ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 11 สุราษฎร์ธานี
Regional Medical Sciences Center 11 Suratthani

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณโลหะในน้ำและน้ำแข็งด้วยเทคนิค ICP-OES

Method validation for determination of metals in water and ice by ICP-OES

ที่มา: https://www.agilent.com

นำเสนอโดย

นางสาวศศิธร เข็มมะลวน

ตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์การแพทย์ปฏิบัติการ

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
Department of Medical Sciences

หัวข้อนำเสนอ

- ที่มาและความสำคัญ
- วัตถุประสงค์
- วัสดุและเครื่องมือ
- วิธีการทดสอบ
- ผลการทดสอบ
- วิจารณ์ผลการทดสอบ
- สรุปผลการทดสอบ
- กิตติกรรมประกาศ

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
Department of Medical Sciences

ที่มาและความสำคัญ

ประกาศกระทรวงสาธารณสุข
ฉบับที่ 61 (พ.ศ. 2524) และฉบับที่ 135 (พ.ศ. 2524)

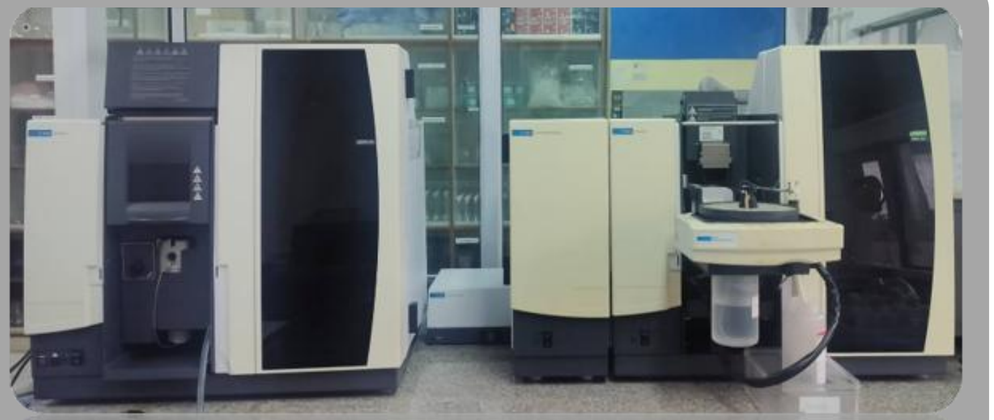
น้ำบริโภคในภาชนะบรรจุที่ปิดสนิท

ประกาศกระทรวงสาธารณสุข
ฉบับที่ 78 (พ.ศ. 2527) และฉบับที่ 137 (พ.ศ. 2534)

น้ำแข็ง

จำแนกกลุ่มโลหะเป็น 3 กลุ่ม
ตามเกณฑ์มาตรฐาน

ที่มาและความสำคัญ (ต่อ)



Atomic Absorption Spectrometer (Flame-AAS) & (GF-AAS)

- **หลักการ** : การดูดกลืนแสง (Light Absorption)
- **จำนวนธาตุที่วัด** : ทีละ 1 ธาตุ
- **ความเร็ว (Throughput)** : ต่ำ
- **ช่วงการวัด (Range)** : แคบ (10^2)
- **การรบกวน (Interference)** : ทางเคมีสูง

Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometer (ICP-OES)

- **หลักการ** : การคายแสง (Emission from Plasma)
- **จำนวนธาตุที่วัด** : หลายธาตุพร้อมกัน
- **ความเร็ว (Throughput)** : สูงมาก
- **ช่วงการวัด (Range)** : กว้างมาก (10^5 - 10^6)
- **การรบกวน (Interference)** : ทางเคมีต่ำ

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
Department of Medical Sciences

วัตถุประสงค์

- เพื่อทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณโลหะในน้ำและน้ำแข็งด้วยเทคนิค ICP-OES
- เพื่อให้สามารถเปิดให้บริการตรวจวิเคราะห์ปริมาณโลหะในน้ำและน้ำแข็งด้วยเทคนิค ICP-OES ได้

วัสดุและเครื่องมือ

- **ตามวิธีมาตรฐาน APHA, AWWA, WEF 2023 (3120 B)**

สารเคมี/สารมาตรฐาน

- กรดไนตริกเข้มข้น (super pure grade)

- สารมาตรฐานโลหะ 12 ชนิด

- DI Water

เครื่องมือ

เครื่อง ICP-OES

ที่มา: https://www.agilent.com

การเตรียมตัวอย่าง

- ใช้ DI Water เติมกรดไนตริก เข้มข้นให้ได้ 0.5% v/v (pH น้อยกว่า 2)

