

การชะละลายตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยแก๊วตะกั่ว

นางสาวพัชรินทร์ เหล็กกล้า

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม (สหสาขาวิชา)

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2556

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์นี้ทั้งหมดปีการศึกษา 2554 ที่เก็บไว้ในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR) are the thesis authors' files submitted through the Graduate School.

LEACHING OF RUBIES UNDERGONE LEAD GLASS HEATING

Miss Patcharin Lekkar

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
For the Degree of Master of Science Program in Environmental Science

(Interdisciplinary Program)

Graduate School

Chulalongkorn University

Academic Year 2013

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การชะละลายตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่าน การเผาด้วยแก๊วตะกั่ว
โดย	นางสาวพัชรินทร์ เหล็กกล้า
สาขาวิชา	วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุบล ชาติพงศ์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	รองศาสตราจารย์ ดร.จักรพันธ์ สุทธิรัตน์

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยเป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.อมร เพ็ชรสม)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.สมใจ เพ็งปรีชา)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุบล ชาติพงศ์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(รองศาสตราจารย์ ดร.จักรพันธ์ สุทธิรัตน์)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณรงค์ ประไพรัชสิทธิ์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(อาจารย์ ดร.ภูวดล วรรณะชัยแสง)

พัชรินทร์ เหล็กกล้า: การชะละลายตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยแก้วตะกั่ว.
(LEACHING OF RUBIES UNDERGONE LEAD GLASS HEATING) อ.ที่ปรึกษา
วิทยานิพนธ์หลัก: ผศ.ดร.อรุณล โชติพงษ์, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: รศ.ดร.จักรพันธ์
สุทธิรัตน์, 110 หน้า

อุตสาหกรรมการปรับปรุงคุณภาพพลอยทับทิมด้วยความร้อนของประเทศไทยในปัจจุบัน ได้มีการนำสารประกอบแก้วตะกั่วเข้ามาใช้ในกระบวนการเผา เพื่อให้ได้พลอยที่มีความใสและสีที่สวยงาม แต่ได้รับการวิพากษ์วิจารณ์ในกลุ่มนักวิชาการด้านสิ่งแวดล้อมและอัญมณี ผู้ประกอบการ ตลอดจนผู้ใช้ ถึงความปลอดภัยของการใช้เป็นเครื่องประดับ ซึ่งมีผลต่อการส่งออกของพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว รวมถึงอัญมณีประเภทอื่นของประเทศ ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงศึกษาเพื่อตอบปัญหาดังนี้ (1) ค่าความเข้มข้นของตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิม โดยวิธี Three-Stage Sequential Extraction Procedure (BCR three stages) ประกอบด้วย 3 สภาวะ คือ 1) exchangeable 2) reducible และ 3) oxidisable โดยแผนการศึกษาด้วยวิธี BCR แบ่งเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่ ซีรีย์ที่ 1 เรียงลำดับตามปกติจาก BCR 1, 2 และ 3 ซีรีย์ที่ 2: BCR 2, 3 และ 1 ซีรีย์ที่ 3: BCR 3, 1 และ 2 (2) ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิม ด้วยวิธี ซึ่งเป็นวิธีมาตรฐานทดสอบปริมาณตะกั่วในของเล่นเด็กของสหภาพยุโรป (EN71-3, 1995) (3) ค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมด้วยวิธีประยุกต์การทดสอบปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010) โดยตัวอย่างพลอยทับทิมที่ศึกษาเป็นพลอยทับทิมเม็ดจากโรงงานในจังหวัดจันทบุรี แบ่งเป็น 2 ประเภท คือ พลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) จำนวน 7 โรงงาน และพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) จำนวน 5 โรงงาน ผลการศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนด้วยวิธี BCR three stages ของพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน ในซีรีย์ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3) ค่าความเข้มข้นตะกั่ว เท่ากับ 13.0 - 126.3 มก./กก., ซีรีย์ที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1) เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 120.5 มก./กก. และ ซีรีย์ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) เท่ากับ 20.7- 292.7 มก./กก. พลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ในซีรีย์ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3) ค่าความเข้มข้นของตะกั่ว เท่ากับ 1342.9 - 7526.7 มก./กก. ในซีรีย์ที่ 2 เรียงลำดับจาก BCR 2, 3 และ 1 เท่ากับ 207.6 - 4768.6 มก./กก. ในซีรีย์ที่ 3 เรียงลำดับจาก BCR 3, 1 และ 2 เท่ากับ 99.8 - 5046.1 มก./กก. นอกจากนี้ยังพบว่ารอยร้าวที่ปรากฏในพลอยภายหลังการชะละลายมีการเปลี่ยนแปลงสอดคล้องกับค่าความเข้มข้นตะกั่วที่ถูกชะละลายออกมาในทุกขั้นตอนของ BCR

