

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์

อังคณา ยาบา, สุนทร ขวัญอ่อน, นูรมา ซาและ และ ผุสดี มุหะหมัด*

ศูนย์บริการตรวจสอบและรับรองมาตรฐาน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

*อีเมลผู้ประพันธ์บรรณกิจ: phutsadee.m@gmail.com

บทคัดย่อ

การศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ในตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ชนิดผง โดยทำการยืนยันขีดจำกัดในการรายงานผล (Reporting Limit) ความแม่นยำ (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) ผลการทดสอบพบว่า ค่าการยืนยันขีดจำกัดในการรายงานผล ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w มีค่าเฉลี่ยของปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ เท่ากับ 28.11 %w/w, 31.05 %w/w และ 35.13 %w/w และมีค่าร้อยละการคืนกลับได้ (%Recovery) อยู่ในช่วง 100.28 - 100.51 %, 100.05 - 100.49 % และ 100.12 - 100.81 % ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับ 98 - 101 % ค่าความแม่นยำ ในตัวอย่างวัสดุอ้างอิงพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (RM) ที่ระดับความเข้มข้น 29 %w/w มีค่าเฉลี่ยของปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ เท่ากับ 29.25 %w/w มีค่าร้อยละการคืนกลับได้อยู่ในช่วง 100.74 - 100.93 % ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับ 98 - 101 % และค่าความเที่ยง โดยใช้วัสดุอ้างอิงพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์เติมลงในตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (Spiked Sample) ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ วันเดียวกัน (Repeatability Precision) มีค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 0.28 %, 0.32 % และ 0.38 % และผลของการทดสอบที่ต่างวันต่างเวลา (Intermediate Precision) เป็นเวลา 3 วัน พบว่ามีค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) วันที่ 1 %RSD เท่ากับ 0.28 %, 0.32 % และ 0.38 % วันที่ 2 %RSD เท่ากับ 0.30 %, 0.22 % และ 0.25 % วันที่ 3 %RSD เท่ากับ 0.25 %, 0.27 % และ 0.39 % ตามลำดับ ซึ่งทั้งหมดผ่านเกณฑ์การยอมรับไม่เกิน 10 % ดังนั้นจากการศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ เป็นไปตามวัตถุประสงค์ที่กำหนด

คำสำคัญ: พอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์, อะลูมิเนียมออกไซด์, การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ, วิธีไทเทรต, มอก. 2821-2560

Method Validation of Aluminium Oxide in Polyaluminium Chloride

Aungkana Yaba, Soonthorn Khwan-On, Nurma Salaeh and Phusadee Muhamud*

*Center of Measurement and Standard Accreditation, Faculty of Science, Prince of Songkla University,
Hatyai, Songkla, 90110, Thailand*

*Corresponding author: phutsadee.m@gmail.com

Abstract

This study investigated the method validation for the determination of aluminum oxide (Al_2O_3) content in polyaluminum chloride samples, which are utilized as coagulants in water treatment processes. The validation results demonstrated that the verification of the reporting limit at concentration levels of 28% w/w, 31% w/w, and 35% w/w yielded average aluminum oxide contents of 28.11% w/w, 31.05% w/w, and 35.13% w/w, respectively. The percentage recoveries for these levels ranged from 100.28 - 100.51%, 100.05 - 100.49%, and 100.12 - 100.81%, respectively, all of which met the acceptance criteria of 98 - 101%. For accuracy evaluation using a polyaluminum chloride reference material (RM) at a concentration level of 29% w/w, the average aluminum oxide content was found to be 29.25% w/w, with percentage recoveries ranging between 100.74 - 100.93%, satisfying the 98 - 101% acceptance criteria. Precision was assessed using spiked samples (polyaluminum chloride reference material added to polyaluminum chloride samples) at concentration levels of 28% w/w, 31% w/w, and 35% w/w, with 10 replicates per concentration. For Repeatability Precision (intra-day precision), the relative standard deviations (%RSD) were 0.28%, 0.32%, and 0.38%, respectively. For Intermediate Precision (inter-day precision over 3 days), the %RSD values on Day 1 were 0.28%, 0.32%, and 0.38%; Day 2 values were 0.30%, 0.22%, and 0.25%; and Day 3 values were 0.25%, 0.27%, and 0.39%, respectively. All precision results complied with the acceptance criterion of not exceeding 10%. Consequently, this study demonstrates that the validated method for determining aluminum oxide content in polyaluminum chloride successfully meets all defined objectives.