วิธีการทดสอบ

จำแนกกลุ่มของโลหะตามเกณฑ์มาตรฐานประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 61 (พ.ศ. 2524) และฉบับที่ 135 (พ.ศ. 2524) เรื่อง น้ำบริโภคในภาชนะบรรจุที่ปิดสนิท ฉบับที่ 78 (พ.ศ. 2527) และฉบับที่ 137 (พ.ศ. 2534) เรื่อง น้ำแข็ง เป็น 3 กลุ่มดังนี้

โลหะกลุ่มที่ 1

- แคดเมียม (Cd)

(*ML = 0.005 mg/L)

โลหะกลุ่มที่ 2

- ตะกั่ว (Pb)
- สารหนู (As)
- แมงกานีส (Mn)
- ซีลีเนียม (Se)
- โครเมียม (Cr)
- นิกเกิล (Ni)
- อะลูมิเนียม (Al)

(*ML = 0.01 - 0.2 mg/L)

โลหะกลุ่มที่ 3

- เหล็ก (Fe)
- ทองแดง (Cu)
- สังกะสี (Zn)
- แบเรียม (Ba)

(*ML = 0.3 - 5.0 mg/L)

หมายเหตุ *Maximum level (ML)

วิธีการทดสอบ (ต่อ)

การทดสอบความใช้ได้ของวิธี

- Selectivity
- Linearity & Range
- LOD & LOQ
- Accuracy
- Precision
- Measurement Uncertainty

เอกสารอ้างอิง :

- ทิพวรรณ นิ่งน้อย. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข; 2549.
- EURACHEM Guide (2025). The Fitness For purpose of Analytical Method. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics.

ความจำเพาะเจาะจง (Selectivity)

- ศึกษาข้อมูลความจำเพาะเจาะจงของการวัดด้วยเทคนิค ICP-OES และทดสอบโดยพิจารณาความยาวคลื่นที่ไม่มีสัญญาณโลหะตัวอื่นรบกวน และให้ค่าสัญญาณสูงสุด

วิธีการทดสอบ (ต่อ)

ความเป็นเส้นตรง (Linearity) และช่วงการใช้งาน (Range)

กลุ่มธาตุ	ช่วงที่ทดสอบ
1 Cd	0.0005 - 0.010 mg/L
2 Pb, As, Mn, Se, Cr, Ni, Al	0.005 - 0.10 mg/L
3 Fe, Cu, Zn, Ba	0.050 - 2.0 mg/L

นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES ระดับความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ

ขีดจำกัดการตรวจพบ (LOD) และขีดจำกัดของการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (LOQ)

- Spike sample blank ที่ระดับต่ำกว่า LOQ 5-10 เท่า (n=10)
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES
- คำนวณจากสูตร
  LOD = 3SD
  LOQ = 10SD
- ยืนยัน LOQ
  - Accuracy
  - Precision

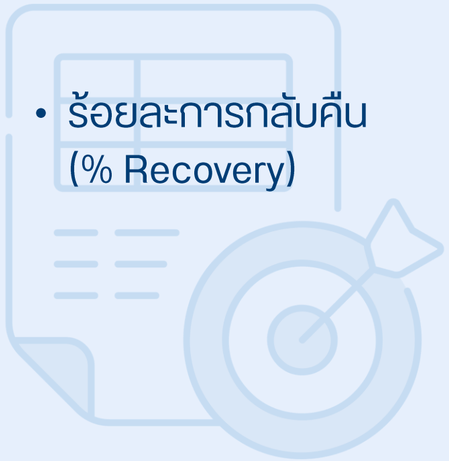
ความแม่น (Accuracy)

Spike sample balnk (n=10)

- ต่ำ ระดับ LOQ
- กลาง ระดับ เกณฑ์มาตรฐาน
- สูง ระดับ สูงของกราฟมาตรฐาน

Accuracy

- ร้อยละการกลับคืน (% Recovery)



เกณฑ์การยอมรับ

ความเข้มข้น analyte	%Recovery
1 ppb	40 - 120
10 ppb	60 - 115
100 ppb	80 - 110
1 ppm	80 - 110

Table excerpted from AOAC Peer-Verified Methods Program, Manual on Policies and Procedures (1998)

วิธีการทดสอบ (ต่อ)

ความเที่ยง (Precision)

Spike sample balnk (n=10)