ส่วนการชะละลายด้วยวิธี EN71-3 พบความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่วมีค่าเท่ากับ 134.9 -1397.6 มก./กก.ซึ่งเกินกว่าค่ามาตรฐานตะกั่วที่กำหนดไว้ไม่เกิน 90 มก./กก. และสำหรับการศึกษาด้วยวิธี modified CPSC-CH-E1001-8.1 ในตัวอย่างเดียวกัน พบค่าความเข้มข้นของตะกั่วเท่ากับ 1353.4 – 8668.2 มก./กก. และมีค่าเกินมาตรฐานที่กำหนดให้มีตะกั่วสูงสุดได้ไม่เกิน 90 มก./กก. เช่นกัน

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม ลายมือชื่อ นิสิต _____
ปีการศึกษา 2556 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก _____
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม _____

5387182620: MAJOR ENVIRONMENTAL SCIENCE

KEYWORDS: LEAD / GEMSTONE / RUBY

PATCHARINLEKKAR: LEACHING OF RUBIES UNDERGONE LEAD GLASS HEATING. ADVISOR: ASST.PROF. ARUBOL CHOTIPONG, Ph.D, CO-ADVISOR: ASSO.PROF. CHAKKAPHAN SUTTHIRAT, Ph.D, 110 pp.

Nowadays, gem ruby enhancement industry in Thailand has applied heat treatment with lead glass additive to improve transparency and beautifulness of stones. However, this process has been criticized by academics such as environmentalists and gemologists, entrepreneurs as well as user, particularly on safety of jewelry wearing. It has impacted to gem exportation of the country. Therefore, this research was conducted to answer the following aspects. (1) The lead concentration leached from ruby by Three-Stage Sequential Extraction Procedure (BCR three stages) including exchangeable, reducible and oxidisable. In addition, BCR procedure was designed into three series: series 1, the common steps from BCR 1 to 2 and 3; series 2, modified steps from BCR 2 to 3 and 1; series 3, modified steps from BCR 3 to 1 and 2. (2) The concentration leached from ruby by EN71-3 method which is the standard test of lead concentration in children toys of European Union. (3) The concentration of total lead in ruby using modified standard method for lead in products for children, including jewelry (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010). Ruby samples were collected from factories in Chanthaburi. These samples were declared in two types, including classical heated rubies (old heating technique) from 7 factories and lead glass heated rubies (new heating technique) from 5 factories.

As the results of classical heated ruby samples, series 1 (accumulated BCR 1, 2 and 3) yielded lead concentrations of 13.0 - 126.3 mg/kg; series 2 (accumulated BCR 2, 3 and 1) yielded lead concentrations of lower than detection limit to 120.5 mg/kg; series 3 (accumulated BCR 3, 1 and 2) showed lead concentrations of 20.7- 292.7 mg/kg. Regarding to lead glass heated ruby samples, series 1 (accumulated BCR 1, 2 and 3) yielded lead concentration of 1342.9 - 7526.7 mg/kg; series 2 (accumulated BCR 2, 3 and 1) yielded lead concentrations of 207.6 - 4768.6 mg/kg; series 3 (accumulated BCR 3, 1 and 2) yielded lead concentrations of 99.8 - 5046.1 mg/kg. Moreover, the gemological appearance of ruby after leaching step was found to be agreed well with lead leaching off for each step.

In addition, the results of EN71-3 method yielded concentrations of lead leached from lead glass treated ruby samples of 134.9 -1397.6 mg/kg that are obviously higher than standard content (< 90 mg/kg). Furthermore, the results of modified CPSC showed concentrations of lead leached from same samples of 1353.4 - 8668.2 mg/kg that are enormously higher than standard content (< 90 mg/kg).

