

# การพัฒนาและการตรวจสอบความใช้ได้ของตัวอย่างน้ำควบคุมสำหรับควบคุมคุณภาพการทดสอบปริมาณน้ำด้วยวิธีไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์

## The Development and Validation of Control Water Samples for Quality Control of Water Content Testing by Karl Fisher Titration Method

ทรงสุตา พรหมทอง<sup>1\*</sup> และวัชระ แก้วสุวรรณ<sup>1</sup>  
Songsuda Promthong<sup>1\*</sup> and Watchara Kaewsuan<sup>1</sup>

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาตัวอย่างน้ำควบคุมสำหรับใช้ควบคุมคุณภาพการทดสอบปริมาณน้ำ แทนการใช้วัสดุอ้างอิงที่มีความอันตรายและราคาสูง การเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมทำได้โดยใช้ไอโซโพรพานอล ผสมกับน้ำปราศจากไอออนเพื่อให้ได้ตัวอย่างน้ำควบคุมที่มีค่าปริมาณน้ำเท่ากับ 1 ร้อยละโดยน้ำหนัก การตรวจสอบความใช้ได้และจัดทำเป็นแผนภูมิควบคุมเพื่อใช้ควบคุมคุณภาพการทดสอบปริมาณน้ำด้วยวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์คูโลมเมตริกและแบบวอลูมเมตริก ผลการศึกษาตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นมีช่วงการนำไปใช้งานด้วยแผนภูมิควบคุมที่ 0.99-1.04 ร้อยละโดยน้ำหนัก จากวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์คูโลมเมตริก และ 1.00-1.02 ร้อยละโดยน้ำหนัก จากวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์วอลูมเมตริก ผลความเที่ยงมีค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ช่วง 0.37-0.79 ผลจากการเปรียบเทียบปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมระหว่างวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์คูโลมเมตริกและวอลูมเมตริกประเมินด้วยผลทดสอบที (*t*-test) พบว่าไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 และตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นมีอายุการจัดเก็บ 4 เดือนที่ยังคงให้ค่าปริมาณน้ำภายในช่วงแผนภูมิควบคุม ผลความแม่นยำซึ่งพิจารณาจากค่าร้อยละการคืนกลับเฉลี่ยอยู่ในช่วง 99.37-100.94 ดังนั้นตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นสามารถเป็นทางเลือกสำหรับใช้เพื่อควบคุมคุณภาพการทดสอบปริมาณน้ำด้วยวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์ได้ การพัฒนานี้สามารถลดค่าใช้จ่ายมีความคุ้มค่าและลดความเสี่ยงจากการใช้วัสดุอ้างอิงที่มีความอันตรายตามระบบ GSH และเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในห้องปฏิบัติการ

**คำสำคัญ:** ตัวอย่างน้ำควบคุม ปริมาณน้ำ การไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์

### Abstract

This research aims to propose an in-laboratory water content testing solution as an alternative standard instead of using the harmful and expensive certified reference material. The proposed control water sample was prepared by mixing Isopropanol and deionized water to obtain 1 % w/w water content. Karl-Fisher coulometric and volumetric titrations were used as method validation for determination of water content in the proposed testing solution throughout this work. The results were within the control chart ranging from 0.99-1.04 % w/w for coulometric titration and 1.00-1.02 % w/w for volumetric titration. The precision as express by percentage of the relative standard deviation (%RSD) was in the range of 0.37-0.79. The results of the comparison of the water content of the control water samples between the Karl-Fisher coulometric and volumetric titrations were not significantly different using statistical *t*-test at 95% confidence level. The control water sample had shelf life for 4 months without the change of the water content by the control chart evaluation. In addition, the accuracy presented good recovery in the range of

<sup>1</sup> สำนักเครื่องมือวิทยาศาสตร์และการทดสอบ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ สงขลา 90110

<sup>1</sup> Office of Scientific Instrument and Testing, Prince of Songkla University, Hat Yai Campus, Songkla, 90110

\*Corresponding author: e-mail: songsuda.p@psu.ac.th

Received: December 5, 2021, Accepted: January 10, 2022, Published: May 8, 2022



99.37-100.94%. Therefore, the proposed control water samples could be used for quality control of water content testing by the Karl Fischer titration method. This development could be cost effective and reduce the risk of using a relatively hazardous reference material according to the GSH classification and suitable for use in the laboratory.

**Keywords:** control water sample, water content, Karl Fisher Titration

## บทนำ

การประเมินความใช้ได้ของวิธีทดสอบหรือการควบคุมคุณภาพเป็นกระบวนการสำคัญในงานด้านการวิเคราะห์ เพื่อให้ความมั่นใจในผลการทดสอบว่ามีความถูกต้องน่าเชื่อถือและต้องครอบคลุมทุกขั้นตอนการทดสอบตามหลักวิชาการ ซึ่งประกอบด้วย การควบคุมคุณภาพภายใน การเปรียบเทียบความสามารถระหว่างผู้ทดสอบ การเปรียบเทียบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ เป็นต้น การควบคุมคุณภาพภายในสม่ำเสมอเป็นกระบวนการที่ต้องดำเนินการทุกครั้งที่มีการทดสอบรายการนั้น ๆ เช่น การตรวจสอบแบล็ก การวิเคราะห์สารมาตรฐานสำหรับการตรวจสอบกราฟ การวิเคราะห์ซ้ำ การวิเคราะห์การกลับคืนของสารที่ทราบปริมาณ การทำแผนภูมิควบคุมคุณภาพ การเปรียบเทียบความสามารถระหว่างผู้ทดสอบ เป็นต้น