- ต่ำ ระดับ LOQ
- กลาง ระดับ เกณฑ์มาตรฐาน
- สูง ระดับ สูงของกราฟมาตรฐาน

Precision

- **Repeatability**
  - Horwitz's equation, HORRAT
- **Intermediate precision**
  - วิเคราะห์ต่างวันกันจำนวน 5 วัน (วันละ 2 ซ้ำ)
  - Horwitz's equation, HORRAT

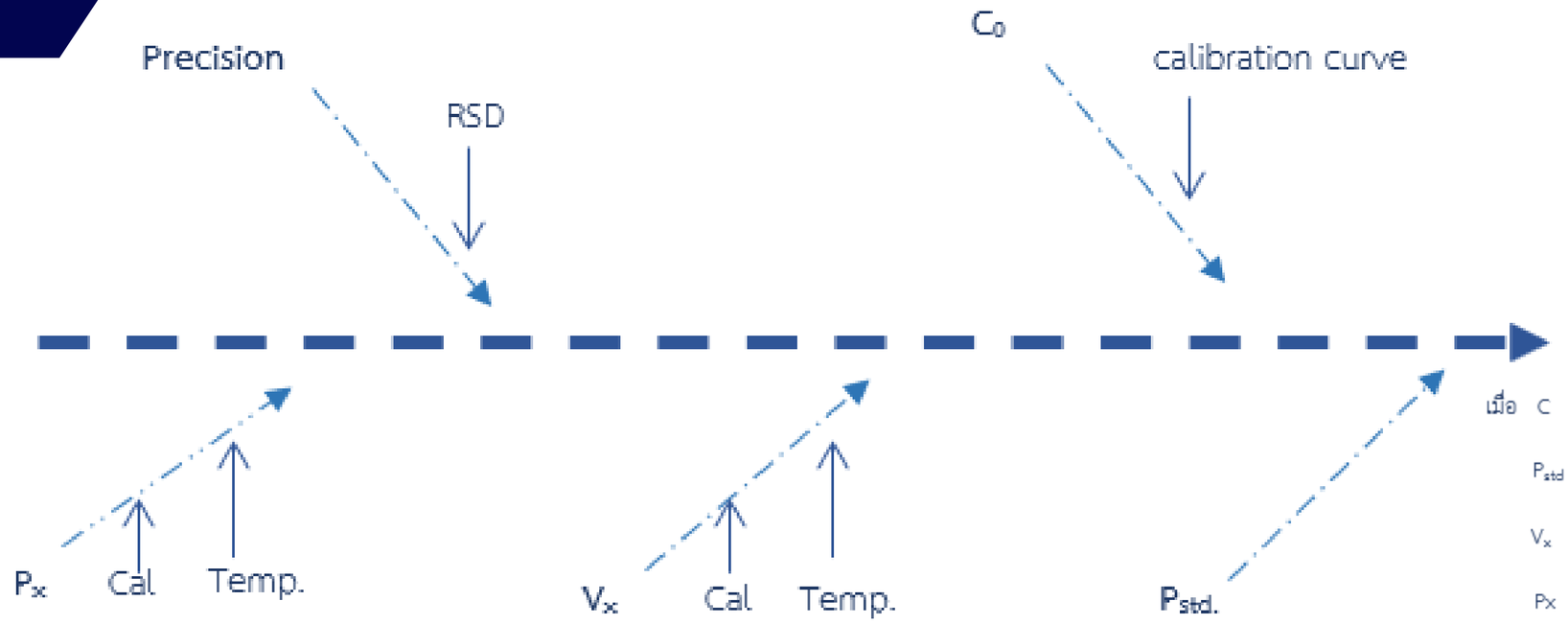
เกณฑ์การยอมรับ

ความเข้มข้น analyte	Repeatability (%RSD)
1 ppb	30
10 ppb	21
100 ppb	15
1 ppm	11

Table excerpted from AOAC Peer-Verified Methods Program, Manual on Policies and Procedures (1998)

มาตรฐาน	ค่า HORRAT ที่ยอมรับได้
AOAC	<2
Codex, EU	<2

Measurement Uncertainty



เมื่อ C = ปริมาณโลหะในตัวอย่างน้ำ (mg/L)

P_{std} = ความบริสุทธิ์ของสารละลายมาตรฐานโลหะ (%)

V_x = ปริมาตรของสารละลายโลหะที่ใช้ (mL)

Px = ปริมาตรของสารละลายโลหะที่เตรียม (mL)

C_0 = ปริมาณโลหะในตัวอย่างที่อ่านจากกราฟมาตรฐาน (µg/L)