Field of Study: Environmental Science Student's Signature

Academic Year: 2013 Advisor's Signature

Co-advisor's Signature

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญภาพ.....	ฉม
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 สมมติฐานการวิจัย.....	2
1.4 ขอบเขตการวิจัย.....	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
2 การทบทวนเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 พलयทับทิม (Ruby).....	4
2.1.1 คุณสมบัติทางเคมี.....	4
2.1.2 คุณสมบัติทางกายภาพ.....	4
2.1.3 คุณสมบัติทางแสง.....	5
2.2 ประวัติและวิวัฒนาการการเผาพलयในจังหวัดจันทบุรี.....	6
2.2.1 ตลาดพलयเมืองจันทบุรี.....	6
2.2.2 การเผาพलय.....	6

บทที่	หน้า
2.3 การทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วที่ใช้ในการปรับปรุงคุณภาพพลอยด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ในพลอยทับทิม.....	9
2.3.1 การทดสอบด้วยวิธี BCR three-stage sequential extraction.....	10
2.3.2 การทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วด้วยวิธี (EN71-3, 1995).....	11
2.3.3 การทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วด้วยวิธี (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010).....	12
2.3.4 การตรวจวัดปริมาณตะกั่วในพลอยทับทิม.....	12
2.4 ตะกั่ว.....	14
2.4.1 ลักษณะของตะกั่ว.....	15
2.4.2 การเข้าสู่ร่างกายของตะกั่ว.....	15
2.4.3 พิษของสารตะกั่ว.....	16
2.4.4 ผลกระทบของตะกั่วต่อมนุษย์.....	16
3 วิธีการดำเนินการวิจัย.....	18
3.1 ตัวอย่างพลอยทับทิมที่ใช้ในการศึกษา.....	18
3.2 ศึกษาปริมาณการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนและผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วด้วยวิธี Three-stage Sequential extraction procedure (BCR three stages).....	19
3.2.1 ตัวอย่างพลอยทับทิมสำหรับการศึกษาด้วยวิธี BCR three stages.....	19
3.2.2 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาขั้นตอน BCR three stages และวิธีที่ทำให้เกิดการชะละลายสูงสุด.....	19
3.2.3 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมในสภาวะต่างๆ มีขั้นตอนดังนี้.....	21

บทที่	หน้า
3.3 ศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่มีการ เผาโดยการเติมสารประกอบแก๊วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี (EN71-3, 1995).....	21
3.3.1 ตัวอย่างพลอยทับทิมสำหรับการศึกษาดูด้วยวิธี (EN71-3, 1995).....	22
3.3.2 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิม	22
3.4 ศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่มี การเผาโดยการเติมสารประกอบแก๊วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยการประยุกต์ วิธีมาตรฐานในการหาสารตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับ สำหรับเด็ก (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010)	22
3.4.1 ตัวอย่างพลอยทับทิมสำหรับการศึกษาดูด้วยวิธี (modified CPSC -CH-E1001-8.1, 2010).....	23
3.4.2 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิม.....	23
4 ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	24
4.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โดยวิธี BCR three stages และการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพภายหลัง ทำการสกัดในแต่ละขั้นตอน.....	24
4.1.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วย ความร้อน(พลอยเผาเก่า).....	24
4.1.1.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมในแต่ละซีรีส์.....	24
4.1.1.2 ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้น ตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อน.....	28
4.1.1.3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในแต่ละซีรีส์ของโรงงานที่ 1-7.1 ของพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน.....	30
4.1.1.4 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับลักษณะทาง กายภาพโดยรวมของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความ ร้อนโรงงานที่ 1-7.1	32

บทที่	หน้า
4.2 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่วด้วยวิธี BCR three stages และการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพภายหลังทำการสกัดในแต่ละขั้นตอน.....	37
4.2.1 การชะละลายของตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว (พลอยเผาใหม่).....	37
4.2.1.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมในแต่ละซีรี่ส์.....	37
4.2.1.2 ผลของขั้นตอน BCR ต่อการชะละลายความเข้มข้นตะกั่วของพลอยที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว.....	40
4.2.1.3 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วทั้งหมดในแต่ละซีรี่ส์ของโรงงานที่ 8-11 ของพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว.....	42
4.2.1.4 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับลักษณะทางกายภาพโดยรวมของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วโรงงานที่ 8 – 11.....	43
4.2.1.5 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว.....	44
4.2.2 เปรียบเทียบค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนและพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว.....	48
4.3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วด้วยวิธี (EN71-3, 1995).....	49
4.4 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วด้วยวิธีประยุกต์การทดสอบปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็กรวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (modified CPSC, 2010).....	50

