5 วัดปริมาณไอออนทองแดงในน้ำเสียเชิงซ้อน นำน้ำเสียหลังการเรียนปฏิบัติการเคมีทั่วไปและปฏิบัติการเคมีเบื้องต้น เรื่องสารประกอบโคออร์ดิเนชัน จากสมการที่ 2.3

$$Cu \left( \frac{mg}{l} \right) = \frac{(C_0 \times V_{final})}{V_{initial Recovery}}$$

$$= 2591.71 \text{ มิลลิกรัมต่อลิตร}$$

โดยที่  $C_0$  คือ ความเข้มข้นที่ได้จากการเทียบกราฟมาตรฐาน=2.3696

$V_{final}$  คือ ปริมาตรตัวอย่างหลังการเจือจาง = 1000 มิลลิลิตร

$V_{initial}$  คือ ปริมาตรตัวอย่างก่อนการเจือจาง = 1 มิลลิลิตร

Recovery คือ การได้กลับคืนของสารละลายอ้างอิงมาตรฐาน =0.9143

4.6 รายงานผลการวัดไอออนทองแดงในน้ำเสียเชิงซ้อน ในรูป  $x \pm \mu_{expand}$  ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ซึ่งตามข้อกำหนดของ ISO/IEC 17025 : 2005 ข้อ 5.10.3.1 (c) กำหนดให้ค่าที่วัดได้รวมกับค่าความไม่แน่นอน อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ

ทองแดง =  $2591.71 \pm 0.3828 \text{ mgL}^{-1}$  ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาเพื่อประกันคุณภาพสำหรับการวัดปริมาณน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนโดยเทคนิคเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมทรีมีความจำเพาะเจาะจงต่อทองแดง มีความเป็นเส้นตรงในช่วง 1-5 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) โดยมีค่าความไวของการวิเคราะห์, ร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของความเหมาะสมของระบบ, ช่วงความเป็นเส้นตรง, ร้อยละการทวนสอบ,ขีดจำกัดของการตรวจพบ, ขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ เท่ากับ 0.024 มิลลิกรัมต่อลิตร, 0.74, 1-5 มิลลิกรัมต่อลิตร, 91.43, 0.0042 และ 0.014 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ซึ่งทั้งหมดอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ คือร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ทองแดงไม่มากกว่า 7 และ ค่าร้อยละของการกลับคืนอยู่ในช่วง 80 - 110 ลิตร โดยค่าความเข้มข้นของทองแดงที่ระดับขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณมีค่าต่ำกว่าค่ามาตรฐานทองแดงที่ถูกกำหนดไว้ในน้ำทิ้งตามประกาศของกรมโรงงานอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม

ส่วนการประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัดปริมาณทองแดงในน้ำเสียสังเคราะห์จากแนวทางการใช้ข้อมูลจากการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธี โดยพิจารณาแหล่งความไม่แน่นอนในภาพรวมโดยใช้ค่าความไม่แน่นอนจากการศึกษาความลำเอียงและความเที่ยงของวิธีทดสอบ ซึ่งได้มีการรวมผลกระทบจากเครื่องแก้วและภาวะแวดล้อม จากผลการทดลองเท่ากับ 19 % ซึ่งการประเมินค่าความไม่แน่นอนโดยใช้แนวทางการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธีจึงอาจเป็นทางเลือกของห้องปฏิบัติการทดสอบได้เนื่องจากเป็นวิธีที่ดำเนินการได้ง่ายและสะดวกกว่า อย่างไรก็ตามการเลือกใช้แนวทางใดห้องปฏิบัติการต้องพิจารณาความเหมาะสมแก่วัตถุประสงค์การใช้งานเป็นหลักรวมทั้งพิจารณาค่าใช้จ่ายประกอบด้วย ดังนั้นวิธีวิเคราะห์นี้จึงใช้วิเคราะห์ปริมาณการปนเปื้อนของทองแดงในน้ำทิ้งได้อย่างถูกต้อง และนำไปใช้เป็นมาตรฐานในการตรวจปริมาณทองแดงในน้ำเสียตามข้อกำหนดของกรมโรงงานอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม

#### 5.2 ข้อเสนอแนะ

ควรประเมินค่าความไม่แน่นอนการวัดสำหรับการวัดปริมาณน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนโดยเทคนิคเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมทรีจากแนวทาง ISO/GUM เปรียบเทียบกับการประเมินค่าความไม่แน่นอนการวัดจากแนวทางการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธี

## เอกสารอ้างอิง

- กรมวิทยาศาสตร์บริการ. 2550. แนวทางการจัดทำความใช้ได้ของวิธี. กรุงเทพมหานคร. คณะกรรมการด้านวิชาการของกรมกรมวิทยาศาสตร์บริการ.
- แก้วกมล มิตรสีดา และ ดร.ศักดิ์สิทธิ์ จันทร์ไทย. 2558. การหาปริมาณโลหะเหล็ก ทองแดง ตะกั่ว และสังกะสีในน้ำเมาโดยเทคนิคเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี. วารสารวิจัยมหาวิทยาลัยขอนแก่น, 15(1), 32-40.
- นිරะนารถ แจ้งทอง. 2557. การเปรียบเทียบค่าความไม่แน่นอนการวัดปริมาณปรอทในตัวอย่างน้ำที่ได้จากการประมาณค่าตามแนวทาง ISO/GUM และแนวทางการใช้ข้อมูลจากการตรวจสอบความสมเหตุสมผลของวิธี. Bulletin of Applied Sciences, 3, 39-48.
- แม่น อมรสิทธิ์. 2555. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. กรุงเทพมหานคร.
- ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตราย. 2558. ทองแดง. สำนักควบคุมวัตถุอันตราย กรมโรงงานอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม
- สุภาณี ดวงธีรปริษา, จิราณูช แจ่มทวีกุล, ประภาพรรณ สุขพรรณ และปรัชญาพร อินทองแก้ว. 2558. การพัฒนาและตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ สารหนู ตะกั่ว และแคดเมียม ในยาจากสมุนไพรวินิจฉัยโดยวิธี Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry. วารสารกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์, ฉบับพิเศษ 1, 20-31.
- สำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม. 2558. รายงานภาวะอุตสาหกรรมทองแดง. กรมโรงงานอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม.
- Altieri, I., Barbizzi, S., Bebic, J., Belli, M., Horvat, G., Lazic, N. L., . . . Mehovic, M. (2010). *Practical Examples on Traceability, Measurement Uncertainty and Validation in Chemistry* (N. Majcean, P. Taylor, T. Martisius, A. Menditto, & M. Patriarca Eds.). UK: European Commission.
- Altieri, I., Barbizzi, S., Bebic, J., Belli, M., Meane, E. A. d., Horvat, G., . . . Mehovic, M. (2011). *Traceability Measurement Uncertainty and Validation in Chemistry* (N. Majcean, P. Taylor, T. Martisius, A. Menditto, & M. Patriarca Eds. 2 ed.). UK: European Commission.
- Ata, S., Hamid, F., Ahmed, M., Wattoo, M. H. S., Tirmizi, S. A., & Wadood, A. (2015). A method optimization study for atomic absorption spectrophotometric determination of total zinc in insulin using direct aspiration technique. *Alexandria Journal of Medicine*, 51, 19-23.
- Bader, N. R. (2011). SAMPLE PREPARATION FOR FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY : AN OVERVIEW. *Rasayanjournal*, 4(1), 49-55.

## เอกสารอ้างอิง

- Barwick, V., Bravo, P. P. M., Eillison, S. L. R., Engman, J., Gjengedal, E. L. F., Lund, U. O., . . . Ornemark, U. (2014). *The Fitness for Purpose of Analytical Methods* (B. Magnusson & U. Ornemark Eds. 2 ed.). UK: Eurachem/CITAC Guide.
- Chairman, A. W., Secretary, S. E., Kaaris, R., Kaus, R., Rosslein, M., Veen, A. v. d., . . . Squirrell, A. (2003). *EURACHEM/CITAC GUIDE: Traceability in Chemical Measurement* (S. Ellison, B. King, M. ROSSLEIN, M. Salit, & A. Williams Eds.).
- Chairman, A. W., Secretary, S. E., Silva, R. B. d., Bremser, W., Brzyski, A., Fodor, P., . . . Golze, M. (2016). *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement* (S. Ellison & A. Williams Eds. 3 ed.). UK: EURACHEM/CITAC Guide
- Chen, T. C., Priambodo, R., Huang, R. L., & Huang, Y. H. (2013). The effective electrolytic recovery of dilute copper from industrial wastewater. *Journal of Waste Management*, 2013, 1-6.
- Dobilienė, J., Raudienė, E., & Zilinskas, R. P. (2008). *Uncertainty of Spectrometric Analysis*. Paper presented at the Man Science & Measurement, France.
- Gentscheva, G., Petrov, A., Ivanova, E., & Havezov, I. (2012). Flame AAS determination of trace amounts of Cu, Ni, Co, Cd and Pd in waters after preconcentration with 2-nitroso-1-naphthol. *Bulgarian Chemical Communications*, 44(1), 52-56.
- Ghorbani, A., Farahani, M. M., Rabbani, M., Aflaki, F., & Waqifhosain, S. (2008). Uncertainty Estimation for the Determination of Ni, Pb and Al in Natural Water Samples by SPE-ICP-OES. *MEASUREMENT SCIENCE REVIEW*, 8(6), 151-157.
- Hu, j., Chen, Q., Hu, H., Chen, X., Ma, Q., & Yin, Z. (2012). Extraction behavior and mechanism of Cu (II) in ammoniacal sulfate solution with b-diketone. *Journal of Hydrometallurgy*, 127, 54-61.
- Marques, J. R., Soares, S. M. V., Stellato, T. B., Silva, T. B. S. C., Faustino, M. G., Monteiro, L. R., . . . Cotrim, M. E. B. (2015). Uncertainty Estimation of Metals and Semimetals Determination in Wastewater by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES). *Journal of Physics: Conference Series*, 733(1), 1-5. doi:10.1088/1742-6596/733/1/012023.
- Petrov, A., Gentscheva, G., Havezov, I., & Ivanova, E. (2009). Determination of the Uncertainty of the Flame Atomic Absorption Spectrometer for Copper, Cobalt, Cadmium, and Nickel. *Analytical Letters*, 42, 2509-2519.