RSD = Relative Standard deviation จากการวิเคราะห์ซ้ำ

ผลการทดสอบ

โลหะกลุ่ม 1

ตารางที่ 1 สรุปผลการทดสอบวิธีวิเคราะห์ปริมาณโลหะในน้ำและน้ำแข็งด้วยเทคนิค ICP-OES ของโลหะกลุ่ม 1

Element		Wavelength (nm)	Linearity & Range		LOD (mg/L)	LOQ (mg/L)	Accuracy	Precision				Measurement Uncertainty Result ± U (mg/L)
			mg/L	r			% Recovery (40-120)	repeatability		intermediate precision		
								$\%RSD_r$	HORRAT	$\%RSD_i$	HORRAT	
กลุ่ม 1	Cd	214.439	0.0005 - 0.010	0.9999	0.0001	0.0005	84 - 109	0.55 - 5.45	< 2 (0.01 - 0.03)	0.55 - 5.45	< 2 (0.11 - 0.35)	0.0040 ± 0.0003

ผลการทดสอบ (ต่อ)

โลหะกลุ่ม 2

ตารางที่ 2 สรุปผลการทดสอบวิธีวิเคราะห์ปริมาณโลหะในน้ำและน้ำแข็งด้วยเทคนิค ICP-OES ของโลหะกลุ่ม 2

Element		wavelength (nm)	Linearity & Range		LOD (mg/L)	LOQ (mg/L)	Accuracy	Precision				Measurement Uncertainty Result ± U
								repeatability		intermediate precision		
			mg/L	r			% Recovery (40-120)	$\%RSD_r$	HORRAT	$\%RSD_i$	HORRAT	(mg/L)
กลุ่ม 2	Pb	220.353	0.005 - 0.10	0.9998	0.0005	0.005	82 - 112	0.52 - 8.33	< 2 (0.003 - 0.11)	0.52 - 8.33	< 2 (0.02 - 0.58)	0.0418 ± 0.0040
	As	188.980		0.9996			76 - 108	0.51 - 10.50		0.51 - 10.50		0.0414 ± 0.0044
	Mn	257.610		0.9999			99 - 107	0.18 - 0.33		0.18 - 0.33		0.0403 ± 0.0005
	Se	196.026		0.9989			85 - 114	1.16 - 8.15		1.16 - 8.15		0.0436 ± 0.0041
	Cr	267.716		0.9999			93 - 106	0.24 - 0.96		0.24 - 0.96		0.0405 ± 0.0043
	Ni	231.604		0.9999			96 - 107	0.28 - 3.08		0.28 - 3.08		0.0399 ± 0.0014
	Al	396.152		0.9999			98 - 110	0.58 - 2.77		0.58 - 2.77		0.0409 ± 0.0013

ผลการทดสอบ (ต่อ)

โลหะกลุ่ม 3

ตารางที่ 3 สรุปผลการทดสอบวิธีวิเคราะห์ปริมาณโลหะในน้ำและน้ำแข็งด้วยเทคนิค ICP-OES ของโลหะกลุ่ม 3

Element		wavelength (nm)	Linearity & Range		LOD (mg/L)	LOQ (mg/L)	Accuracy	Precision				Measurement Uncertainty Result ± U
			mg/L	r				repeatability		intermediate precision		
							% Recovery (80-110)	$\%RSD_r$	HORRAT	$\%RSD_i$	HORRAT	(mg/L)
กลุ่ม 3	Fe	238.204	0.050 - 2.0	1.0000	0.005	0.05	100 - 104	0.29 - 0.35	< 2 (0.003 - 0.02)	0.29 - 0.35	< 2 (0.29 - 0.94)	0.3030 ± 0.0054
	Cu	327.395		1.0000			101 - 104	0.23 - 041		0.23 - 041		0.2918 ± 0.0082
	Zn	213.857		1.0000			102 - 105	0.20 - 0.26		0.20 - 0.26		0.2959 ± 0.0076
	BA	455.403		1.0000			100 - 105	0.19 - 028		0.19 - 028		0.2887 ± 0.0092

ผลการทดสอบความชำนาญ (PT)

เข้าร่วมทดสอบความชำนาญ (PT) การวิเคราะห์โลหะในน้ำ (BQSF WA 01-69) ของสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร

ตารางที่ 4 แสดงผลการทดสอบความชำนาญ (PT) การวิเคราะห์โลหะในน้ำ (BQSF WA 01-69)