บทที่	หน้า
4.5. การเปรียบเทียบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR Three Stage (BCR1), (EN71-3, 1995) และ (modified CPSC, 2010)	51
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	53
5.1 สรุปผลการทดลอง	53
5.1.1 พลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ด้วยวิธี BCR three stages	53
5.1.1.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน	53
5.1.1.2 ผลของซีรียต์ต่อค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน	53
5.1.1.3 ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน	54
5.1.1.4 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน	54
5.1.2 พลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR three stages	54
5.1.2.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว	54
5.1.2.2 ผลของซีรียต์ต่อค่าความเข้มข้นตะกั่วพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว	55
5.1.2.3 ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว	56

บทที่	หน้า
5.1.2.4 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว.....	56
5.1.3 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว(พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี (EN71-3, 1995).....	56
5.1.4 ค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธีประยุกต์การทดสอบปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็กรวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (modified CPSC, 2010).....	56
5.1.5 ความเข้มข้นของปริมาณตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่มีการเผาโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธีการทดสอบปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็กรวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (CPSC, 2010).....	56
5.1.6 กระบวนการที่เหมาะสมในการทดสอบการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว.....	57
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	58
รายการอ้างอิง.....	59
ภาคผนวก.....	62
ภาคผนวก ก การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนและพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว.....	63
ภาคผนวก ข มาตรฐานปริมาณตะกั่วในของเล่นเด็ก.....	78
ภาคผนวก ค มาตรฐานปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็กรวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก.....	103
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	110

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	แสดงขั้นตอนการทดสอบด้วยวิธี BCR three-stage sequential extraction.....	10
2.2	แสดงปริมาณธาตุองค์ประกอบของพลอยทับทิมสด พลอยเผาเก่าและพลอยเผาใหม่ที่ตรวจวัดได้จาก เทคนิค PIXE.....	13
3.1	แสดงขั้นตอนการทดสอบด้วย Three-stage Sequential Extraction Procedure (BCR three stages)	20
4.1	แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรีย์ที่ 1.....	25
4.2	แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรีย์ที่ 2.....	26
4.3	แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรีย์ที่ 3.....	27
4.4	แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ของโรงงานที่ 1-7.1 ในแต่ละซีรีย์...	31
4.5	แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรีย์ที่ 1.....	38
4.6	แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรีย์ที่ 2	39
4.7	แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรีย์ที่ 3.....	40
4.8	แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ของโรงงานที่ 8 - 11 ในแต่ละซีรีย์.....	43

ตารางที่		หน้า
4.9	แสดงค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วด้วยวิธี EN71-3.....	50
4.10	แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วด้วยวิธี modified CPSC	51

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	แสดงลักษณะการเชื่อมประสานรอยแตกโดยการเผาด้วยความร้อนใน พลอยคอรัันดัม.....	8
2.2	แสดงสเปกตรัม PIXE ในพลอยทับทิมตัวอย่าง 3 เม็ด ที่มาจากพลอย ทับทิม 3 กลุ่ม.....	14
4.1	แสดงผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้น ตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อน.....	29
4.2	การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอย ทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โรงงานที่ 1 หลังการทดสอบด้วย วิธี BCR three stages.....	34
4.3	การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอย ทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โรงงานที่ 2 หลังการทดสอบด้วย วิธี BCR three stages.....	36
4.4	ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้นตะกั่วใน พลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้ว ตะกั่ว (พลอยเผาใหม่)	42
4.5	การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอย ทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว โรงงานที่ 8 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stage.....	45
4.6	การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอย ทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว โรงงานที่ 11 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stage.....	47
4.7	เปรียบเทียบค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพ ด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วโรงงานที่ 8 และ 10 ด้วย วิธี BCR Three Stages (BCR 1), (EN71-3, 1995) และ (modified CPSC, 2010)	52