สำนักเครื่องมือวิทยาศาสตร์และการทดสอบมีการให้บริการทดสอบปริมาณน้ำในตัวอย่างน้ำมัน น้ำมันไบโอดีเซล และตัวอย่างทั่วไปที่ต้องการทราบปริมาณน้ำ วิธีทดสอบมีการอ้างอิงมาตรฐานอเมริกัน ASTM D6304-07 (2007) และ ASTM E203-16 (2016) ด้วยเครื่องคาร์ลฟิชเชอร์แบบคูลอมเมตริกและเครื่องคาร์ลฟิชเชอร์แบบวอลูมเมตริก ในการทดสอบเพื่อควบคุมคุณภาพผลการทดสอบและทวนสอบเครื่องมือใช้วัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรอง (Certified reference material, CRM) ซึ่งวัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรองที่นิยมใช้คือ HYDRANAL Water Standard มีราคาแพง 1 กล่องมี 10 ขวด ราคา 5,617.50 บาท การเปิดใช้งาน 1 ขวดต่อครั้งต่อใบขอใช้บริการทดสอบ และวัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรอง 1 กล่อง มีอายุการใช้งาน 1 ปี ไม่สอดคล้องกับจำนวนงานที่ผู้ใช้บริการส่งมาตรวจวิเคราะห์ซึ่งมีค่อนข้างน้อยแต่ต้องจัดซื้อวัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรองใหม่ทุกปีเมื่อหมดอายุ ทั้งที่ยังไม่ได้เปิดใช้งานทำให้สิ้นเปลืองค่าใช้จ่าย อีกทั้ง HYDRANAL Water Standard มีความอันตรายตามระบบสากลการจำแนกประเภทและการติดฉลากสารเคมีที่เป็นระบบเดียวกัน (Globally Harmonised System for Classification and Labeling of Chemicals, GSH) ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะศึกษาการพัฒนาเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมขึ้นมาใช้เองในห้องปฏิบัติการ เพื่อทำแผนภูมิควบคุมสำหรับใช้ควบคุมคุณภาพแทนการใช้วัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรองที่มีราคาแพงต้องซื้อใหม่ทุกปี ซึ่งจากการค้นคว้างานวิจัยในอดีตพบว่า มีผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการทดสอบปริมาณน้ำด้วยวิธีไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์ ได้แก่ Eva *et al.* (2012) ศึกษาการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์โดยใช้การตรวจจับด้วยภาพ ซึ่งการตรวจจับจุดยุติการไทเทรตไม่สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีสีได้ ผู้วิจัยได้พัฒนาวิธีการตรวจจับด้วยสเปกโทรโฟโตเมตริกของจุดยุติการไทเทรต เหมาะสำหรับการตรวจวัดความเข้มข้นของตัวอย่างที่มีสี ซึ่งปฏิกิริยาเกิดขึ้นใน cuvette ขนาด 4 มิลลิลิตร ที่ปิดสนิท มีการตรวจวัดที่มีความยาวคลื่น 520 นาโนเมตร จุดยุติการไทเทรตกำหนดจากกราฟของการดูดกลืนแสงเทียบกับปริมาตรการไทเทรตในการทดสอบใช้ HYDRANAL water standard ที่ปริมาณน้ำเท่ากับ 0.5 ร้อยละโดยน้ำหนักเป็นสารมาตรฐานอ้างอิงเพื่อควบคุมผลการทดสอบ ซึ่งวิธีการตรวจจับด้วยสเปกโทรโฟโตเมตริกมีความสามารถในการทำซ้ำมีความเที่ยงพิจารณาค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 4.3% และความเป็นเส้นตรง  $R^2$  เท่ากับ 0.997 ในขณะที่ Shinsuke *et al.* (2014) จากสถาบันมาตรวิทยาแห่งชาติของญี่ปุ่น (NMI) ศึกษาและวิจัยเพื่อผลิตวัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรองของน้ำในเมซีทีลิน (0.1 มิลลิกรัมต่อกรัม NMIJ CRM 4222-a) สำหรับใช้ในการควบคุมคุณภาพของการวิเคราะห์ปริมาณน้ำที่มีปริมาณน้อย และยืนยันความถูกต้องด้วยเครื่องไทเทรตแบบ Karl Fischer (KF) วัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรองนี้เป็นเนื้อเดียวกัน เสถียร และดูความเข้มข้นต่ำภายใต้สภาวะห้องปฏิบัติการปกติ จึงไม่จำเป็นต้องมีการจัดการตัวอย่างที่ซับซ้อน การกำหนดลักษณะของวัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรองดำเนินการโดยการไทเทรต KF แบบคูลอมเมตริกและวอลูมเมตริก ซึ่งค่าที่ผ่านการรับรองของวัสดุอ้างอิงที่ผลิต คือ 0.134 มิลลิกรัมต่อกรัม มีค่าความไม่แน่นอนขยาย 0.004 มิลลิกรัมต่อกรัม มีค่า coverage factor (k) เท่ากับ 2 จากผลการวิจัย

วัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรองมีอายุการใช้งาน 2 ปี และสามารถสอบกลับไปยังหน่วยงานเอสไอ รายละเอียดทางเทคนิคของการกำหนดคุณลักษณะของน้ำใน NMJ CRM 4222-a CRM ที่พัฒนาขึ้นนี้เหมาะอย่างยิ่งสำหรับการควบคุมคุณภาพและการตรวจสอบความถูกต้องของเครื่องมือ KF แบบคูลอมเมตริกและจะมีประโยชน์ในการวิเคราะห์ปริมาณน้ำปริมาณน้อย

จากงานวิจัยที่ผ่านมาแม้จะพบว่ามีการพัฒนาตัวอย่างน้ำควบคุมเพื่อใช้ควบคุมคุณภาพการทดสอบปริมาณน้ำด้วยวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์ซึ่งเป็นการผลิตในนามสถาบันมาตรฐานและเป็นชนิดวัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรองและส่วนใหญ่มีการใช้สารเคมีตั้งต้นที่ค่อนข้างมีราคาแพงเป็นอันตรายต่อการใช้งาน งานวิจัยนี้จึงศึกษาการพัฒนาตัวอย่างน้ำควบคุมขึ้นใช้เองในห้องปฏิบัติการเพื่อลดค่าใช้จ่ายและช่วยลดความเสี่ยงด้านความปลอดภัยจากการใช้วัสดุอ้างอิงที่ผ่านการรับรองที่ค่อนข้างมีความอันตรายตามระบบ GSH

### วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อศึกษาการพัฒนาการเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมขึ้นมาใช้เองในห้องปฏิบัติการ
2. เพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นมาใช้เองในห้องปฏิบัติการ
3. เพื่อตรวจสอบอายุการใช้งานของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้น

