

ภาคผนวก ง.
การคำนวณขีดจำกัดการตรวจวัด

การทดสอบและการคำนวณเพื่อหาขีดจำกัดการตรวจวัด ทำการทดสอบและคำนวณตามวิธีของ
International Union of Pure and Applied chemistry (IUPAC)

สูตรการคำนวณและวิธีทดสอบ

1. เตรียมสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นที่แน่นอนต่างกัน แล้วนำไปทดลองนำผลทดลองที่ได้มาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่พีคของสารมาตรฐานที่วัดได้ สามารถหาความเข้มข้นของกราฟได้จากสมการ

$$Y = bX + a$$

เมื่อ a คือ ความชันของกราฟ

B คือ จุดตัดแกน y

2. เมื่อหาความเข้มข้นของกราฟได้แล้ว นำค่าที่ได้มาคำนวณหาค่าสัญญาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้และขีดจำกัดการตรวจวัดจากสูตร

$$\text{สัญญาณต่ำสุดที่วัดได้ } Y = Y_B + 3S_B$$

เมื่อ 3 คือ ค่าระดับความเชื่อมั่นที่ 99 % เมื่อ $Y \geq Y_B + 3S_B$

$$\text{ขีดจำกัดการตรวจหา } LOD = Y - Y_B / b$$

$$\text{หรือ } LOD = 3S_B / b = 3S_{y/x} / b$$

เมื่อ Y คือ สัญญาณต่ำสุดที่วัดได้

Y คือ ค่าเฉลี่ยของสัญญาณจาก Blank

S_B คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของ Blank

LOD คือ ความเข้มข้นต่ำสุดที่วัดได้

b คือ ความชันของกราฟ (สภาพไว)

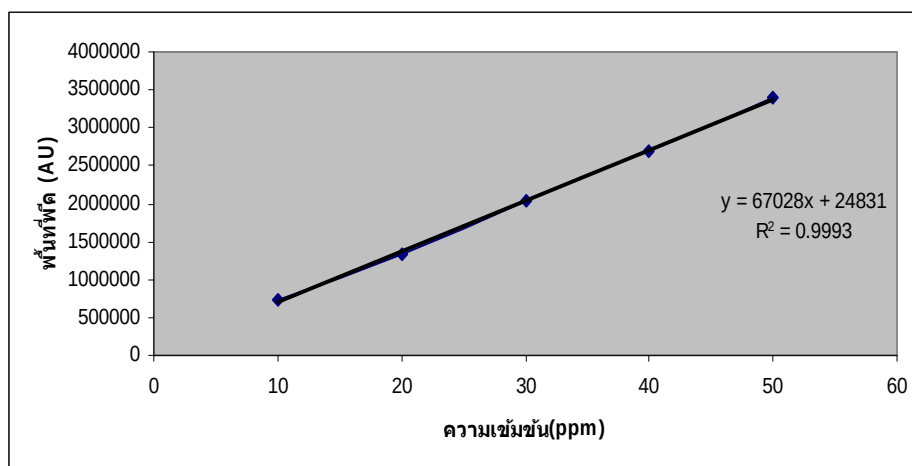
3. เมื่อคำนวณหาขีดจำกัดการตรวจวัดได้แล้ว นำค่าที่ได้มาหาปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้โดยมีความถูกต้องแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ (Limit Of Quantitation, LOQ)

$$\text{จากสูตร } LOQ = 10S_{y/x} / b$$

การคำนวณขีดจำกัดการตรวจวัดสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค HPLC เมื่อทำการวัดสารมาตรฐานกรดเฟอรูลิกและตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่าง ๆ สามารถสรุปเป็นตารางได้ดังนี้

ตารางที่ ง.1 ผลการทดลองการทำการหาปริมาณของสารละลายกรดเฟอร์ริก โดยทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 10-50 ppm ในเฟสเคลื่อนที่เฟสเคลื่อนที่อะซิโตนไทรล์ : กรดแอซิดิก 2% 15 :85 ปริมาตรโดยปริมาตร และอัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ 1.0 มิลลิตรต่อนาที ตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 310 นาโนเมตร ปริมาตรในการฉีดวิเคราะห์ คือ 10 ไมโครลิตร

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่พีค (AU)			Mean	SD	%RSD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3			
10	699873	591243	889464	726860	150930.9936	20.7648
20	1487613	1089302	1392133	1323016	207956.2044	15.7183
30	2100381	1700829	2317190	2042800	312662.9776	15.3306
40	2715677	2243514	3116050	2691747	436759.9472	16.2259
50	3361059	2836058	3984508	3393875	574927.8372	16.9402



รูปที่ ง.1 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานกรดเฟอร์ริก ช่วงความเข้มข้น 10-50 ppm

ตารางที่ ง.2 ผลความผิดพลาดของเครื่องมือวิเคราะห์จากความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดเฟอริกกับพื้นที่ฟิคเฉลี่ย

X_i	X_i^2	Y_i	$Y^{\wedge}_i$	$Y_i - Y^{\wedge}_i$	$(Y_i - Y^{\wedge}_i)^2$
10	100	726860	695111	31749	1007999001
20	400	1323016	1365391	-42375	1795640625
30	900	2042800	2035671	7129	50822641
40	1600	2691747	2705951	-14204	201753616
50	2500	3393875	3376231	17644	311310736

$$\sum X_i^2 = 5500$$

$$\sum (Y_i - Y^{\wedge}_i)^2 = 3367526619$$

เมื่อ X_i คือ ความเข้มข้นที่แท้จริง

$$Y^{\wedge}_i = 67028 X_i + 24831$$

$$\text{ขีดจำกัดการตรวจวัด : LOD} = 3S_{y/x}/b$$

$$S_{y/x} = \left[\sum (Y_i - Y^{\wedge}_i)^2 / (n-2) \right]^{1/2}$$

$$= \sqrt{3367526619/3}$$

เพราะฉะนั้น $\text{LOD} = (3 \times 33503.8636) / 67028$

ปริมาณต่ำสุดของสารที่สามารถตรวจวัดได้ $\text{LOD} \cong 1.4995 \text{ mg/L}$

$$\text{LOQ} = 10S_{y/x}/b$$

ปริมาณต่ำสุดของสารที่สามารถวิเคราะห์ได้ $\text{LOQ} = (10 \times 33503.8636) / 67028$

$$\cong 4.9985 \text{ mg/L}$$