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ประเทศไทยมีชื่อเสียงในด้านการเป็นแหล่งพลอยสีที่สำคัญแห่งหนึ่งของโลก เนื่องจากมีวัตถุดิบที่มีคุณภาพดีโดยเฉพาะพลอยทับทิม ประกอบกับแรงงานที่มีฝีมือในการออกแบบและเจียรไนพลอยรวมทั้งมีประสบการณ์และความสามารถพิเศษในการเผาพลอยให้มีความใสสะอาดและสีสวยงามมากยิ่งขึ้น จึงทำให้ผลผลิตพลอยของประเทศไทยเป็นที่ต้องการของตลาดทั้งในและต่างประเทศ จึงทำให้ประเทศไทยเป็นศูนย์กลางการผลิตและการค้าอัญมณีที่สำคัญแห่งหนึ่งของโลก แต่ในปัจจุบันพลอยคุณภาพดีที่พบในธรรมชาติลดน้อยลงมาก ประกอบกับราคาที่สูงขึ้น จึงทำให้พลอยที่มีคุณภาพรองลงมาเป็นที่สนใจของผู้ประกอบการมากขึ้น เพราะพบได้มากในธรรมชาติและมีราคาที่ต่ำกว่า สามารถนำมาปรับปรุงให้มีคุณภาพดีขึ้นได้ โดยนำเทคนิคการใช้ความร้อนมาเพิ่มมูลค่าพลอย ทำให้พลอยคุณภาพต่ำ ราคาถูก มีความสวยงามและราคาสูงขึ้นได้ วิธีการเผาพลอยทับทิมในปัจจุบันใช้สารต่างๆ เข้ามาช่วย สารที่นิยม ได้แก่ สารประกอบแก้วตะกั่ว เพื่อให้แทรกซึมเข้าไปตามรอยแตกของพลอยทำให้พลอยมีความใส และมีสีที่สวยงามมากยิ่งขึ้น เมื่อมาประกอบเป็นตัวเรือนเครื่องประดับ เช่น สร้อย แหวน ต่างหู ก็จะมี ความสวยงาม ผู้คนจึงนิยมซื้อเพื่อใช้เป็นเครื่องประดับร่างกายเพื่อบ่งบอกถึงฐานะหรือเพื่อความสวยงาม แต่ที่ผ่านมายังไม่มีหน่วยงานใดให้ความสำคัญและสนใจที่จะศึกษาถึงอันตรายจาก สารประกอบแก้วตะกั่วที่อยู่ในพลอยมากนัก ซึ่งสารประกอบแก้วตะกั่วเหล่านั้นอาจถูกชะละลายออกมาจากพลอยเมื่อสัมผัสกับสิ่งต่างๆ ที่อยู่รอบๆ ตัว เช่น เหงื่อ น้ำประปา น้ำฝน สารประกอบแก้วตะกั่วเป็นสารที่ส่งผลกระทบต่อมนุษย์ ซึ่งจะไม่แสดงความเป็นพิษต่อมนุษย์ในทันที แต่จะสะสมอยู่ในร่างกายและจะแสดงความเป็นพิษออกมาเมื่อได้รับมากเกินไป ดังนั้นถ้าไม่มีการศึกษาถึงปริมาณความเข้มข้นตะกั่วที่ถูกชะละลายออกมาจากพลอยที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว จะทำให้ไม่อาจรับรู้ได้ว่ามี สารประกอบตะกั่วถูกชะละลายออกมา และไม่ทราบถึง อันตรายที่อาจเกิดจากการใช้พลอยชนิดนี้ ในเครื่องประดับ ดังนั้นจึงได้ประยุกต์ใช้วิธี Three-Stage Sequential Extraction Procedure (BCR three stages) ซึ่งแต่เดิมวิธีการนี้เป็นการทดสอบหาความเข้มข้นของโลหะในตัวอย่างดิน หรือตัวอย่างกากตะกอนดิน ที่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม ได้แก่ แคดเมียม โครเมียม ทองแดง ตะกั่ว แมงกานีส นิเกิล วานาเดียม และสังกะสี โดยวิธี BCR three stages นี้เป็นวิธีที่มีความ