### ระเบียบวิธีวิจัย

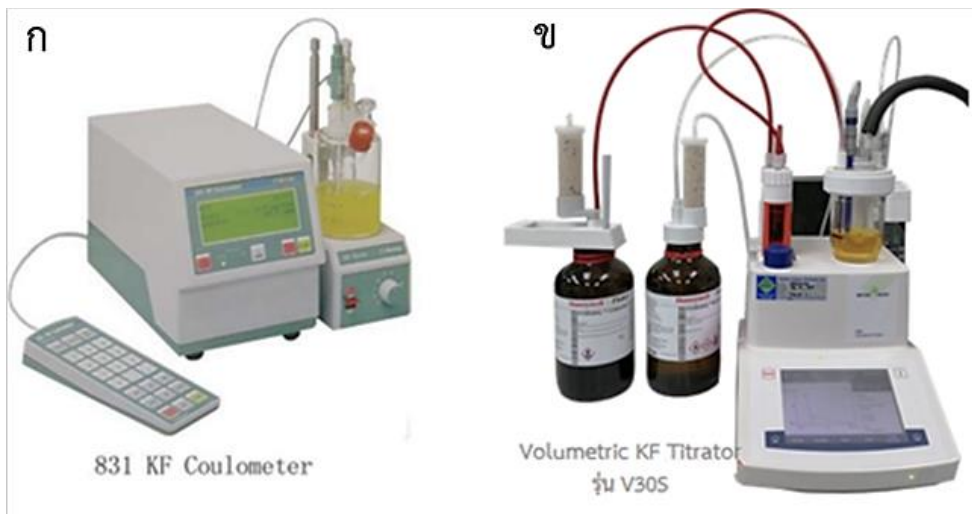
#### หลักการ

วิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์เป็นวิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์หาปริมาณน้ำทั้งในและนอกโมเลกุลอาศัยการทำปฏิกิริยาของน้ำในตัวทำละลายแอลกอฮอล์ (R-OH) กับไอโอดีน ( $I_2$ ) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ( $SO_2$ ) และเบส เช่น pyridine ซึ่งเป็นส่วนประกอบพื้นฐานของคาร์ลฟิชเชอร์รีเอเจนต์โดยปฏิกิริยาอาจเกิดขึ้นโดยตรงหรือโดยทางอ้อมก็ได้โดยขณะเกิดปฏิกิริยาต้องมีเมทานอลปริมาณมากเพียงพอแสดงดังปฏิกิริยา  $H_2O + I_2 + SO_2 + CH_3OH + 3RN \rightarrow [RNH]SO_4CH_3 + 2[RNH]I$  (Metrohm, 2003) โดยเครื่อง Karl Fischer Coulometer ยี่ห้อเมโทรห์มภาพที่ 1ก มีคุณลักษณะเฉพาะที่เหมาะสมกับตัวอย่างที่มีปริมาณน้ำ 0.001 ถึง 10 ร้อยละโดยน้ำหนัก การทำงานของเครื่องใช้วิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์คูลอมเมตริกเป็นการไทเทรตทางไฟฟ้าโดยในขวดมีสารสีเหลืองเป็นสารละลายเฉพาะเรียกว่า คาร์ลฟิชเชอร์รีเอเจนต์ มีขั้วอิเล็กโทรดทำหน้าที่ปล่อยกระแสไฟฟ้าตรวจวัดค่าศักย์ไฟฟ้าและเป็นตัวอ้างอิง การเริ่มต้นของระบบจะทำการไทเทรตให้น้ำในระบบหมดไป ซึ่งจะมีค่าศักย์ไฟฟ้าค่าหนึ่ง จากนั้นเมื่อฉีดตัวอย่างที่มีน้ำเป็นส่วนประกอบเข้าไปทำให้คาร์ลฟิชเชอร์รีเอเจนต์ที่มีสารละลายไอโอดีนในเมทานอล ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ทำปฏิกิริยากับน้ำในตัวอย่าง ส่งผลให้ค่าศักย์ไฟฟ้าเปลี่ยนไป ซึ่งจะถูกรวบรวมโดยอิเล็กโทรดที่ทำหน้าที่นี้ ส่วนอิเล็กโทรดที่คอยสร้างกระแสไฟฟ้าก็จะปล่อยประจุไฟฟ้าเป็นคูลอมบ์เพื่อปรับให้สู่สภาพที่ไม่มีน้ำในระบบ เมื่อการไทเทรตสิ้นสุดสีของสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีของไอโอดีน วัดปริมาณของไอโอดีนที่ใช้ในการไทเทรตโดยนำค่าปริมาณทางไฟฟ้าเปลี่ยนเป็นปริมาณน้ำต่อไปด้วยหลักการที่คล้ายกันเครื่อง Volumetric KF Titrator รุ่น V30S ยี่ห้อเมโทรห์ม โทเลโดภาพที่ 1ข มีคุณลักษณะเฉพาะที่เหมาะสมกับตัวอย่างที่มีปริมาณน้ำในช่วง 0.01 ถึง 100 ร้อยละโดยน้ำหนัก การทำงานของเครื่องใช้วิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์คูลอมเมตริกเป็นการไทเทรตทางปริมาตรโดยเริ่มต้นจะต้องทำการหาความเข้มข้นที่แท้จริงของสาร KF1-comp5 ซึ่งใช้ในการไทเทรตโดยใช้น้ำบริสุทธิ์ หรือตัวอย่างน้ำมาตรฐานที่ทราบค่าความเข้มข้น ปริมาตรของ KF1-comp5 จะถูกปล่อยเข้าสู่ระบบเพื่อทำการไทเทรตให้ไม่มีน้ำในระบบ เมื่อการไทเทรตสิ้นสุดปริมาตรของไอโอดีนใน KF1-comp5 ที่ใช้ในการไทเทรตจะถูกคำนวณเป็นปริมาณน้ำต่อไป (Mettler-Toledo GmbH Analytical, 2015) ดังนั้นวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์คูลอมเมตริกเป็นการไทเทรตโดยการสร้างไอโอดีนจากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าในระหว่างการไทเทรต ในขณะที่วิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟิชเชอร์คูลอมเมตริกเป็นการเติมไอโอดีนในตัวอย่างโดยตรงด้วยบิวเรตต์ระหว่างไทเทรต

#### เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย ได้แก่ เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง รุ่น ME204T ยี่ห้อ เมโทรห์ม โทเลโด เครื่อง Karl Fischer Coulometer รุ่น 831 KFC ยี่ห้อเมโทรห์ม จากประเทศสวิตเซอร์แลนด์ ภาพที่ 1ก

เครื่อง Volumetric KF Titrator รุ่น V30S ยี่ห้อเมทเลอร์ โทเลโดจากประเทศสวิตเซอร์แลนด์ภาพที่ 1ข สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย ได้แก่ ไอโซโพรพานอล (AR grade) เมทานอล (AR grade) เอทานอล (AR grade) ยี่ห้อ Labscan ทั้งหมดซื้อจากห้างหุ้นส่วนจำกัดไฮชายน์ประเทศไทย HYDRANAL Water Standard 10.0 (ปริมาณน้ำ 10 มิลลิกรัมต่อกรัมเท่ากับ 1.00 ร้อยละโดยน้ำหนัก) ยี่ห้อ Fluka คาร์ลฟิชเชอร์รีเอเจนต์ (HydranalCoulomat AG-H) ยี่ห้อ Fluka ทั้งหมดซื้อจากเมทโรทรม ประเทศไทย Composit 5 ยี่ห้อ Fluka Methanol Dry ยี่ห้อ Fluka ทั้งหมดซื้อจากเมทเลอร์ โทเลโด ประเทศไทย น้ำปราศจากไอออน ผลิตใช้เองในห้องปฏิบัติการ สำนักเครื่องมือวิทยาศาสตร์และการทดสอบโดยใช้เครื่องผลิตยี่ห้อ Millipore SAS รุ่น Milli-Q Direct 8 System








ภาพที่ 1 เครื่อง Karl Fischer Coulometer รุ่น 831 KFC ยี่ห้อเมทโรทรม (ก) เครื่อง Volumetric KF Titrator รุ่น V30S ยี่ห้อเมทเลอร์ โทเลโด (ข)

### ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุม

จากการศึกษาองค์ประกอบของ HYDRANAL Water Standard 10.0 เพื่อใช้เตรียมเป็นตัวอย่างน้ำควบคุมอ้างอิงตามองค์ประกอบของ HYDRANAL Water Standard 10.0 ซึ่งมีค่าปริมาณน้ำ 1.00 ร้อยละโดยน้ำหนักที่มีขายเชิงพาณิชย์ จากการค้นคว้าเอกสารที่แสดงข้อมูลของสารเคมีที่เกี่ยวข้องกับความปลอดภัยของสาร (Material Safety Data Sheet; MSDS) พบว่า HYDRANAL Water Standard 10.0 ประกอบไปด้วยสาร Propylene carbonate, o-Xylene และ Butan-1-ol ซึ่งสารดังกล่าวไม่มีใช้ในห้องปฏิบัติการของสำนักเครื่องมือวิทยาศาสตร์และการทดสอบ อีกทั้งสารดังกล่าวค่อนข้างมีความเป็นอันตรายตามระบบสากล GHS ทำให้ผู้วิจัยพิจารณาไม่เลือกเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมอ้างอิงตามรายการ HYDRANAL Water Standard 10.0 ผู้วิจัยจึงพิจารณาเลือกใช้น้ำปราศจากไอออนมาเป็นตัวอย่างควบคุมโดยตรง ในการทดสอบเพื่อควบคุมคุณภาพสำหรับการทดสอบปริมาณน้ำซึ่งไม่ต้องเตรียมและง่ายในการทดสอบ เนื่องจากน้ำปราศจากไอออนจะให้ปริมาณน้ำเป็น 100 ร้อยละโดยน้ำหนัก แต่พบปัญหาคือ เมื่อใช้น้ำปราศจากไอออน 1 หยดทดสอบด้วยเครื่อง Karl Fischer Coulometer (KFC) หรือ Volumetric KF Titrator (KFV) พบว่าต้องใช้เวลาทำให้เสียเวลาและสิ้นเปลืองสารเคมี ดังนั้นผู้วิจัยจึงมุ่งเป้าไปที่การพัฒนาตัวอย่างน้ำควบคุมขึ้นมาใช้เองในห้องปฏิบัติการ โดยการเจือจางน้ำปราศจากไอออนด้วยสารเคมีที่มีใช้ในห้องปฏิบัติการ คำนวณให้มีปริมาณน้ำเท่ากับ 1 ร้อยละโดยน้ำหนัก ซึ่งพิจารณาสารเคมีที่มีใช้ในห้องปฏิบัติการ ได้แก่ ไอโซโพรพานอล (IPA) เอทานอล (EtOH) เมทานอล (MeOH) และพิจารณาเลือกใช้โดยอาศัยคุณสมบัติ ความปลอดภัยในการนำมาใช้งาน จุดเดือดสูงกว่าอุณหภูมิห้องและราคาต้นทุนเป็นเกณฑ์เพื่อพิจารณาการตัดสินใจนำมาใช้งานเพื่อนำมาใช้เจือจางน้ำปราศจากไอออน พบว่าไอโซโพรพานอลให้คุณสมบัติทั้ง 3 ประการที่ต้องการเหมาะสมที่สุด แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 การเปรียบเทียบความอันตรายต่อการนำมาใช้งาน จุดเดือด ราคาต้นทุน ของสารเคมี ได้แก่ ไอโซโพรพานอล เมทานอล เอทานอล และ HYDRANAL Water Standard