Keywords: Polyaluminum Chloride, Aluminum Oxide, Method Validation, Titrimetric Method, TIS 2821-2560

บทนำ

พอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (Polyaluminium Chloride หรือ PAC) คือเกลือสังเคราะห์ของอลูมิเนียมคลอไรด์ ที่ได้ผ่านกระบวนการสังเคราะห์แบบพิเศษ มักใช้ในกระบวนการบำบัดน้ำ โดยพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งให้เกิดการตกตะกอนได้เป็นอย่างดี สามารถนำไปใช้งานได้ทั้งน้ำดิบและน้ำทิ้ง พอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์จะมีลักษณะเป็นผง เมื่อละลายน้ำจะทำให้สารแขวนลอยจับตัวกันเป็นก้อน และทำให้เกิดการตกตะกอนอย่างมีประสิทธิภาพ นิยมใช้ในการทำระบบกรองน้ำรูปแบบต่าง ๆ เช่น กรองน้ำประปา กรองน้ำบาดาล หรือกรองน้ำในโรงงานอุตสาหกรรม ลักษณะทั่วไปของสารพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์อาจอยู่ในรูปของสารละลายใส หรือขุ่นเล็กน้อยและอาจอยู่ในรูปของผงละเอียดสีขาว หรือเหลืองอ่อน มีคุณสมบัติคล้ายสารส้ม คือ สามารถทำให้เกิดการตกตะกอนในกระบวนการผลิตน้ำได้สามารถใช้ในน้ำที่มี pH ช่วงกว้าง 5.0 - 9.0 มีฤทธิ์กัดกร่อนที่น้อย ทำให้ใช้งานได้สะดวก สามารถละลายน้ำได้ดีมากกว่าการใช้งานสารส้ม ไม่ถูกเปลี่ยนโดยอุณหภูมิของน้ำ (มิตรนิรันดร์เอ็นจิเนียริง, 2569) ปัจจุบันประเทศไทยมีการใช้สารพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ซึ่งใช้ในการตกตะกอนของกระบวนการผลิตน้ำเป็นจำนวนมาก จึงได้มีการกำหนด มอก.2821-2560 ว่าด้วยเรื่องการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ตามประกาศสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.) กำหนดว่าการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์จะต้องใช้วิธีไทเทรต และปริมาณมาอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ได้ จะต้องมียอดไม่น้อยกว่า 28 % โดยมวล เพื่อเป็นการทดสอบคุณสมบัติทางเคมีและควบคุมคุณภาพของสารพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ศูนย์บริการตรวจสอบและรับรองมาตรฐาน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ เป็นหน่วยงานที่ได้รับการรับรองห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานสากล (ISO/IEC 17025; 2017) ในขอบข่ายต่างๆ ที่ให้บริการทดสอบทางด้านกายภาพ เคมี และจุลินทรีย์ ให้กับหน่วยงานทั้งภายในและภายนอกมหาวิทยาลัย หน่วยงานรัฐวิสาหกิจ ภาครัฐราชการ และหน่วยงานผู้ประกอบการเอกชน หนึ่งในนั้นคือการทดสอบสารพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ในการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ว่าตรงตามที่มาตรฐานกำหนดหรือไม่นั้น จำเป็นต้องส่งตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ทดสอบกับห้องปฏิบัติการที่มีความน่าเชื่อถือ ประกอบกับการประสานส่วนภูมิภาคสำนักงานใหญ่ ซึ่งเป็นหน่วยงานที่กำกับดูแลการประกาศเขตและการประสานสาขาทั่วประเทศ ที่มีการใช้งานสารพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ในการปรับปรุงคุณภาพน้ำประปา จึงได้กำหนดเอกสารขอบเขตและรายละเอียดของงาน (TOR) ให้ผู้รับจ้างจำเป็นต้องส่งตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ทดสอบกับห้องปฏิบัติการที่ได้รับการแต่งตั้งเป็นผู้ตรวจสอบผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (PAC) ตามมาตรา 5 แห่งพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. 2511 ของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.) โดยห้องปฏิบัติการต้องให้ผลทดสอบที่มีความถูกต้อง แม่นยำ และเชื่อถือได้ตามหลักวิชาการ ดังนั้นเพื่อให้เป็นไปตามข้อกำหนดของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.) จึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ (Method Validation) คือ กระบวนการที่พิสูจน์ว่าวิธีทดสอบมีความเหมาะสมที่จะนำไปใช้ทดสอบตามวัตถุประสงค์ที่ต้องการใช้ โดยมีหลักฐานยืนยัน (EURACHEM, 2025) หลักฐานที่ต้องทำการตรวจสอบยืนยันนั้น ขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ของการทดสอบ เช่น การทดสอบเชิงคุณภาพกับการทดสอบเชิงปริมาณ จะมีปัจจัยที่ต้องตรวจสอบต่างกัน ดังนั้นการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบจึงต้องคำนึงถึงปัจจัยหลายประการ เช่น ประเภทของการทดสอบ การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ ถือเป็นกระบวนการหนึ่งของการประกันคุณภาพห้องปฏิบัติการทดสอบ ซึ่งห้องปฏิบัติการจำเป็นต้องดำเนินการ โดยทั่วไปการยืนยันความน่าเชื่อถือของวิธีทดสอบจำเป็นต้องมีการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method Validation) ตามแนวทางของ EURACHEM. (2025). The Fitness for Purpose of Analytical Methods, A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics ตามมาตรฐาน ISO 17025 และมาตรฐาน Official Method of AOAC International, 21st Ed., Appendix K: Guidelines for Dietary Supplements and Botanicals โดยมีรายการที่ทำการศึกษาที่สำคัญ ได้แก่ ช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) ค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจพบได้ (Limit of Detection ; LOD) ค่าต่ำสุดที่สามารถรายงานผลได้ (Limit of Quantitation; LOQ) ขีดจำกัดในการรายงานผล (Reporting Limit) ความแม่นยำ (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) เพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ เป็นการยืนยันวิธีทดสอบที่มีความแม่นยำและความเที่ยง เป็นไปตามหลักวิชาการ โดยวิธีทดสอบที่ต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี ได้แก่ (EURACHEM, 2025)