## เอกสารอ้างอิง

- Santana, L. V. d., E.S.sarkis, J., S.Azevedo, J. d., C.Ulrich, J., & Hortellani, M. A. (2011). *ESTIMATE OF UNCERTAINTY OF MEASUREMENT IN THE DETERMINATION OF Zn,Cu,Hg AND Pb IN FISH MUSCLE*. Paper presented at the International Nuclear Atlantic Conference-INAC 2011, Belo Horizonte, MG, Brazil.
- Santana, L. V. d., E.S.Sarkis, j., S.Azevedo, J. d., Ulrich, J. C., & Hortellani, M. A. (2011). *ESTIMATE OF UNCERTAINTY OF MEASUREMENT IN THE DETERMINATION OF Zn, Cu, Hg AND Pb IN FISH MUSCLE*. Paper presented at the International Nuclear Atlantic Conference-INAC 2011, Belo Horizonte, MG, Brazil.
- Shepherd, N. (2014). *Validation, Verification and Measurement Traceability*
- Standardization, I. O. f. (2005). *General requirement for the competence of testing and calibration laboratories: ISO/IEC 17025* : International Organization for Standardization.
- General requirement for the competence of testing and calibration laboratories: ISO/IEC 17025* : International Organization for Standardization.
- Technical, N. (2013). *Guidelines for the validation and verification of quantitative test methods*. Australia: National Association of Testing Authorities.
- Ulrich, J. C., Shihomatsu, H. M., Hortellani, M. A., & Sarkis, J. E. S. (2006). *ESTIMATE OF UNCERTAINTY OF MEASUREMENT IN THE DETERMINATION OF METHYLMERCURY IN FISH SAMPLES BY FIA-CV-AAS*. Paper presented at the XVIII IMEKO WORLD CONGRESS Metrology for a Sustainable Development, Brazil.

## ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ผลการวัดปริมาณไอออนทองแดงด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบ  
ซอร์พชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (FAAS)

1	[6]	0.599	12:56:27	No
2	[6]	0.592	12:56:31	No
3	[6]	0.589	12:56:35	No
Mean:	[6]	0.593		
SD:	0	0.0050		
%RSD:	0	0.85		

Standard number 6 applied. [6]

Correlation Coef.: 0.985879 Slope: 0.07034 Intercept: 0.00000

S-shaped calibration curve detected. Two-coefficient equation used.

Calibration data for Cu 324.75 Equation: Nonlinear Through Zero

ID	Mean Signal (Abs)	Entered Conc. mg/L	Calculated Conc. mg/L	Standard Deviation	%RSD
h2o	0.0000	0	0.000	0.00	0.3
Calib Std 1	0.0573	1.0	0.776	0.00	3.5
Calib Std 2	0.1611	2.0	2.005	0.10	59.8
Calib Std 3	0.3001	3.0	3.372	0.00	0.1
Calib Std 4	0.4117	4.0	4.292	0.00	0.2
Calib Std 5	0.5049	5.0	4.965	0.00	0.2
Calib Std 6	0.5934	6.0	5.536	0.01	0.8

Correlation Coef.: 0.985879 Slope: 0.07034 Intercept: 0.00000

Analysis Begun

Logged In Analyst: tak Technique: AA Flame Spectrometer Model: AAnalyst 200, S/N 200S9081701 Autosampler Model:

Sample Information File: C:\data-AA\tak\Sample Information\KANOKPON\std.Cu2 in HNO3.sif Batch ID: Results Data Set: Results Library:

Method Loaded Method Name: std.Cu 2 in HNO3 Method Last Saved: 2/12/2018 12:59:37 PM Method Description: std.Cu 2 in HNO3

Sequence No.: 8 Autosampler Location: Sample ID: H2O Date Collected: 2/12/2018 1:00:52 PM Analyst: Data Type: Original

Replicate Data: H2O

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1		[0.00]	-0.003	13:00:56	No
2		[0.00]	-0.003	13:01:01	No
3		[0.00]	-0.002	13:01:05	No
Mean:		[0.00]	-0.003		
SD:		0.00	0.0005		
%RSD:		0.00	18.11		

Auto-zero performed.