ที่	รายการ / สัญลักษณ์	ประเภท ความอันตราย GHS	IPA	EtOH	MeOH	HYDRANAL Water standard
1		1. สารไวไฟ 2. สารที่ลุกติดไฟได้เอง 3. สารที่เกิดความร้อนได้เอง 4. สารที่ไวแก๊ซไวไฟ	✓	✓	✓	✓
2		1. ก่อมะเร็ง 2. หากสูดเข้าไปทำให้เกิดการแพ้หรือหอบหืดหรือหายใจลำบาก 3. เป็นพิษต่อระบบสืบพันธุ์ 4. เป็นพิษต่อระบบอวัยวะเป้าหมาย 5. ก่อให้เกิดการกลายพันธุ์ 6. อันตรายจากการสำลัก	-	-	✓	✓
3		1. เป็นอันตรายถึงชีวิต	-	-	✓	-
4		1. ระคายเคือง 2. ทำให้เกิดการแพ้ที่ผิวหนัง 3. เป็นพิษเฉียบพลัน 4. อาจระคายเคืองทางเดินหายใจ 5. อาจทำให้เกิดการระงับซึม	✓	✓	-	✓
5		1. ระงับกัดกร่อน	-	-	-	✓
6	จุดเดือด (°C)	-	82.6 °C	78.24 °C	64.7 °C	109 °C
7	ราคา (บาท)	-	500 บาท (2.5 ลิตร)	765 บาท (2.5 ลิตร)	340บาท (2.5 ลิตร)	5617.50 บาท (10 ขวด/กล่อง)
8	เกรด	-	AR	AR	AR	Standard

เมื่อพิจารณาจากตารางที่ 1 พบว่า ไอโซโพรพานอลมีความอันตรายต่อการนำมาใช้งานน้อย จุดเดือดสูงกว่าอุณหภูมิห้องเพื่อลดอัตราการระเหยที่ส่งผลต่อความถูกต้องของปริมาณน้ำ และราคาต้นทุนเหมาะสมที่สุด ผู้วิจัยจึงเลือกไอโซโพรพานอลเป็นสารในการเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมนำมาเจือจางน้ำปราศจากไอออนเพื่อให้ได้ปริมาณน้ำเท่ากับ 1 ร้อยละโดยน้ำหนักเพื่อเป็นตัวแทนในการควบคุมคุณภาพ ซึ่งปริมาณน้ำในตัวอย่างที่ให้บริการทดสอบโดยส่วนใหญ่มีค่าอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 10 ร้อยละโดยน้ำหนัก การเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมจะต้องทราบค่าปริมาณน้ำที่มีอยู่ในไอโซโพรพานอลเพื่อคำนวณหาปริมาณน้ำที่ต้องเติมให้ได้ความเข้มข้นที่ต้องการ การเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมใช้สูตรคำนวณตามสมการที่ 1 ถึง สมการที่ 3 ดังนี้

$$\text{น้ำหนัก IPA (กรัม)} = \frac{[W(\text{กรัม}) - (W(\text{กรัม}) / 100)]}{[1 - (\text{ปริมาณน้ำที่มีใน IPA ร้อยละโดยน้ำหนัก} / 100 \text{ ร้อยละโดยน้ำหนัก})]} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{น้ำหนักน้ำปราศจากไอออน(กรัม)} = [W(\text{กรัม}) - \text{น้ำหนัก IPA (กรัม)}] \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{ตัวอย่างน้ำควบคุม (1ร้อยละโดยน้ำหนัก)} = \text{น้ำหนัก IPA (กรัม)} + \text{น้ำหนักน้ำปราศจากไอออน (กรัม)} \dots\dots\dots (3)$$

โดยที่ W คือ น้ำหนักตัวอย่างน้ำควบคุม หน่วย กรัม

1. จากสมการข้างต้นผู้วิจัยต้องการศึกษาการพัฒนาตัวอย่างน้ำควบคุมที่ปริมาณน้ำ 1 ร้อยละโดยน้ำหนัก(สอดคล้อง HYDRANAL Water Standard 10.0 ซึ่งมีค่าปริมาณน้ำ 1.0 ร้อยละโดยน้ำหนัก) น้ำหนัก 50 กรัม จากการทดสอบหาปริมาณน้ำของไอโซโพรพานอล พบว่า มีค่าเท่ากับ 0.1116 ร้อยละโดยน้ำหนัก (3 ซ้ำ) ดังนั้นเมื่อแทนค่าปริมาณน้ำที่มีในไอโซโพรพานอล ในสมการเพื่อคำนวณหาน้ำหนักไอโซโพรพานอล และน้ำหนักของน้ำที่จะต้องใช้ในการเตรียมเพื่อนำมาซึ่งให้น้ำหนักที่ 50 กรัม ในภาชนะบรรจุ จึงต้องชั่งน้ำหนักของไอโซโพรพานอล ให้ได้ 49.5553 กรัม และชั่งน้ำหนักของน้ำปราศจากไอออนให้ได้ 0.4447 กรัม ด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง จากการแทนค่าในสมการที่ 1 ถึง สมการที่ 3 ดังนี้

$$\text{น้ำหนัก IPA (กรัม)} = \frac{[ 50 (\text{กรัม}) - (50 (\text{กรัม}) / 100)]}{[ 1 - (0.1116 \text{ ร้อยละโดยน้ำหนัก} / 100 \text{ ร้อยละโดยน้ำหนัก})]}$$

$$= 49.5553 (\text{กรัม})$$

$$\text{น้ำหนักน้ำปราศจากไอออน (กรัม)} = [ 50 (\text{กรัม}) - 49.5553 (\text{กรัม}) ] = 0.4447 (\text{กรัม})$$

$$\text{ตัวอย่างน้ำควบคุม (1ร้อยละโดยน้ำหนัก)} = 49.5553 (\text{กรัม}) + 0.4447 (\text{กรัม})$$