ใกล้เคียงที่จะนำมาใช้ทดสอบได้ การชะละลายตะกั่วจากพลอยได้ และทำการศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วที่ถูกชะละลายจากพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธีมาตรฐานในการหาสารตะกั่วในของเล่นเด็ก (EN71-3, 1995) และทำการศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วที่ถูกชะละลายจากพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธีมาตรฐานในการหาสารตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010) เพื่อเปรียบเทียบกับวิธี BCR three stages

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาค่าความเข้มข้นของตะกั่วที่ถูกชะละลายด้วยสารเคมีในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนและพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว
2. เพื่อเปรียบเทียบวิธีที่เหมาะสมในการทดสอบการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนและพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

1.3 สมมติฐาน

1. พลอยทับทิมที่ผ่านการเผากับแก้วตะกั่วมีความเข้มข้นของตะกั่วชะละลายออกมาได้น้อยมากในสภาวะต่างๆ
2. ค่าความเข้มข้นของตะกั่วจากพลอยทับทิมขึ้นอยู่กับกระบวนการชะละลายที่ส่งผลโดยตรงต่อลักษณะทางกายภาพและคุณสมบัติทางอัญมณีของพลอยหลังทำการทดลองหาความเข้มข้นตะกั่ว

1.4 ขอบเขตของการวิจัย

ศึกษาค่าความเข้มข้นจากการชะละลายตะกั่วในตัวอย่างพลอยทับทิมจากโรงงานในจังหวัดจันทบุรี ซึ่งประกอบด้วย

1. พลอยทับทิมเม็ดที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) จำนวน 7 โรงงาน ได้แก่

- โรงงานที่ 1, 2, 3, 4, 5 และ 6 ชุดละ 9 เม็ด
- โรงงานที่ 7 จำนวน 2 ชุด ชุดแรก 9 เม็ด และชุดที่สอง 3 เม็ดตามลำดับ

2. พลอยทับทิมเม็ดที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) จากโรงงานในจังหวัดจันทบุรี จำนวน 5 โรงงาน ประกอบด้วย

พลอยเผาใหม่ พลอยทับทิมเผาเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว 5 โรงงาน ได้แก่

- โรงงานที่ 7 จำนวน 1 ชุดๆละ 6 เม็ด
- โรงงานที่ 8 จำนวน 2 ชุดๆละ 9 และ 6 เม็ดตามลำดับ
- โรงงานที่ 9 จำนวน 1 ชุดๆละ 9 เม็ด
- โรงงานที่ 10 จำนวน 2 ชุดๆละ 9 เม็ดและ 6 เม็ดตามลำดับ
- โรงงานที่ 11 จำนวน 1 ชุดๆละ 9 เม็ด

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้วิธีที่เหมาะสมในทดสอบความเข้มข้นตะกั่วสำหรับพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนและพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

2. ทราบค่าความเข้มข้นของตะกั่วที่ถูกชะละลายในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนและพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 พลอยทับทิม (Ruby)

พลอยทับทิมเป็นอัญมณีประเภทพลอยคอรัันดัมที่มีค่า (Precious Corundum) มีสีแดง เนื้อแข็ง โดยมีความแข็งรองจากเพชรที่มีความแข็งสูงสุดตามสเกลของโมห์ เป็นอัญมณีที่รู้จักกันดีและเป็นที่ยอมรับนำมาทำเครื่องประดับ จึงมีการซื้อขายกันในวงการอุตสาหกรรมอัญมณี แหล่งผลิตของพลอยทับทิมส่วนใหญ่อยู่ในแถบเอเชีย ในประเทศไทย เรียกว่า ทับทิมสยาม ซึ่งเป็นอัญมณีที่มีค่าและราคาแพงมากที่สุดในบรรดาพลอยคอรัันดัมทั้งหมด

2.1.1 คุณสมบัติทางเคมี

สารประกอบทางเคมีของพลอยทับทิม คือ aluminium oxide (Al_2O_3) จัดเป็นแร่ในกลุ่มฮีมาไทต์ พลอยทับทิมมีสีแดงอันเนื่องมาจากธาตุโครเมียม (chromium)