Sequence No.: 9 Autosampler Location: Sample ID: Calib Std 1 Date Collected: 2/12/2018 1:01:30 PM Analyst: Data Type: Original

Replicate Data: Calib Std 1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1		[1]	0.102	13:01:31	No

2 [1] 0.104 13:01:35 No  
 3 [1] 0.105 13:01:40 No  
 Mean: [1] 0.104  
 SD: 0 0.0013  
 %RSD: 0 1.28

Standard number 1 applied. [1]  
 Correlation Coef.: 0.995380 Slope: 0.09562 Intercept: 0.00000  
 S-shaped calibration curve detected. Two-coefficient equation used.

Sequence No.: 10 Autosampler Location:  
 Sample ID: Calib Std 2 Date Collected: 2/12/2018 1:02:01 PM  
 Analyst: Data Type: Original

Replicate Data: Calib Std 2

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time	Signal Stored
1	[2]	0.209	0.209	13:02:01	No
2	[2]	0.210	0.210	13:02:05	No
3	[2]	0.211	0.211	13:02:09	No
Mean:	[2]	0.210			
SD:	0	0.0012			
%RSD:	0	0.57			

Standard number 2 applied. [2]  
 Correlation Coef.: 0.999645 Slope: 0.10538 Intercept: 0.00000  
 S-shaped calibration curve detected. Two-coefficient equation used.

Sequence No.: 11 Autosampler Location:  
 Sample ID: Calib Std 3 Date Collected: 2/12/2018 1:02:30 PM  
 Analyst: Data Type: Original

Replicate Data: Calib Std 3

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time	Signal Stored
1	[3]	0.304	0.304	13:02:31	No
2	[3]	0.305	0.305	13:02:35	No
3	[3]	0.307	0.307	13:02:40	No
Mean:	[3]	0.305			
SD:	0	0.0015			
%RSD:	0	0.50			

Standard number 3 applied. [3]  
 Correlation Coef.: 0.999794 Slope: 0.10584 Intercept: 0.00000  
 S-shaped calibration curve detected. Two-coefficient equation used.

Sequence No.: 12 Autosampler Location:  
 Sample ID: Calib Std 4 Date Collected: 2/12/2018 1:03:09 PM  
 Analyst: Data Type: Original

Replicate Data: Calib Std 4

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time	Signal Stored
1	[4]	0.401	0.401	13:03:10	No
2	[4]	0.392	0.392	13:03:15	No
3	[4]	0.392	0.392	13:03:19	No
Mean:	[4]	0.395			
SD:	0	0.0048			
%RSD:	0	1.22			

Standard number 4 applied. [4]  
 Correlation Coef.: 0.999617 Slope: 0.10559 Intercept: 0.00000  
 S-shaped calibration curve detected. Two-coefficient equation used.

Sequence No.: 13  
 Sample ID: Calib Std 5  
 Analyst:

Autosampler Location:  
 Date Collected: 2/12/2018 1:03:40 PM  
 Data Type: Original

-----  
 Replicate Data: Calib Std 5

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	[5]	[5]	0.499	13:03:40	No
2	[5]	[5]	0.495	13:03:44	No
3	[5]	[5]	0.494	13:03:48	No
Mean:	[5]	[5]	0.496		
SD:	0	0	0.0028		
%RSD:	0	0	0.57		

Standard number 5 applied. [5]

Correlation Coef.: 0.999713 Slope: 0.10586 Intercept: 0.00000

S-shaped calibration curve detected. Two-coefficient equation used.

Sequence No.: 14  
 Sample ID: Calib Std 6  
 Analyst:

Autosampler Location:  
 Date Collected: 2/12/2018 1:04:14 PM  
 Data Type: Original

-----  
 Replicate Data: Calib Std 6

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	[6]	[6]	0.563	13:04:15	No
2	[6]	[6]	0.565	13:04:20	No
3	[6]	[6]	0.566	13:04:24	No
Mean:	[6]	[6]	0.565		
SD:	0	0	0.0016		
%RSD:	0	0	0.28		

Standard number 6 applied. [6]

Correlation Coef.: 0.998784 Slope: 0.10443 Intercept: 0.00000

-----  
 Calibration data for Cu 324.75

Equation: Nonlinear Through Zero

ID	Mean Signal (Abs)	Entered Conc. mg/L	Calculated Conc. mg/L	Standard Deviation	%RSD
H2O	0.0000	0	0.000	0.00	18.1
Calib Std 1	0.1037	1.0	0.997	0.00	1.3
Calib Std 2	0.2101	2.0	2.031	0.00	0.6
Calib Std 3	0.3052	3.0	2.974	0.00	0.5
Calib Std 4	0.3950	4.0	3.900	0.00	1.2
Calib Std 5	0.4960	5.0	5.061	0.00	0.6
Calib Std 6	0.5648	6.0	6.165	0.00	0.3

Correlation Coef.: 0.998784 Slope: 0.10443 Intercept: 0.00000

Sequence No.: 15  
 Sample ID: Sample001  
 Analyst:

Autosampler Location:  
 Date Collected: 2/12/2018 1:06:07 PM  
 Data Type: Original

-----  
 Replicate Data: Sample001

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	0.003	0.003	0.000	13:06:09	No
2	0.003	0.003	0.000	13:06:13	No
3	-0.001	-0.001	-0.000	13:06:18	No
Mean:	0.002	0.002	0.000		
SD:	0.002	0.002	0.0003		
%RSD:	156.5	156.5	156.51		

Sequence No.: 16  
Sample ID: Sample002  
Analyst:

Autosampler Location:  
Date Collected: 2/12/2018 1:06:55 PM  
Data Type: Original

-----  
Replicate Data: Sample002

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time	Signal Stored
1	1.680	1.680	0.174	13:06:57	No
2	1.721	1.721	0.178	13:07:01	No
3	1.721	1.721	0.178	13:07:05	No
Mean:	1.707	1.707	0.177		
SD:	0.024	0.024	0.0024		
%RSD:	1.379	1.379	1.37		

-----  
Sequence No.: 17  
Sample ID: Sample003  
Analyst:

Autosampler Location:  
Date Collected: 2/12/2018 1:07:28 PM  
Data Type: Original

-----  
Replicate Data: Sample003

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time	Signal Stored
1	1.896	1.896	0.196	13:07:30	No
2	1.881	1.881	0.195	13:07:34	No
3	1.878	1.878	0.194	13:07:38	No
Mean:	1.885	1.885	0.195		
SD:	0.009	0.009	0.0010		
%RSD:	0.503	0.503	0.50		

-----  
Sequence No.: 18  
Sample ID: Sample004  
Analyst:

Autosampler Location:  
Date Collected: 2/12/2018 1:08:07 PM  
Data Type: Original

-----  
Replicate Data: Sample004

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time	Signal Stored
1	1.854	1.854	0.192	13:08:08	No
2	1.839	1.839	0.191	13:08:12	No
3	1.817	1.817	0.188	13:08:17	No
Mean:	1.837	1.837	0.190		
SD:	0.019	0.019	0.0019		
%RSD:	1.016	1.016	1.00		

-----  
Sequence No.: 19  
Sample ID: Sample005  
Analyst:

Autosampler Location:  
Date Collected: 2/12/2018 1:08:50 PM  
Data Type: Original

-----  
Replicate Data: Sample005

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time	Signal Stored
1	1.796	1.796	0.186	13:08:52	No
2	1.772	1.772	0.184	13:08:56	No
3	1.712	1.712	0.177	13:09:00	No
Mean:	1.760	1.760	0.182		
SD:	0.044	0.044	0.0045		
%RSD:	2.472	2.472	2.45		

-----  
Sequence No.: 20  
Sample ID: Sample006  
Analyst:

Autosampler Location:  
Date Collected: 2/12/2018 1:09:21 PM  
Data Type: Original

-----  
Replicate Data: Sample006

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	1.832	1.832	0.190	13:09:21	No
2	1.827	1.827	0.189	13:09:26	No
3	1.841	1.841	0.191	13:09:30	No
Mean:	1.833	1.833	0.190		
SD:	0.007	0.007	0.0007		
%RSD:	0.373	0.373	0.37		

Sequence No.: 21

Autosampler Location:

Sample ID: Sample007

Date Collected: 2/12/2018 1:12:49 PM

Analyst:

Data Type: Original

-----  
Replicate Data: Sample007

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	-0.001	-0.001	-0.000	13:12:51	No
2	-0.006	-0.006	-0.001	13:12:55	No
3	-0.006	-0.006	-0.001	13:13:00	No
Mean:	-0.004	-0.004	-0.000		
SD:	0.003	0.003	0.0003		
%RSD:	63.82	63.82	63.82		

Sequence No.: 22

Autosampler Location:

Sample ID: Sample008

Date Collected: 2/12/2018 1:13:25 PM

Analyst:

Data Type: Original

-----  
Replicate Data: Sample008

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	-0.002	-0.002	-0.000	13:13:26	No
2	0.005	0.005	0.000	13:13:31	No
3	-0.006	-0.006	-0.001	13:13:35	No
Mean:	-0.001	-0.001	-0.000		
SD:	0.006	0.006	0.0006		
%RSD:	474.1	474.1	474.06		

Sequence No.: 23

Autosampler Location:

Sample ID: Sample009

Date Collected: 2/12/2018 1:13:46 PM

Analyst:

Data Type: Original

-----  
Replicate Data: Sample009

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	-0.006	-0.006	-0.001	13:13:46	No
2	-0.008	-0.008	-0.001	13:13:50	No
3	-0.007	-0.007	-0.001	13:13:54	No
Mean:	-0.007	-0.007	-0.001		
SD:	0.001	0.001	0.0001		
%RSD:	13.50	13.50	13.50		