2. การตรวจสอบความใช้ได้ของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้น โดยทดสอบปริมาณน้ำระหว่าง 2 เครื่องมือ คือ เครื่อง KFC และ เครื่อง KfV ที่มีใช้ในห้องปฏิบัติการ ประเมินผลที่ได้โดยการประมวลผลชุดข้อมูลรูปแบบแผนภูมิ X bar-R Chart ด้วยโปรแกรม Minitab เพื่อจัดทำเป็นแผนภูมิควบคุมสำหรับใช้ควบคุมคุณภาพศึกษาความเที่ยง (Precision) โดยพิจารณาค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (relative standard deviation; %RSD) ของตัวอย่างน้ำควบคุมภายในวันเดียวกันและระหว่างวัน (Intra-day และ Inter-day) ของแต่ละเครื่องมือ การเปรียบเทียบผลระหว่าง 2 เครื่องมือ โดยการประเมินผลทดสอบที่ (t-test) ด้วยโปรแกรม Excel Data Analysis ศึกษาความแม่นยำ (Accuracy) โดยพิจารณาจากค่าเฉลี่ยร้อยละการได้คืนกลับ (%recovery) จากการศึกษาอายุการจัดเก็บของตัวอย่างน้ำควบคุมโดยเก็บข้อมูลปริมาณน้ำทุกเดือนที่ยังคงให้ผลการทดสอบภายในช่วงแผนภูมิควบคุมและพิจารณาถึง Outlier ของชุดข้อมูลด้วยสถิติ Grubbs Test รวมทั้งการเปรียบเทียบผลระหว่างผู้ทดสอบโดยการประเมินผลทดสอบที่ (t-test) ด้วยโปรแกรม Excel Data Analysis

## ผลการวิจัย

การพัฒนาตัวอย่างน้ำควบคุมเพื่อควบคุมคุณภาพการทดสอบปริมาณน้ำด้วยวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลพิชเซอร์ ได้พิจารณาเลือกไอโซโพรพานอลผสมกับน้ำปราศจากไอออนมาใช้ในการเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมเพื่อให้ได้ตัวอย่างน้ำควบคุมที่ปริมาณน้ำเท่ากับ 1 ร้อยละโดยน้ำหนัก เนื่องจากให้คุณสมบัติด้านความอันตรายต่อการนำมาใช้งานน้อย จุดเดือดสูงกว่าอุณหภูมิห้องเพื่อลดอัตราการระเหยที่ส่งผลต่อความถูกต้องของปริมาณน้ำราคาต้นทุนที่ต้องการเหมาะสมที่สุด แสดงดังตารางที่ 1 ซึ่งตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นบรรจุในขวดสีชาและจัดเก็บภายใต้สภาวะห้องปฏิบัติการปกติก่อนการทดสอบตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นได้ทำการทวนสอบเครื่องมือด้วย HYDRANAL Water Standard ที่มีใบรับรองและทราบค่าแน่นอนความเข้มข้นคือ  $1.001 \pm 0.006$  ร้อยละโดยน้ำหนัก ผลการทวนสอบได้ผลลัพธ์อยู่ในช่วงของใบรับรอง แสดงผลดังตารางที่ 2

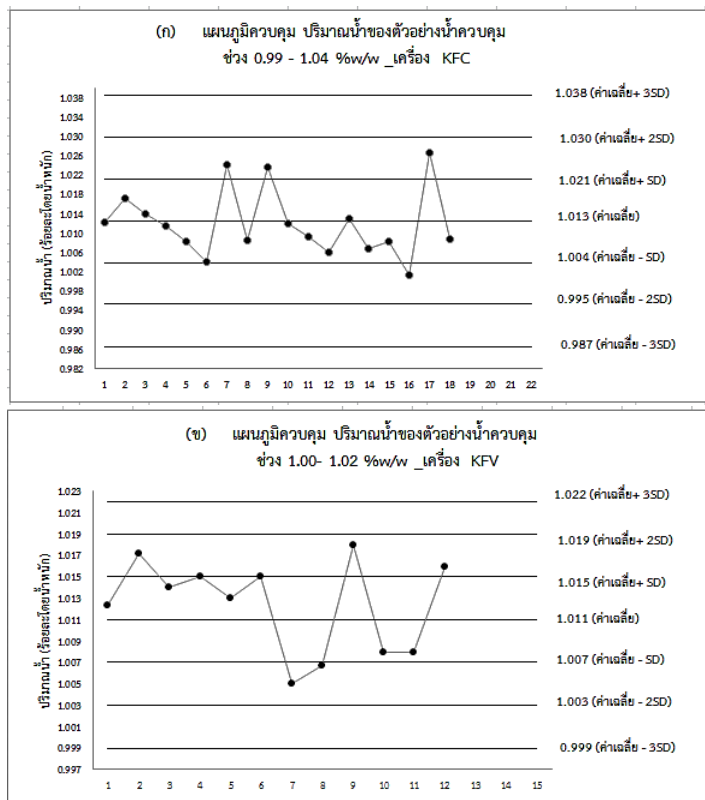
การศึกษาช่วงนำไปใช้งานตัวอย่างน้ำควบคุม โดยการทดสอบค่าปริมาณน้ำด้วยวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลพิชเซอร์ด้วยเครื่อง KFC และ KfV จำนวนเครื่องละ 30 ชุดข้อมูล เพื่อสรุปและจัดทำแผนภูมิควบคุม ด้วยโปรแกรม Minitab เพื่อดูผลช่วงการใช้งานของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นที่ ค่าเฉลี่ย $\pm 3SD$  ผลการทดสอบด้วยเครื่อง KFC มีค่าเฉลี่ยที่ 1.01 ร้อยละโดยน้ำหนักมีค่าควบคุมด้านบน (Upper control limit, UCL) ที่ 1.04 ร้อยละโดยน้ำหนักค่าควบคุมด้านล่าง (Lower control limit, LCL) ที่ 0.99 ร้อยละโดยน้ำหนัก และผลการทดสอบด้วยเครื่อง KfV มีค่าเฉลี่ยที่ 1.01 ร้อยละโดยน้ำหนัก มีค่าควบคุมด้านบนที่ 1.02 ร้อยละโดยน้ำหนักค่าควบคุมด้านล่างที่ 1.00 ร้อยละโดยน้ำหนัก แสดงดังตารางที่ 3 และจากข้อมูลทำให้สามารถสร้างเป็นแผนภูมิควบคุมเพื่อใช้ควบคุมคุณภาพการทดสอบของปริมาณน้ำที่ทดสอบด้วยเครื่อง KFC และ KfV ตัวอย่างแสดงแผนภูมิควบคุมนำไปใช้งานจริงดังภาพที่ 2

ตารางที่ 2 ผลการทดสอบปริมาณน้ำของ HYDRANAL Water Standard และตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้น

ซ้ำที่	เครื่อง KFC (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		เครื่อง KFV (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
	HYDRANAL Water Standard	ตัวอย่างน้ำควบคุม	HYDRANAL Water Standard	ตัวอย่างน้ำควบคุม
1	1.004	1.003	1.003	1.015
2	1.001	1.007	1.002	1.021
3	1.005	1.015	1.005	1.019
Mean	1.003	1.008	1.003	1.018
%RSD	0.207	0.607	0.152	0.300

ตารางที่ 3 ผลปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมจาก X bar-R Chart ด้วยโปรแกรม Minitab (ร้อยละโดยน้ำหนัก)

รายการ	ค่าเฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	ค่าควบคุมด้านบน	ค่าควบคุมด้านล่าง
เครื่อง KFC	1.013	0.009	1.038	0.987
เครื่อง KFV	1.011	0.004	1.022	0.999



ภาพที่ 2 แผนภูมิควบคุมปริมาณน้ำสำหรับตัวอย่างน้ำควบคุมที่ทดสอบด้วยเครื่อง KFC (ก) เครื่อง KFV (ข)