Metal	Result	X_{pt}	σ_{pt}	$U_{X_{pt}}$	Z-Score	
Cd	7.61	8.16	0.979	0.19	-0.6	Pass
Pb	84.3	88.2	9.70	1.2	-0.4	
As	85.3	86.7	19.1	0.9	-0.1	
Mn	58.6	60.5	3.63	0.7	-0.5	
Se	1253	1150	161	40	0.6	
Cr	101	101	3.71	1.00	0.0	
Ni	79.5	79.9	3.10	0.7	-0.1	
Fe	194	200	18.0	3.00	-0.3	
Cu	1004	1030	72.1	10	-0.4	
Zn	990	1040	94.6	20	-0.5	
Ba	48.6	49.9	2.05	0.5	-0.6	

วิจารณ์ผลการทดสอบ

ตารางที่ 5 ผลการทดสอบความชำนาญ (PT) การวิเคราะห์โลหะในน้ำ (BQSF WA 01-69)

รายละเอียด	AAS		ICP - OES วิเคราะห์ Cd, Pb, As, Mn, Se, Cr, Ni, Al, Fe, Cu, Zn, Ba (12 ธาตุ)
	Flame วิเคราะห์ Fe, Cu, Mn (3 ธาตุ)	Graphite วิเคราะห์ Pb, As, Cd (3 ธาตุ)	
ขีดจำกัดการตรวจพบเชิงปริมาณ LOQ (mg/L)	0.03	Pb, As = 0.005 Cd = 0.0005	Cd = 0.0005 Pb, As, Mn, Se, Cr, Ni, Al = 0.005 Fe, Cu, Zn, Ba = 0.05
บุคลากร	1 คน	1 คน	1 คน
ระยะเวลาการตรวจวิเคราะห์	ย่อยด้วยกรดไนตริกเข้มข้นบนเตาให้ความร้อน	-	-
- ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง			
- ขั้นตอนการวัด	3 วัน (ธาตุละ 1 วัน)	3 วัน (ธาตุละ 1 วัน)	1 วัน (12 ธาตุ)
สารเคมี/วัสดุอุปกรณ์	- Acetylene 1 ท่อ/ 3 เดือน/100 ตย. - Lamp (อายุการใช้งาน 1 ปี)	- Argon 1 ท่อ/ 3 เดือน/100 ตย. - Lamp (อายุการใช้งาน 1 ปี) - Graphite tube	- Argon 1 ท่อ/ 1 เดือน/50 ตย.

สรุปผลการทดสอบ

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณโลหะในน้ำและน้ำแข็งด้วยเทคนิค ICP-OES พบว่า เป็นวิธีที่มีความถูกต้องและแม่นยำ เหมาะสมกับการนำไปใช้ในห้องปฏิบัติการสำหรับตรวจวิเคราะห์โลหะในน้ำและน้ำแข็งซึ่งเป็นไปตามวัตถุประสงค์ และสามารถนำไปเปิดให้บริการได้

โลหะ	เทคนิคการตรวจวิเคราะห์	อัตราค่าบริการตรวจวิเคราะห์ (บาท)	ระยะเวลาตรวจวิเคราะห์ (วัน)	ปริมาณ/จำนวนตัวอย่าง
แคดเมียม (Cd)	ICP-OES	800	13	3 หน่วย ๆ ละ 1 ลิตร
โครเมียม (Cr)	ICP-OES	800	13	
ตะกั่ว (Pb)	ICP-OES	800	13	
ซีลีเนียม (Se)	ICP-OES	800	13	
อะลูมิเนียม (Al)	ICP-OES	800	13	
นิกเกิล (Ni)	ICP-OES	800	13	
สารหนู (As)	ICP-OES	800	13	
เหล็ก (Fe)	ICP-OES	800	13	
ทองแดง (Cu)	ICP-OES	800	13	
แมงกานีส (Mn)	ICP-OES	800	13	
สังกะสี (Zn)	ICP-OES	800	13	
แบเรียม (Ba)	ICP-OES	800	13	

กิตติกรรมประกาศ

ขอบคุณผอ.จิราภรณ์ เพชรรักษ์ หัวหน้าและเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการอาหาร ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 11 สุราษฎร์ธานีทุกท่าน

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
Department of Medical Sciences

จบการนำเสนอ

ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ 11 สุราษฎร์ธานี
Regional Medical Sciences Center 11 Suratthani
กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
Department of Medical Sciences

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณโลหะในน้ำและน้ำแข็งด้วยเทคนิค ICP-OES

Method validation for determination of metals in water and ice by ICP-OES

ที่มา: https://www.agilent.com

นำเสนอโดย

นางสาวศศิธร เข็มมะลวน

ตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์การแพทย์ปฏิบัติการ