-----  
Analysis Begun

Logged In Analyst: tak

Technique: AA Flame

Spectrometer Model: AAnalyst 200, S/N 200S9081701 Autosampler Model:

Sample Information File: C:\data-AA\tak\Sample Information\KANOKPON\std.Cu3 in HNO3.sif

Cu 324.75 - Measured Characteristic Concentration: 0.024 mg/L

Cu 324.75 - Measured Characteristic Concentration: 0.024 mg/L

Cu 324.75 - Measured Characteristic Concentration: 0.024 mg/L

Cu 324.75 - Measured Characteristic Concentration: 0.024 mg/L

Cu 324.75 - Measured Characteristic Concentration: 0.024 mg/L

=====  
Analysis Begun

Logged In Analyst: tak  
Spectrometer Model: AAnalyst 200, S/N 200S9081701  
Technique: AA Flame  
Autosampler Model:

Sample Information File:  
Batch ID:  
Results Data Set:  
Results Library:

=====  
Method Loaded

Method Name: Spiked sample repeat  
Method Description: Method Last Saved: 6/19/2018 2:00:59 PM

=====  
Sequence No.: 1

Sample ID: H2O  
Analyst: Autosampler Location:  
Date Collected: 6/19/2018 2:20:03 PM  
Data Type: Original

=====  
Replicate Data: H2O

Repl #	SampleConc mg/L	StdConc mg/L	BlkCorr Signal	Time	Signal Stored
1		[0.00]	0.447	14:20:10	No
2		[0.00]	0.447	14:20:21	No
3		[0.00]	0.446	14:20:33	No
4		[0.00]	0.446	14:20:45	No
5		[0.00]	0.446	14:20:57	No
6		[0.00]	0.448	14:21:09	No
7		[0.00]	0.449	14:21:21	No
8		[0.00]	0.447	14:21:33	No
9		[0.00]	0.447	14:21:44	No
10		[0.00]	0.449	14:21:57	No
Mean:		[0.00]	0.447		
D:		0.00	0.0010		
RSD:		0.00	0.22		

Auto-zero performed.

=====  
Sequence No.: 2

Sample ID: H2O  
Analyst: Autosampler Location:  
Date Collected: 6/19/2018 2:22:26 PM  
Data Type: Original

=====  
Replicate Data: H2O

Repl #	SampleConc mg/L	StdConc mg/L	BlkCorr Signal	Time	Signal Stored
1		[0.00]	0.001	14:22:33	No
2		[0.00]	0.004	14:22:45	No

3	[0.00]	0.001	14:22:57	No
4	[0.00]	-0.001	14:23:09	No
5	[0.00]	0.000	14:23:21	No
6	[0.00]	0.000	14:23:33	No
7	[0.00]	0.000	14:23:45	No
8	[0.00]	-0.001	14:23:56	No
9	[0.00]	-0.001	14:24:08	No
10	[0.00]	-0.001	14:24:20	No
Mean:	[0.00]	0.000		
SD:	0.00	0.0014		
%RSD:	0.00	547.25		

Auto-zero performed.

Sequence No.: 3  
Sample ID: Calib Std 1  
Analyst:

Autosampler Location:  
Date Collected: 6/19/2018 2:24:46 PM  
Data Type: Original

Replicate Data: Calib Std 1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1		[3]	0.438	14:24:53	No
2		[3]	0.438	14:25:05	No
3		[3]	0.432	14:25:17	No
4		[3]	0.430	14:25:28	No
5		[3]	0.435	14:25:40	No
6		[3]	0.432	14:25:52	No
7		[3]	0.434	14:26:04	No
8		[3]	0.432	14:26:16	No
9		[3]	0.438	14:26:27	No
10		[3]	0.436	14:26:39	No
Mean:		[3]	0.435		
SD:		0	0.0030		
%RSD:		0	0.69		

Standard number 1 applied. [3]

Correlation Coef.: 1.000000 Slope: 0.14486 Intercept: 0.00000

Calibration data for Cu 324.75

Equation: Nonlinear Through Zero

ID	Mean Signal (Abs)	Entered Conc. mg/L	Calculated Conc. mg/L	Standard Deviation	%RSD
H2O	0.0000	0	0.000	0.00	547.3
Calib Std 1	0.4346	3.0	3.000	0.00	0.7

Correlation Coef.: 1.000000 Slope: 0.14486 Intercept: 0.00000

Sequence No.: 4  
Sample ID: Sample001  
Analyst:

Autosampler Location:  
Date Collected: 6/19/2018 2:28:25 PM  
Data Type: Original

Replicate Data: Sample001

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	1.637	1.637	0.237	14:28:32	No
2	1.613	1.613	0.234	14:28:43	No
3	1.650	1.650	0.239	14:28:55	No
4	1.637	1.637	0.237	14:29:07	No
5	1.633	1.633	0.237	14:29:19	No
6	1.634	1.634	0.237	14:29:31	No
7	1.655	1.655	0.240	14:29:43	No
8	1.655	1.655	0.240	14:29:54	No
9	1.641	1.641	0.238	14:30:06	No
10	1.663	1.663	0.241	14:30:18	No
Mean:	1.642	1.642	0.238		