ผลการศึกษาความเที่ยงของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นโดยนำไปทดสอบด้วยเครื่องทดสอบปริมาณน้ำระหว่าง 2 เครื่องมือ คือ KFC และ KFV พิจารณาจากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ จากผลการทดสอบพบว่าปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมทั้งจากเครื่อง KFC และ KFV ผลทุกซ้ำอยู่ภายในช่วงแผนภูมิควบคุมตามตารางที่ 3 โดยมีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.37% และ 0.76% ตามลำดับ รวมทั้งผลการทดสอบในวันเดียวกัน (10 ซ้ำ) และผลการทดสอบระหว่างวัน (10 ซ้ำ ภายใน 2 วัน) จากเครื่อง KFC เท่ากับ 0.71% และ 0.79% ตามลำดับและจากเครื่อง KFV เท่ากับ 0.67% และ 0.55% ตามลำดับ พิจารณาจากเกณฑ์กำหนดให้ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ต้องมีค่าไม่เกิน 2.70% (AOAC, 2016) จึงผ่านเกณฑ์ผลการทดสอบค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นผ่านเกณฑ์การทดสอบแสดงดังตารางที่ 4

ผลการเปรียบเทียบระหว่าง 2 เครื่องมือ โดยการประเมินผลทดสอบที่ ( $t$ -test) ด้วยโปรแกรม Excel Data Analysis เพื่อยืนยันถึงผลปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นระหว่างทั้ง 2 เครื่องมือ ไม่มีความแตกต่างกันแสดงดังตารางที่ 5 กำหนดสมมติฐานให้  $H_0: \mu_0 = \mu_1 \dots (1)$  และ  $H_1: \mu_0 \neq \mu_1 \dots (2)$  โดย  $\mu_0$  คือ ผลการทดสอบปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมด้วยเครื่อง KFC และ  $\mu_1$  คือ ผลการทดสอบปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมด้วยเครื่อง KJV การประเมินผลกรณี  $t_{Stat} < t_{Critical}$  จะยอมรับสมมติฐาน  $H_0$  แสดงว่าผลปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นระหว่างทั้ง 2 เครื่องมือไม่มีความแตกต่างกันที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 แต่ในกรณีหากพบว่า  $t_{Stat} > t_{Critical}$  จะปฏิเสธสมมติฐาน  $H_0$  ยอมรับสมมติฐาน  $H_1$  แสดงว่าผลปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นระหว่างทั้ง 2 เครื่องมือมีความแตกต่างกัน ซึ่งผลทดสอบที่ พบว่า  $t_{Stat} < t_{Critical}$  (ตารางที่ 5)

ตารางที่ 4 ผลการศึกษาความเที่ยงของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นจากการทดสอบด้วยเครื่อง KFC และ KJV

ค่าทางสถิติ	ปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุม หน่วยร้อยละโดยน้ำหนัก					
	ผลจาก 2 เครื่องมือ		ผลจาก KFC		ผลจาก KJV	
	KFC	KJV	วันเดียวกัน	ระหว่างวัน	วันเดียวกัน	ระหว่างวัน
Mean	1.012	1.009	1.010	1.015	1.013	1.015
SD	0.004	0.008	0.007	0.008	0.007	0.006
%RSD*	0.366	0.755	0.707	0.789	0.671	0.550

\*เกณฑ์ < 2.70% (n=10, AOAC 2016)

ตารางที่ 5 ผลการทดสอบที่ ( $t$ -test) ของปริมาณน้ำจากตัวอย่างน้ำควบคุมระหว่าง 2 เครื่องมือ

t-test: Two-Sample Assuming Equal Variances		
ค่าทางสถิติ	เครื่อง KFC	เครื่อง KJV
Mean	1.012	1.009
Variance	0.000	0.000
Observations	10	10
Pooled Variance	0.000	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	18	
$t_{Stat}$	1.277	
P(T<=t) one-tail	0.109	
$t_{Critical}$ one-tail	1.734	
P(T<=t) two-tail	0.218	
$t_{Critical}$ two-tail	2.101	

ผลการศึกษาผลความแม่นยำพิจารณาจากค่าเฉลี่ยร้อยละการได้คืนกลับ (%recovery) จากการศึกษายูการจัดเก็บของตัวอย่างน้ำควบคุม โดยรวบรวมข้อมูลผลการทดสอบปริมาณน้ำทุกเดือนที่ยังคงให้ผลภายในช่วงแผนภูมิควบคุมและพิจารณาถึง Outlier ของชุดข้อมูลด้วยสถิติ Grubbs' Test เมื่อศึกษาช่วงอายุการใช้งานของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นโดยทดสอบปริมาณน้ำทั้งเครื่อง KFC และ KJV ตั้งแต่เดือนที่เริ่มเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมนับเป็นเดือนที่ 1 จนถึงเดือนที่ให้ค่าปริมาณน้ำออกนอกช่วงแผนภูมิควบคุมโดยทดสอบ 2 รอบ เพื่อศึกษาระยะเวลาที่ให้ค่าปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมยังคงอยู่ภายในช่วงแผนภูมิควบคุม 0.99-1.04 ร้อยละโดยน้ำหนักและ 1.00-1.02 ร้อยละโดยน้ำหนักสำหรับ KFC และ KJV ตามลำดับพบว่า อายุการจัดเก็บของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นอยู่ที่ 4 เดือน ที่ยังคงให้ผลการทดสอบภายในช่วงแผนภูมิควบคุม มีความเที่ยงซึ่งพิจารณาจากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ไม่เกิน 2.70 % มีความแม่นยำซึ่งพิจารณาจากค่าเฉลี่ยร้อยละการได้คืนกลับที่แสดงว่าผลการทดสอบมีค่าเข้าใกล้ค่าจริง เกณฑ์กำหนดให้ค่าเฉลี่ยร้อยละการได้คืนกลับช่วง 97-103 (n=10,



AOAC, 2016) ผลพบว่าให้ค่าร้อยละการได้คืนกลับช่วง 99.37-100.94 สำหรับ KFC และให้ค่าร้อยละการได้คืนกลับช่วง 99.59 - 100.50 สำหรับ KfV ซึ่งตลอดทั้ง 4 เดือนให้ผลผ่านตามเกณฑ์ และเมื่อพิจารณาถึง Outlier ของชุดข้อมูลพบว่าผลการพิสูจน์ค่า Outlier (min) และ Outlier (max) จาก Grubb Test ( $\alpha = 0.05, n=10$ ) เท่ากับ 2.18 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ผลการทดสอบตัวอย่างน้ำควบคุมทั้ง 10 ซ้ำแต่ละเดือนไม่พบว่ามี Outlier แต่ในขณะที่ผลการทดสอบเดือนที่ 5 ตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นมีค่าปริมาณน้ำเกินช่วงการใช้งานของแผนภูมิควบคุมจากทั้ง 2 รอบ ส่งผลให้ค่าเฉลี่ยร้อยละการได้คืนกลับเกินเกณฑ์ที่กำหนดเช่นกัน และผลการทดสอบทั้ง 2 เครื่องมือสอดคล้องกัน แสดงดังตารางที่ 6 และ ตารางที่ 7

**ตารางที่ 6** ผลทดสอบอายุการจัดเก็บของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นแสดงถึงความเที่ยง (%RSD) ความแม่นยำ (%recovery) และ Outlier ของชุดข้อมูลด้วยเครื่อง KFC หน่วยร้อยละโดยน้ำหนัก

ค่าทางสถิติ	ปริมาณน้ำ รอบ 1					ปริมาณน้ำ รอบ 2				
	เดือน 1	เดือน 2	เดือน 3	เดือน 4	เดือน 5*	เดือน 1	เดือน 2	เดือน 3	เดือน 4	เดือน 5*
Mean	1.011	1.013	1.022	1.016	1.064	1.013	1.009	1.006	1.019	1.073
SD	0.012	0.009	0.012	0.016	0.013	0.01	0.007	0.007	0.013	0.023
%RSD	1.192	0.927	1.186	1.567	1.195	1.015	0.685	0.732	1.313	2.128
%Recovery	99.83	100.01	100.94	100.35	105.10	100.00	99.63	99.37	100.63	105.97
Min	0.995	1.000	1.006	0.987	1.043	0.998	0.995	0.997	1.003	1.044
Max	1.029	1.028	1.033	1.034	1.09	1.028	1.016	1.018	1.037	1.113
Outlier(min)	1.275	1.365	1.353	1.826	1.631	1.451	1.943	1.244	1.223	1.285
Outlier(max)	1.471	1.629	0.941	1.108	2.032	1.458	1.098	1.567	1.349	1.754