1) วิธีทดสอบที่ไม่ใช่วิธีมาตรฐาน (Non-standard Method) วิธีที่ห้องปฏิบัติการปรับเปลี่ยนหรือดัดแปลงจากวิธีมาตรฐาน (In-house Method) เป็นต้นเมื่อห้องปฏิบัติการนำมาใช้ ต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี โดย ต้องตรวจสอบปัจจัย หรือ คุณลักษณะเฉพาะของวิธีทุกด้านที่มีผลกระทบกับผลการทดสอบ เพื่อให้สอดคล้องกับวัตถุประสงค์ของการใช้งาน

2) วิธีทดสอบที่ใช้นอกขอบเขตวิธีมาตรฐาน เช่น วิธีมาตรฐานกำหนดขอบเขตสามารถทดสอบปริมาณธาตุได้ระหว่าง 40 - 80% ถ้าห้องปฏิบัติการใช้นอกขอบเขตดังกล่าว ก็ต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี ก่อนนำมาใช้ทดสอบ

3) เมื่อตัวชี้บ่งการควบคุมคุณภาพของห้องปฏิบัติการ แสดงค่าให้เห็นว่าวิธีทดสอบดังกล่าวมีการเปลี่ยนแปลงไปจากเดิม

4) การนำไปใช้ต่างห้องปฏิบัติการ หรือต่างเครื่องมือกัน

5) เมื่อต้องการแสดงให้เห็นว่าวิธีสองวิธีไม่แตกต่างกัน เช่น วิธีใหม่กับวิธีมาตรฐาน อย่างไรก็ตาม ถึงแม้วิธีทดสอบจะเป็นวิธีมาตรฐาน ก็ควรทดสอบตามที่ได้กล่าวมาแล้ว เพื่อยืนยันว่าสามารถนำมาใช้ภายใต้เงื่อนไขที่กำหนดแล้วให้ผลการทดสอบที่ไม่แตกต่างจากที่กำหนดในวิธีมาตรฐาน (นันทนา และนุชนาท, 2555)

ศูนย์บริการตรวจสอบและรับรองมาตรฐาน กำลังจะขอขึ้นทะเบียนเป็นหน่วยตรวจสอบผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ตามมาตรา 5 แห่งพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. 2511 ของสำนักงานมาตรฐานอุตสาหกรรม (สมอ.) ดังนั้นเพื่อให้ห้องปฏิบัติการศูนย์บริการตรวจสอบและรับรองมาตรฐาน สามารถขึ้นทะเบียนเป็นผู้ตรวจสอบผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมสารพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (PAC) จึงจำเป็นต้องมีข้อมูลในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ เพื่อเป็นข้อมูลในการขึ้นทะเบียนเป็นห้องปฏิบัติการสำหรับทดสอบตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ต่อสำนักงานมาตรฐานอุตสาหกรรม (สมอ.) จึงได้ทำงานวิจัยนี้ขึ้น

วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์
2. เพื่อเป็นข้อมูลประกอบการขอรับการแต่งตั้งเป็นหน่วยงานตรวจสอบผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (PAC) ตามมาตรา 5 แห่งพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. 2511 ของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.)