SD: 0.015 0.015 0.0021  
 %RSD: 0.886 0.886 0.89

Sequence No.: 5

Sample ID: Sample002

Analyst:

Autosampler Location:

Date Collected: 6/19/2018 2:31:04 PM

Data Type: Original

Replicate Data: Sample002

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	2.118	2.118	0.307	14:31:11	No
2	2.077	2.077	0.301	14:31:23	No
3	2.071	2.071	0.300	14:31:34	No
4	2.088	2.088	0.302	14:31:46	No
5	2.052	2.052	0.297	14:31:58	No
6	2.070	2.070	0.300	14:32:10	No
7	2.070	2.070	0.300	14:32:22	No
8	2.064	2.064	0.299	14:32:34	No
9	2.084	2.084	0.302	14:32:46	No
10	2.058	2.058	0.298	14:32:58	No
Mean:	2.075	2.075	0.301		
SD:	0.018	0.018	0.0027		
%RSD:	0.890	0.890	0.89		

Sequence No.: 6

Sample ID: Sample003

Analyst:

Autosampler Location:

Date Collected: 6/19/2018 2:33:32 PM

Data Type: Original

Replicate Data: Sample003

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	2.812	2.812	0.407	14:33:39	No
2	2.833	2.833	0.410	14:33:51	No
3	2.827	2.827	0.410	14:34:03	No
4	2.855	2.855	0.414	14:34:14	No
5	2.868	2.868	0.415	14:34:25	No
6	2.883	2.883	0.418	14:34:37	No
7	2.881	2.881	0.417	14:34:49	No
8	2.907	2.907	0.421	14:35:01	No
9	2.868	2.868	0.416	14:35:13	No
10	2.900	2.900	0.420	14:35:25	No
Mean:	2.863	2.863	0.415		
SD:	0.032	0.032	0.0046		
%RSD:	1.106	1.106	1.11		

Sequence No.: 7

Sample ID: Sample004

Analyst:

Autosampler Location:

Date Collected: 6/19/2018 2:35:50 PM

Data Type: Original

Replicate Data: Sample004

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	4.614	4.614	0.668	14:35:57	No
2	4.569	4.569	0.662	14:36:09	No
3	4.579	4.579	0.663	14:36:21	No
4	4.558	4.558	0.660	14:36:33	No
5	4.584	4.584	0.664	14:36:44	No

Sample concentration is greater than that of the highest standard.

Sample concentration is greater than that of the highest standard.

Sample concentration is greater than that of the highest standard.

Sample concentration is greater than that of the highest standard.

Sample concentration is greater than that of the highest standard.  
 6 4.574 4.574 0.663 14:36:56 No  
 Sample concentration is greater than that of the highest standard.  
 7 4.567 4.567 0.662 14:37:07 No  
 Sample concentration is greater than that of the highest standard.  
 8 4.576 4.576 0.663 14:37:19 No  
 Sample concentration is greater than that of the highest standard.  
 9 4.565 4.565 0.661 14:37:31 No  
 Sample concentration is greater than that of the highest standard.  
 10 4.547 4.547 0.659 14:37:43 No  
 Sample concentration is greater than that of the highest standard.  
 Mean: 4.573 4.573 0.663  
 SD: 0.018 0.018 0.0026  
 %RSD: 0.391 0.391 0.39  
 Sample concentration is greater than that of the highest standard.

Sequence No.: 8 Autosampler Location:  
 Sample ID: Sample005 Date Collected: 6/19/2018 2:38:09 PM  
 Analyst: Data Type: Original

Replicate Data: Sample005

Repl #	SampleConc mg/L	StdConc mg/L	BlkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	5.873	5.873	0.851	14:38:16	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
2	5.882	5.882	0.852	14:38:27	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
3	5.886	5.886	0.853	14:38:39	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
4	5.898	5.898	0.854	14:38:51	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
5	5.902	5.902	0.855	14:39:02	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
6	5.876	5.876	0.851	14:39:13	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
7	5.852	5.852	0.848	14:39:25	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
8	5.874	5.874	0.851	14:39:37	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
9	5.873	5.873	0.851	14:39:49	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
10	5.876	5.876	0.851	14:40:01	No
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					
Mean:	5.879	5.879	0.852		
SD:	0.014	0.014	0.0020		
%RSD:	0.238	0.238	0.24		
Sample concentration is greater than that of the highest standard.					