แผนภูมิควบคุมสำหรับ KFC (0.99-1.04 ร้อยละโดยน้ำหนัก), %RSD (<2.70%, n=10, AOAC 2016), %Recovery (97-103%, AOAC 2016), Grubb Test, ( $\alpha = 0.05, n=10$ ) = 2.18, \*เดือน 5 ข้อมูลนอกช่วงแผนภูมิควบคุม

**ตารางที่ 7** ผลทดสอบอายุการจัดเก็บของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นแสดงถึงความเที่ยง (%RSD) ความแม่นยำ (%recovery) และ Outlier ของชุดข้อมูลด้วยเครื่อง KfV หน่วยร้อยละโดยน้ำหนัก

ค่าทางสถิติ	ปริมาณน้ำ รอบ 1					ปริมาณน้ำ รอบ 2				
	เดือน 1	เดือน 2	เดือน 3	เดือน 4	เดือน 5*	เดือน 1	เดือน 2	เดือน 3	เดือน 4	เดือน 5*
Mean	1.016	1.012	1.011	1.009	1.131	1.012	1.013	1.009	1.007	1.051
SD	0.004	0.005	0.005	0.007	0.008	0.006	0.006	0.004	0.004	0.009
%RSD	0.421	0.48	0.463	0.727	0.699	0.623	0.595	0.423	0.379	0.878
%Recovery	100.50	100.06	99.99	99.78	111.83	100.10	100.19	99.78	99.59	103.95
Min	1.007	1.002	1.005	0.999	1.119	1.004	1.006	1.002	1.001	1.037
Max	1.022	1.019	1.019	1.024	1.144	1.02	1.022	1.015	1.011	1.065
Outlier(min)	2.126	1.976	1.261	1.337	1.467	1.268	1.145	1.595	1.544	1.506
Outlier(max)	1.378	1.523	1.732	2.074	1.695	1.268	1.510	1.454	1.078	1.527

แผนภูมิควบคุมสำหรับ KfV (1.00-1.02 ร้อยละโดยน้ำหนัก), %RSD (<2.70%, n=10, AOAC 2016), %Recovery (97-103%, AOAC 2016), Grubb Test, ( $\alpha = 0.05, n=10$ ) = 2.18, \*เดือน 5 ข้อมูลนอกช่วงแผนภูมิควบคุม

ผลการเปรียบเทียบผลระหว่างผู้ทดสอบ เพื่อยืนยันว่าการใช้ตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นทดสอบด้วยผู้ทดสอบต่างกันให้ผลการทดสอบที่ไม่แตกต่างกันที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 โดยการประเมินผลทดสอบที่ ( $t$ -test) ด้วยโปรแกรม Excel Data Analysis พิจารณาจาก  $t_{Stat} < t_{Critical}$  แสดงดังตารางที่ 8

**ตารางที่ 8** ผลทดสอบที่ (t-test) ปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมระหว่างผู้ทดสอบจากเครื่อง KFC และ KFV

ค่าทางสถิติ	KFC		KFV	
	ผู้ทดสอบที่ 1	ผู้ทดสอบที่ 2	ผู้ทดสอบที่ 1	ผู้ทดสอบที่ 2
Mean	1.008	1.004	1.015	1.013
Variance	0.000	0.000	0.000	0.000
Observations	3	3	3	3
Pearson Correlation	0.874		0.918	
Hypothesized Mean Difference	0		0	
df	2		2	
$t_{Stat}$	1.442		1.309	
P(T<=t) one-tail	0.143		0.160	
$t_{Critical}$ one-tail	2.920		2.920	
P(T<=t) two-tail	0.286		0.321	
$t_{Critical}$ two-tail	4.303		4.303	

### สรุปผลการวิจัย

จากการพัฒนาตัวอย่างน้ำควบคุมเพื่อใช้ควบคุมคุณภาพการทดสอบในห้องปฏิบัติการ โดยการใช้ไอโซโพรพานอลเจือจางน้ำปราศจากไอออนมาใช้ในการเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมให้ได้ค่าปริมาณน้ำเท่ากับ 1 ร้อยละ โดยน้ำหนักผลการตรวจสอบความใช้ได้ของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นพบว่า ผลการทดสอบหาค่าปริมาณน้ำด้วยเครื่อง KFC และ KFV สรุปได้ว่าผลจาก 2 เครื่องมือไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 จากผลทดสอบที่ (t-test) ผลมีความเที่ยงผ่านตามเกณฑ์โดยพิจารณาจากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ไม่เกิน 2.70% ส่วนผลความแม่นยำจากทั้งสองเครื่องมือผ่านเกณฑ์โดยพิจารณาจากค่าเฉลี่ยร้อยละการได้คืนกลับในช่วง 97-103 ได้แผนภูมิควบคุมที่ 0.99-1.04 ร้อยละโดยน้ำหนักจากวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟีชเชอร์คูลอมเมตริกและได้แผนภูมิควบคุมที่ 1.00-1.02 ร้อยละโดยน้ำหนัก จากวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟีชเชอร์วอลูเมตริก นอกจากนี้ผลจากการศึกษาอายุการจัดเก็บของตัวอย่างน้ำควบคุมโดยทดสอบ 2 รอบมีอายุการจัดเก็บที่ 4 เดือน โดยใช้สารไอโซโพรพานอลเพียง 50 มิลลิลิตร และน้ำปราศจากไอออนเพียงเล็กน้อยคิดเป็นค่าใช้จ่ายเพียง 10 บาทต่อการเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมหนึ่งครั้ง ทำให้ช่วยลดค่าใช้จ่ายจากการซื้อ HYDRANAL water standard มาใช้งานทุกปีได้ ในขณะเดียวกันการเลือกใช้ไอโซโพรพานอลและน้ำปราศจากไอออนมาเป็นตัวอย่างน้ำควบคุมโดยใช้แผนภูมิควบคุมมาเป็นเกณฑ์สำหรับการควบคุมคุณภาพการทดสอบสามารถช่วยลดความเสี่ยงด้านความอันตรายจากการใช้ HYDRANAL Water Standard ตามระบบสากล GSH ได้อีกด้วย

### อภิปรายผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

จากตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นนำมาทดสอบหาค่าปริมาณน้ำทำให้ได้เป็นข้อมูลแผนภูมิควบคุมสำหรับใช้ควบคุมคุณภาพผลการทดสอบในห้องปฏิบัติการ โดยแผนภูมิควบคุมของเครื่อง KFC แสดงค่าปริมาณน้ำมีค่าเฉลี่ยที่ 1.01 ร้อยละโดยน้ำหนักค่าควบคุมด้านบนที่ 1.04 ร้อยละโดยน้ำหนัก ค่าควบคุมด้านล่างที่ 0.99 ร้อยละโดยน้ำหนัก ในขณะที่แผนภูมิควบคุมของเครื่อง KFV แสดงค่าปริมาณน้ำมีค่าเฉลี่ยที่ 1.01 ร้อยละโดยน้ำหนักค่าควบคุมด้านบนที่ 1.02 ร้อยละโดยน้ำหนักค่าควบคุมด้านล่างที่ 1.00 ร้อยละโดยน้ำหนักผลการศึกษาความเที่ยงพิจารณาค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ระหว่าง 2 เครื่องมือทั้งจากวันเดียวกันและระหว่างวันเกณฑ์กำหนดค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ต้องมีค่าไม่เกิน 2.70% พบว่ามีค่าความเที่ยงระหว่าง 0.37-0.79% ผ่านตามเกณฑ์ เมื่อเปรียบเทียบผลระหว่าง 2 เครื่องมือ โดยการประเมินผลการทดสอบที่ (t-test) เพื่อยืนยันถึงผลปริมาณน้ำของตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นระหว่างทั้ง 2 เครื่องมือพบว่า  $t_{Stat}=1.28 < t_{Critical}=2.10$  สรุปได้ว่าผลจากทั้ง 2 เครื่องมือไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 สรุปได้ว่าตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นสามารถเป็นทางเลือกสำหรับใช้เพื่อควบคุมคุณภาพการทดสอบปริมาณน้ำด้วยวิธีการไทเทรตแบบคาร์ลฟีชเชอร์ได้ เหมาะสมในการนำไปใช้ควบคุมคุณภาพในห้องปฏิบัติการ และจาก

การศึกษาอายุการจัดเก็บของตัวอย่างน้ำควบคุมโดยทดสอบ 2 รอบที่ให้ค่าปริมาณน้ำอยู่ในช่วงแผนภูมิควบคุม 0.99-1.04 ร้อยละโดยน้ำหนัก สำหรับเครื่อง KFC และอยู่ในช่วงแผนภูมิควบคุม 1.00- 1.02 ร้อยละโดยน้ำหนักสำหรับเครื่อง KFV ผลความแม่นยำซึ่งพิจารณาจากค่าเฉลี่ยร้อยละการได้คืนกลับผลจากทั้ง 2 เครื่องมือให้ค่าเฉลี่ยร้อยละการได้คืนกลับในช่วง 99.37 - 100.94 ผ่านเกณฑ์กำหนดค่าเฉลี่ยร้อยละการได้คืนกลับ คือ 97-103 อีกทั้งผลการทดสอบที่ (*t*-test) ระหว่างผู้ทดสอบให้ค่า  $t_{Stat}=1.44 < t_{Critical}=4.30$  สำหรับเครื่อง KFC และให้ค่า  $t_{Stat}=1.31 < t_{Critical}=4.30$  สำหรับเครื่อง KFV สรุปได้ว่าผลระหว่างผู้ทดสอบจากทั้ง 2 เครื่องมือมีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 นอกจากนี้ตัวอย่างน้ำควบคุมที่พัฒนาขึ้นมีอายุการจัดเก็บ 4 เดือนที่ยังคงให้ผลภายในช่วงแผนภูมิควบคุมสอดคล้องกันทั้ง 2 เครื่องมือ ในขณะที่งานวิจัยของ Shinsuke *et al.* (2014) ซึ่งเป็นการผลิต CRM ระดับนานาชาติให้ผลอายุการจัดเก็บที่ 2 ปี อย่างไรก็ตามตัวอย่างน้ำควบคุมมีอายุการจัดเก็บ 4 เดือนเพียงพอต่อการใช้งานสำหรับใช้ควบคุมคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการ

ข้อเสนอแนะในการเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมควรเตรียมที่ปริมาณมากเนื่องจากการเตรียมตัวอย่างน้ำควบคุมที่ปริมาณน้อยพบว่าจะให้ค่าผิดพลาดที่ค่อนข้างสูงกว่าการเตรียมตัวอย่างน้ำปริมาณมาก เนื่องจากมีความผิดพลาดจากการเตรียมน้ำปราศจากไอออนที่เติมเต็มการชั่งตัวอย่างน้ำที่ปริมาณน้อยมาก ๆ ทำได้ยากซึ่งเกิดจากความผิดพลาดของเครื่องชั่งเมื่อต้องชั่งตัวอย่างน้ำปริมาณน้อยและความผิดพลาดจากปิเปตในการดูดน้ำเพื่อปล่อยในภาชนะในปริมาณน้อยจะส่งผลต่อความเข้มข้นของตัวอย่างน้ำควบคุมที่ต้องการเตรียม ข้อเสนอแนะสำหรับการพัฒนาต่อไป วิจัยเพิ่มในส่วนของการศึกษาอายุการจัดเก็บของตัวอย่างน้ำเพิ่มเติมโดยมุ่งเน้นไปที่รูปแบบบรรจุภัณฑ์ที่ให้ผลอายุการจัดเก็บที่นานขึ้น เช่น การจัดเก็บตัวอย่างน้ำควบคุมที่ผ่านการเตรียมแยกเก็บในขวดบรรจุขนาดเล็กและเปิดใช้งานที่สะดวกแทนการเปิดใช้งานจากขวดที่เตรียมไว้ตอนเริ่มต้น รวมทั้งการศึกษาการทดสอบหาค่าความเข้มข้นของตัวอย่างน้ำโดยใช้เทคนิควิเคราะห์อื่น ๆ เช่น FTIR หรือ NMR เป็นต้น เพื่อทำการเปรียบเทียบผลระหว่างวิธีการทดสอบอีกช่องทางหนึ่ง

### กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณผู้อำนวยการสำนักเครื่องมือวิทยาศาสตร์และการทดสอบ หัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์สำนักเครื่องมือวิทยาศาสตร์และการทดสอบ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ที่สนับสนุนให้ผู้วิจัยได้มีการปรับปรุงพัฒนางานอย่างต่อเนื่องต่อยอดจากงานประจำสู่งานวิจัย เพื่อเพิ่มความน่าเชื่อถือของการทดสอบและบริการ อีกทั้งอำนวยความสะดวกในการใช้งานเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์ และขอขอบคุณหัวหน้างานซ่อมบำรุงรักษาเครื่องมือวิจัย ที่ให้คำปรึกษาและช่วยแก้ปัญหาเครื่องในระหว่างการดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้จนสำเร็จลุล่วงตามเป้าหมาย

### เอกสารอ้างอิง

- AOAC. 2016. Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements. AOAC Official Methods of Analysis. [Online]. Available: [http://www.eoma.aoac.org/app\\_f.pdf](http://www.eoma.aoac.org/app_f.pdf). (Retrieved May, 2021).
- ASTM D6304-07. 2007. Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration. 218-223.
- ASTM E203-16. 2016. Standard Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration. 660-668.
- Eva, T., Turk, E. and S. Kreft. 2012. Simple Modification of Karl-Fischer Titration Method for Determination of Water Content in Colored Samples. Hindawi Publishing Corporation Journal of Analytical Methods in Chemistry. [Online]. Available: <https://downloads.hindawi.com/journals/jamc/2012/379724.pdf>. (Retrieved May, 2021).
- Metrohm, A.G. 2003. 756/831 KF Coulometer Instruction for Use. CH-9101 Herisau Switzerland. 155 pages.
- Mettler-Toledo GmbH Analytical. 2015. Volumetric KF Titrator V10S/V20S/V30S Operating Instructions. CH-8603 Schwerzenbach Switzerland. 127 pages.
- Shinsuke, I., Asakai, T., Numata, M., Hanari, N., Ishikawa, K., Kitanaka, K., Hagiwarab, M. and S.Kotakib. 2014. Certification of water content in NMIJ CRM 4222-a water standard solution 0.1 mg/g by coulometric and volumetric Karl Fischer titration. Analytical Methods. [Online]. Available: <https://pubs.rsc.org/en/content/getauthorversionpdf/C3AY42314J>. (Retrieved September, 2021).