ระเบียบวิธีวิจัย

การวิจัยครั้งนี้เป็นการยืนยันความถูกต้องของการศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมของพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ มอก. 2821-2560 โดยใช้วิธีการไทเทรต และทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ โดยทำการศึกษาช่วงการยืนยันขีดจำกัดในการรายงานผล (Reporting Limit) ความแม่นยำ (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) โดยมีรายละเอียดดังนี้

กลุ่มตัวอย่าง

พอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ชนิดความเป็นต่างสูงจากบริษัทผู้นำเข้าสารเคมี และจากการประสานส่วนภูมิภาค ที่ส่งมาทดสอบที่ศูนย์บริการตรวจสอบและรับรองมาตรฐาน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

1. Polyaluminium Chloride min. 99 %; RM Grade, USA
2. Conc. Nitric acid 65%, AR Grade
3. Conc. Hydrochloric acid 37%, AR Grade
4. Ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA), AR Grade
5. Sodium acetate trihydrate, AR Grade
6. Potassium fluoride, AR Grade
7. Zinc Powder, AR Grade
8. Sodium hydroxide, AR Grade
9. Xylenol orange indicator, AR Grade
10. Phenolphthalein indicator, AR Grade
11. Deionize water (DI, ELGA, England)
12. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง METTLER TOLEDO, Model ME204, SWITZERLAND
13. อ่างควบคุมอุณหภูมิ (water Bath)
14. อุปกรณ์เครื่องแก้วอื่นๆ สำหรับสำหรับเตรียมตัวอย่างและการไทเทรต เช่น
 - 14.1 ขวดวัดปริมาตร ขนาด 500 mL, Class A, DURAN
 - 14.2 ปิเปตแก้ว ขนาด 20 mL, Class A, WITEG
 - 14.3 บิวเรตแก้ว ขนาด 25 mL, Class A, BOROSIL

วิธีการวิจัย

1.วิธีการทดสอบหาปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3)

ชั่งตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ 2.5xxx g ละลายด้วยน้ำ DI ปรับปริมาตร 500 mL ปิเปตตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ 20 mL ในขวดรูปชมพูนขนาด 250 mL เติมกรดไนตริก (1:12) 2 mL นำไปต้มเป็นเวลา 1 นาที ตั้งไว้ให้เย็น เติม EDTA 0.05 M 20 mL ปรับพีเอช 3 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 %w/v ต้มเป็นเวลา 2 นาที ตั้งไว้ให้เย็น จากนั้นเติมโซเดียมอะซิเตท 2 M 10 mL เติมโซลินอลลอเรนจ์ 5 หยด และนำไปไทเทรตด้วยสารละลายซิงค์ 0.02 M จนถึงจุดยุติคือสีแดงอ่อน

Blank ใช้ น้ำ DI 20 mL เติมกรดไนตริก (1:12) 2 mL EDTA 0.05 M 20 mL ปรับพีเอช 3 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 %w/v ต้มเป็นเวลา 2 นาที ตั้งไว้ให้เย็น จากนั้นเติมโซเดียมอะซิเตท 2 M ปริมาตร 10 mL เติมโซลินอลลอเรนจ์ 5 หยด และนำไปไทเทรตด้วยสารละลายซิงค์ 0.02 M จนถึงจุดยุติคือสีแดงอ่อน

คำนวณหาอะลูมิเนียมออกไซด์ Al_2O_3 (%w/w)

$$\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ (%w/w)} = \frac{5.1 \times M_1 (d-a)}{20S/500} = \frac{127.45 \times M_1 (d-a)}{S}$$

เมื่อ M_1 = ความเข้มข้นของสารละลายซิงค์
 d = ปริมาตรของสารละลายซิงค์ที่ไทเทรตใน Blank
 a = ปริมาตรของสารละลายซิงค์ที่ไทเทรตในตัวอย่าง
 S = น้ำหนักตัวอย่าง (g)

2. วิธีการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์

2.1 การยืนยันขีดจำกัดในการรายงานผล (Reporting Limit) ทำการยืนยันขีดจำกัดในการรายงานผล (Reporting Limit) คือช่วงความเข้มข้นของผลิตภัณฑ์ที่ใช้งานจริง โดยการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w โดยชั่งตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ที่มีปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w มาความเข้มข้นละ 2.5xxx g ละลายด้วยน้ำ DI ปรับปริมาตร 500 mL ปิเปตตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ 20 mL ในขวดรูปชมพูนขนาด 250 mL เติมกรดไนตริก (1:12) 2 mL นำไปต้มเป็นเวลา 1 นาที ตั้งไว้ให้เย็น เติม EDTA 0.05 M 20 mL ปรับพีเอช 3 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 %w/v ต้มเป็นเวลา 2 นาที ตั้งไว้ให้เย็น จากนั้นเติมโซเดียมอะซิเตท 2 M 10 mL โซลินอลลอเรนจ์ 5 หยด และนำไปไทเทรตด้วยสารละลายซิงค์ 0.02 M จนถึงจุดยุติ คือสีแดงอ่อน จำนวนความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ และคำนวณหาค่าร้อยละการคืนกลับได้ (%Recovery) ของทุกความเข้มข้นต้องผ่านเกณฑ์การยอมรับร้อยละ 98 - 101 %

คำนวณหาค่าร้อยละการคืนกลับได้ (%Recovery)

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{ค่าที่ได้}}{\text{ค่าจริง}} \times 100$$

2.2 การศึกษาค่าความแม่นยำ (Accuracy)

ทำการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในวัสดุอ้างอิงพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (Referance Material; RM) ที่ความเข้มข้น 29 %w/w จำนวน 10 ซ้ำ และคำนวณหาค่าร้อยละการคืนกลับได้ (%Recovery) ต้องผ่านเกณฑ์การยอมรับร้อยละ 98 - 101%

คำนวณหาค่าร้อยละการคืนกลับได้ (%Recovery)

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{ค่าที่ได้}}{\text{ค่าจริง}} \times 100$$

2.3 การศึกษาหาค่าความเที่ยง (Precision)

2.3.1 Repeatability Precision

ทำการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ ในตัวอย่างวัสดุอ้างอิงพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ที่เติมลงในตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (Spiked Sample) ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31%w/w และ 35 %w/w ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ วันเดียวกัน และคำนวณหาค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ต้องไม่เกิน 10 %

2.3.2 Intermediate Precision

ทำการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ ในตัวอย่างวัสดุอ้างอิงพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ที่เติมลงในตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (Spiked Sample) ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31%w/w และ 35 %w/w ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ ต่างวันต่างเวลา เป็นเวลา 3 วัน และคำนวณหาค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ต้องไม่เกิน 10%

คำนวณหาค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD)

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$

เมื่อ SD = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน และ
 $\bar{x}$ = ค่าเฉลี่ยของข้อมูล

ผลการวิจัย

ผลการยืนยันขีดจำกัดในการรายงานผล ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w ดังแสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงผลการยืนยันขีดจำกัดในการรายงานผล ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w เกณฑ์การยอมรับค่าร้อยละการคืนกลับได้ %Recovery อยู่ในช่วง 98 - 101%

ตัวอย่าง	Al ₂ O ₃ (28 %w/w)	Recovery (%)	Al ₂ O ₃ (31 %w/w)	Recovery (%)	Al ₂ O ₃ (35 %w/w)	Recovery (%)
1	28.14	100.51	31.15	100.49	35.07	100.20
2	28.12	100.44	31.05	100.15	35.07	100.21
3	28.12	100.43	31.04	100.11	35.08	100.22
4	28.12	100.44	31.04	100.13	35.15	100.44
5	28.10	100.34	31.05	100.16	35.04	100.12
6	28.13	100.48	31.04	100.14	35.14	100.39
7	28.09	100.33	31.03	100.11	35.22	100.63
8	28.13	100.46	31.03	100.10	35.12	100.35
9	28.09	100.31	31.02	100.08	35.11	100.32
10	28.08	100.28	31.02	100.05	35.28	100.81
ค่าเฉลี่ย	28.11	100.40	31.05	100.15	35.13	100.37
SD	0.0223	0.0795	0.0380	0.1225	0.0751	0.2146
%Recovery	-	100.28 - 100.51	-	100.05 - 100.49	-	100.12 - 100.81

ผลการศึกษาความแม่นยำ ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ในตัวอย่างวัสดุอ้างอิงพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (RM) ที่ระดับความเข้มข้น 29 %w/w ดังแสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 แสดงผลการศึกษาความแม่นยำ ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ในตัวอย่างวัสดุอ้างอิงพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ที่ระดับความเข้มข้น 29 %w/w เกณฑ์การยอมรับค่าร้อยละการคืนกลับได้ %Recovery อยู่ในช่วง 98 - 101%