Sequence No.: 9 Autosampler Location:  
 Sample ID: Sample006 Date Collected: 6/19/2018 2:40:21 PM  
 Analyst: Data Type: Original

Replicate Data: Sample006

Repl #	SampleConc mg/L	StdConc mg/L	BlkCorr Signal	Time	Signal Stored
1	-0.049	-0.049	-0.007	14:40:28	No
2	-0.054	-0.054	-0.008	14:40:40	No
3	-0.058	-0.058	-0.008	14:40:51	No
4	-0.057	-0.057	-0.008	14:41:03	No
5	-0.070	-0.070	-0.010	14:41:15	No
6	-0.060	-0.060	-0.009	14:41:27	No
7	-0.067	-0.067	-0.010	14:41:39	No
8	-0.060	-0.060	-0.009	14:41:51	No

9	-0.061	-0.061	-0.009	14:42:02	No
10	-0.074	-0.074	-0.011	14:42:14	No
Mean:	-0.061	-0.061	-0.009		
SD:	0.007	0.007	0.0011		
%RSD:	12.25	12.25	12.25		

## ประวัติคณะผู้วิจัย

### ประวัติหัวหน้าโครงการวิจัย

1. ชื่อ นามสกุล (ภาษาไทย) นางสาว กนกพร สุพงษ์  
ชื่อ นามสกุล (ภาษาอังกฤษ) Miss Kanokporn Supong
2. ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์
3. หน่วยงานและสถานที่ติดต่อได้สะดวก พร้อมหมายเลขโทรศัพท์ โทรสาร  
สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
โทรศัพท์ 02-7373000 ต่อ 3747  
โทรสาร 02-3264415  
E-mail: [kukanokp@kmitl.ac.th](mailto:kukanokp@kmitl.ac.th)

### 4. ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับปริญญา	อักษรย่อปริญญาและชื่อเต็ม	สาขาวิชา	ชื่อสถาบัน	ประเทศ
2557	ปริญญาโท	(วท.ม.), วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	เคมีสิ่งแวดล้อม	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	ไทย

### 5. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ สาขาวิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช

### 6. ประสบการณ์งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

- หัวหน้าโครงการวิจัย เรื่อง การจัดการของเสียอันตรายจากการเรียนวิชาปฏิบัติการเคมีอินทรีย์ (Waste Management From Organic Chemistry Laboratory) โดยได้รับทุนประเภทส่งเสริมนักวิจัย คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง พ.ศ. 2554 สัดส่วนที่ทำการวิจัย 100 %
- หัวหน้าโครงการวิจัย เรื่อง การกำจัดทองแดงจากน้ำเสียห้องปฏิบัติการโดยใช้เคมีไฟฟ้า (removal of copper from laboratorial wastewater by electrochemistry) โดยได้รับทุนประเภทส่งเสริมนักวิจัย คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง พ.ศ. 2555 สัดส่วนที่ทำการวิจัย 100 %
- หัวหน้าโครงการวิจัย เรื่อง แบบจำลองการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดทองแดงจากสารละลายเชิงซ้อนคอปเปอร์-แอมมีนโดยการเปลี่ยนเป็นคิวปรัสเฟอร์ไรต์
- หัวหน้าโครงการวิจัย เรื่อง การประกันคุณภาพสำหรับการวัดปริมาณน้ำเสียทองแดงเชิงซ้อนจากห้องปฏิบัติการเคมีโดยเฟลมอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์

## 7. ผลงานตีพิมพ์

พ.ศ. 2555

- บทความวิชาการเรื่อง Waste Management From Organic Chemistry Laboratory เสนอในการประชุมวิชาการ ณ. มหาวิทยาลัยราชภัฏบุรีรัมย์

พ.ศ. 2556

- บทความวิชาการเรื่อง Recovery of copper from laboratorial wastewater by Electrochemistry ตีพิมพ์ในวารสารราชภัฏตะวันตก ซึ่งเป็นวารสารที่ผ่านการรับรองคุณภาพของTCI (จนถึง 31 ธันวาคม 2562) และจะถูกพิจารณาคัดเลือกเข้าสู่ฐานข้อมูล ASEAN Citation Index (ACI) ต่อไป

พ.ศ.2560

- บทความวิชาการเรื่อง Empirical model for copper treatment in chelated copper synthetic by switching to  $CuFe_2O_4$  เสนอในการประชุมวิชาการนานาชาติ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 8 ในหัวข้องาน “Creative RMUT and Sustainable Innovation for Thailand 4.0” ระหว่างวันที่ 7 – 9 สิงหาคม 2560 ณ ศูนย์แสดงสินค้าและการประชุม อิมแพ็ค เมืองทองธานี

พ.ศ.2561

- บทความวิชาการเรื่อง Quality Assurance Analysis for the Determination of Copper Ion in Synthetic Wastewater Using Flame Atomic Absorption Spectrometer (FAAS) เสนอในการประชุมวิชาการนานาชาติ 3<sup>rd</sup> Region IWA Diffuse Pollution Conference ในหัวข้องาน “Innovation and Frontier Technology for Water Security and Scarcity” ระหว่างวันที่ 19-22 พฤศจิกายน 2561 เชียงใหม่