ตัวอย่าง	Wt. RM (g.)	Al ₂ O ₃ (29 %w/w)	Recovery (%)
1	2.5002	29.22	100.76
2	2.5010	29.26	100.90
3	2.5005	29.27	100.92
4	2.5010	29.26	100.90
5	2.5008	29.21	100.74
6	2.5003	29.27	100.93
7	2.5004	29.27	100.93
8	2.5006	29.27	100.92
9	2.5004	29.22	100.75
10	2.5009	29.26	100.91
ค่าเฉลี่ย	2.5006	29.25	100.87
SD	-	0.0237	0.0817
%Recovery	-	-	100.74-100.93

ผลการศึกษาหาค่าความเที่ยง ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ในตัวอย่าง Spiked Sample ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ วันเดียวกัน (Repeatability Precision) และต่างวันต่างเวลา เป็นเวลา 3 วัน (Intermediate Precision) และคำนวณค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ต้องไม่เกิน 10% ดังแสดงในตารางที่ 3 – 4

ตารางที่ 3 ตารางแสดงผลการศึกษาความเที่ยง (Precision) ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ Spiked Sample ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w ทดสอบ 10 ซ้ำ วันเดียวกัน (Repeatability Precision) แสดงค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) มีเกณฑ์การยอมรับไม่เกิน 10 %

ตัวอย่าง	Al ₂ O ₃ (28 %w/w)	Al ₂ O ₃ (31 %w/w)	Al ₂ O ₃ (35 %w/w)
1	28.02	31.00	34.50
2	28.09	30.80	34.66
3	28.20	30.86	34.70
4	28.21	30.80	34.55
5	28.17	30.76	34.76
6	28.16	30.71	34.76
7	28.11	30.75	34.50
8	28.11	30.96	34.71
9	28.27	30.86	34.76
10	28.26	30.96	34.40
ค่าเฉลี่ย	28.16	30.85	34.63
SD	0.0802	0.0992	0.1319
%RSD	0.28	0.32	0.38

ตารางที่ 4 แสดงผลการศึกษาความเที่ยง (Precision) ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ Spiked Sample ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w ทดสอบ 10 ซ้ำ ต่างวันต่างเวลา เป็นเวลา 3 วัน (Intermediate Precision) แสดงค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) มีเกณฑ์การยอมรับไม่เกิน 10%

Al ₂ O ₃ (%w/w)	วันที่ 1		วันที่ 2		วันที่ 3	
	ค่าเฉลี่ย	%RSD	ค่าเฉลี่ย	%RSD	ค่าเฉลี่ย	%RSD
28	28.16	0.28	28.13	0.30	28.15	0.25
31	30.85	0.32	30.94	0.22	30.83	0.27
35	34.63	0.38	34.65	0.25	34.63	0.39

สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ โดยทำการยืนยันขีดจำกัดในการรายงานผล ความแม่นยำ และความเที่ยง พบว่าผลการยืนยันขีดจำกัดในการรายงานผล ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ ในตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w พบว่ามีค่าเฉลี่ยของปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ เท่ากับ 28.11 %w/w, 31.05 %w/w และ 35.13 %w/w และมีค่าร้อยละการคืนกลับได้อยู่ในช่วง 100.28 - 100.51 %, 100.05 - 100.49 % และ 100.12 - 100.81 % ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับ 98 - 101 % ค่าความแม่นยำ ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในตัวอย่างวัสดุอ้างอิงพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (RM) ที่ระดับความเข้มข้น 29 %w/w พบว่ามีค่าเฉลี่ยของปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์เท่ากับ 29.25 %w/w และมีค่าร้อยละการคืนกลับได้อยู่ในช่วง 100.74 - 100.93 % ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับ 98 - 101 % และค่าความเที่ยง ของการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์จากการเติมวัสดุอ้างอิงพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ในตัวอย่างพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ Spiked Sample ที่ระดับความเข้มข้น 28 %w/w, 31 %w/w และ 35 %w/w ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ วันเดียวกัน (Repeatability Precision) พบว่ามีค่าเฉลี่ยของปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ เท่ากับ 28.16 %w/w, 30.85 %w/w และ 34.63 %w/w และมีค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 0.28 %, 0.32 % และ 0.38 % ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับไม่เกิน 10 % และผลของการทดสอบที่ต่างวันต่างเวลา เป็นเวลา 3 วัน (Intermediate Precision) วันที่ 1 พบว่ามีค่าเฉลี่ยของปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃) เท่ากับ 28.16 %w/w, 30.85 %w/w และ 34.63 %w/w และมีค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 0.28 %, 0.32 % และ 0.38 % วันที่ 2 พบว่ามีค่าเฉลี่ยของปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃) เท่ากับ 28.13 %w/w, 30.94 %w/w และ 34.65 %w/w และมีค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 0.30 %, 0.22 % และ 0.25 % และวันที่ 3 พบว่ามีค่าเฉลี่ยของปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃) เท่ากับ 28.15 %w/w, 30.83 %w/w และ 34.63 %w/w มีค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 0.25 %, 0.27 % และ 0.39 % ตามลำดับ ซึ่งทั้งหมดผ่านเกณฑ์การยอมรับไม่เกิน 10 % ดังนั้นจากการศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ เป็นไปตามวัตถุประสงค์ที่กำหนด ศูนย์บริการตรวจสอบและรับรองมาตรฐาน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ สามารถเปิดให้บริการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ นอกจากนี้ยังสามารถใช้เพื่อเป็นข้อมูลในการขึ้นทะเบียนเป็นหน่วยตรวจสอบผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (PAC) ที่ได้รับการแต่งตั้งตาม มาตรา 5 ของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.) ต่อไป

อภิปรายผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ซึ่งพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (PAC) มักใช้ในกระบวนการบำบัดน้ำโดยทำหน้าที่เป็นตัวเร่งให้เกิดการตกตะกอน ไม่ว่าจะเป็นกระบวนการบำบัดน้ำดื่ม เช่น งานวิจัยที่ศึกษาการกำจัดความขุ่นและสารคาร์บอนอินทรีย์ที่ละลายน้ำด้วยกระบวนการสร้างและรวมตะกอนในการผลิตน้ำประปา ที่ใช้สารรวมตะกอน เช่น สารส้ม และพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์และเฟอร์ริกคลอไรด์ (อมรรัตน์ และถนัด, 2561) นอกจากนี้ยังมีการศึกษาการกำจัดสารอินทรีย์ย่อยสลายยากในแหล่งน้ำดิบที่ใช้ผลิตน้ำประปา โดยใช้สารพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ร่วมกับสารส้ม (ภรณ์ และคณะ, 2565) สำหรับในงานวิจัยกระบวนการบำบัดน้ำเสีย ที่มีการศึกษาการใช้พอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์สำหรับตกตะกอนทางเคมีในการบำบัดสีจากกระบวนการทำผ้าบาติก ซึ่งมีประสิทธิภาพดีที่สุดในการบำบัดน้ำดื่มเหียนที่มาจากขั้นตอนการทำความสะอาดผ้าบาติก (เพ็ญศิริ และคณะ, 2560) เนื่องจากมีการนิยมนำสารพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์มากขึ้นในปัจจุบัน

กระทรวงอุตสาหกรรมจึงมีการควบคุมคุณภาพสารเคมีดังกล่าวขึ้น ตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม เรื่อง กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ชนิดผง โดยกำหนดให้ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ชนิดความบริสุทธิ์สูง ต้องมีอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ไม่น้อยกว่า 28.0 %w/w (ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม, 2561) ศูนย์บริการตรวจสอบและรับรองมาตรฐาน คณะวิทยาศาสตร์ ได้ให้บริการทดสอบคุณภาพอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ และใช้วิธีการทดสอบตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม มอก. 2821-2560 และได้ทำการการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ พบว่าค่าความแม่นยำและความเที่ยงที่ได้ มีค่าร้อยละการคืนกลับได้ (%Recovery) และค่าร้อยละส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐาน Official Method of AOAC International, 21st Ed., Appendix K: Guidelines for Dietary Supplements and Botanicals และเป็นไปตามวัตถุประสงค์ (George, W. and Latimer, Jr., 2019) สามารถเปิดให้บริการทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ และใช้เพื่อเป็นข้อมูลในการขึ้นทะเบียนเป็นหน่วยตรวจสอบผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ (PAC) ที่ได้รับการแต่งตั้งตามมาตรา 5 ของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.) ของศูนย์บริการตรวจสอบและรับรองมาตรฐานได้ นอกจากนี้ส่วนนี้ยังทันสมัย และคณะ ยังมีการศึกษาเกี่ยวกับการนำสาร PAC และตะกอนประปามาใช้ในการบำบัดออร์โธฟอสเฟต (Orthophosphate, OP) และความชุ่มชื้นจากน้ำเสียชุมชน โดยศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการบำบัด OP และความชุ่มชื้น พบว่าให้ผลการทดสอบที่เป็นไปตามวัตถุประสงค์ (ส่วนนี้ และคณะ, 2555)

ข้อเสนอแนะ

1. พอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์เป็นสารดูดความชื้น ควรชั่งในห้องเครื่องชั่งที่มีการควบคุมอุณหภูมิและความชื้น
2. ควรศึกษาการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบรายการอื่นๆ ในพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์ ตามที่มาตรฐานกำหนด เพื่อใช้เป็นวิธีทดสอบ และเพื่อเป็นข้อมูลในการขอขึ้นทะเบียนเป็นหน่วยตรวจสอบตามมาตรา 5 ของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.) ต่อไป

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณศูนย์บริการตรวจสอบและรับรองมาตรฐาน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ให้ทุนวิจัย เอื้อเฟื้อสถานที่ เครื่องมือและอุปกรณ์ และนักศึกษาฝึกงาน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่เป็นผู้ช่วยทำการวิจัย ทำให้งานสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

- ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม เรื่อง กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมพอลิอะลูมิเนียม คลอไรด์ชนิดผง ฉบับที่ 5075 พ.ศ. 2561. (7 มกราคม 2562). ราชกิจจานุเบกษา. เล่ม136 ตอนพิเศษ 5 ง, หน้า 5.
- นันทนา กันยานุวัฒน์ และ นุชนาท นาคำ. (2555). แนวทางตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบทางเคมี, สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐาน กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและเหมืองแร่. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ: กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและเหมืองแร่.
- บริษัทมิตรนิรันดร์เอ็นจิเนียริง จำกัด. (2568). สาร PAC: Poly Aluminium Chloride คืออะไร มีหน้าที่อะไร สำคัญกับระบบกรองน้ำอย่างไรบ้าง. สืบค้นจาก https://www.mittwater.com/poly-aluminium-chloride/#khunsmati_khxng_sar_Poly_Aluminium_Chloride_mi_xari_bang
- เพ็ญศิริ จิตนาธรรม, วรวิทย์ วงศ์นิรามย์กุล และ ภัทรธร เอื้อกฤดาภิการ. (2560). การบำบัดน้ำเสียจากกระบวนการทำ ผ้าบาติกโดยวิธีการตกตะกอนทางเคมี. ใน การประชุมวิชาการเสนอผลงานวิจัยบัณฑิตศึกษา ระดับชาติและนานาชาติ 2560. ขอนแก่น: มหาวิทยาลัยขอนแก่น.
- ภรณ์ ศรีรัมย์รีน, ภาควิชา ศรีรัมย์รีน, ณภัทร โพธิ์วัน, สุจิตา ที่ปักษ์พันธุ์ และ อรรถพล กอเดช. (2565). การศึกษาการปนเปื้อนของสารอินทรีย์ย่อยสลายยากในแหล่งน้ำดิบเพื่อผลิตน้ำประปา: กรณีศึกษาสถานีสูบน้ำดิบสำแล. กรุงเทพฯ: สำนักงานการวิจัยแห่งชาติ.
- สุวนันท์ ทันสมัย. (2566). การกำจัดออร์โธฟอสเฟตและความชุ่มชื้นจากน้ำเสียชุมชนด้วยพอลิอะลูมิเนียมคลอไรด์และตะกอนจาก การผลิตน้ำประปา. *PBRU Science Journal*, 20(1), 54-69.

อมรรัตน์ วงษ์กลม และ ถนัด ชนะฉัตรชัยรัตน์. (2561). การกำจัดความขุ่นและสารคาร์บอนอินทรีย์ที่ละลายน้ำด้วยกระบวนการสร้างและรวมตะกอน กรณีศึกษาระบบผลิตน้ำประปาตำบลทรายมูล อำเภอพิบูลมังสาหาร จังหวัดอุบลราชธานี. *วารสารวิทยาศาสตร์บูรพา*, 23(2), 1188-1198.

EURACHEM. (2025). *The fitness for purpose of analytical methods, a laboratory guide to method validation and related topics* (3rd ed.).

https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_3rd_ed_V1_EN.pdf

George, W., & Latimer, Jr. (2019). *Official Method of AOAC International* (21st ed.). Maryland, 20850-3250, USA.