2.1.2 คุณสมบัติทางกายภาพ

1) รูปผลึก (Crystal form) พลอยทับทิมอยู่ในระบบผลึก Trigonal มีรูปผลึกเป็น rhombohedral ซึ่งเป็นรูปผลึกที่แยกย่อยมาจากผลึกในระบบ hexagonal ลักษณะผลึก (crystal habit) สารประกอบทางเคมีและตำหนิต่างๆของ พลอยแต่ละชนิด มีความแตกต่างกันออกไปตามแหล่งที่พบ

2) ความแข็ง (Hardness) พลอยทับทิมมีค่าความแข็งเท่ากับ 9 มีความแข็งรองจากเพชรที่มีความแข็ง 10 สูงสุดตามสเกลของโมห์ จึงทำให้พลอยทับทิมมีความทนทานต่อการขีดขูดและสึกกร่อนได้

3) แนวแตกเรียบ (Cleavage) แนวแตกเรียบของแร่แต่ละชนิดแตกต่างกันขึ้นอยู่กับชนิดของแร่และลักษณะผลึก พลอยทับทิมมีแนวแตกเรียบแบบ รอยแยกแนวเรียบ (Parting) เป็นรอยแยกที่มีผิวเรียบและเป็นเส้นตรงขนานกัน ซึ่งเกิดจาก "รีพีทิต ทวินนิ่ง" (Repeated twinning) บางครั้งจะเรียกว่ารอยแยกแนวเรียบปลอม (False cleavage) เพราะดูคล้ายกับรอยแยกแนวเรียบแบบขั้นบันได (Cleavage) รอยแยกแนวเรียบจะเกิดขึ้นตามจำนวนของระนาบคู่ "รีพีทิต ทวินนิ่ง" อาจมีเพียงระนาบเดียวหรือหลายระนาบขนานกัน

4) ความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity) คือ อัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นของแร่ในอากาศต่อความหนาแน่นของน้ำ (ในอุณหภูมิ 4°C) โดยความถ่วงจำเพาะของพลอยทับทิม มีค่าเท่ากับ 4.00 (+0.10-0.05)

5) รอยแตก (Fracture) การแตกเป็นสมบัติของพลอยแต่ละชนิด ซึ่งในพลอยทับทิมจะแสดงรอยแตกแบบก้นหอย (Conchoidal) ผิวที่แตกจะมีลักษณะเป็นเส้นโค้งเรียงซ้อนเหมือนลายในฝาหอย และกึ่งฝาหอย (Sub - conchoidal) ซึ่งจะมีลักษณะเหมือนก้นหอยแต่ลายเส้นโค้งเห็นไม่ชัดเจนเท่าแบบก้นหอย

2.1.3 คุณสมบัติทางแสง

1) สี (Color) สีแดงของทับทิมมาจากธาตุโครเมียม (Cr) ที่แทรกเข้ามาในปริมาณ ร้อยละ 1 ของปริมาณธาตุทั้งหมด ซึ่งปริมาณธาตุโครเมียมนี้เองที่จะเป็นตัวทำให้ทับทิมมีสีแดงมากน้อยเพียงใด แต่ในกรณีที่พลอยมีสีโทนชมพูจะไม่นับเป็นทับทิมแต่ว่าจะเรียกว่าเป็น ซัพไฟร์สีชมพู (Pink Sapphire)

2) ค่าดัชนีหักเห (Refractive index) สำหรับพลอยทับทิม เป็นอัญมณีที่มีค่าดัชนีหักเหคู่ ซึ่งในหนังสือ Color Encyclopedia of Gemstones 2nd edition ที่เขียนโดย Dr.Joel E.Arem และข้อมูลจากวารสาร Gem and Gemology ของ GIA สหรัฐอเมริกา และ The Journal of Gemmology ของ The Gemmological Association and Gem Test Laboratory of Great Britain ได้วิเคราะห์ค่าดัชนีหักเหของพลอยทับทิม ที่ใสไม่มีสีมีค่าดัชนีหักเหเท่ากับ 1.759-1.761 ในทิศทางของแสงที่มีการเคลื่อนที่ตามแนวแสงแกน extraordinary ray (E-ray) และเท่ากับ 1.768 - 1.769 ในทิศทางแสงตามแนว ordinary ray (O-ray)

3) ความวาว (Luster) ความวาวของพลอยทับทิมเป็นความวาวแบบแก้ว คือ ประกายใสเหมือนแก้ว จนถึงความวาวแบบกึ่งเพชร คือ เป็นประกายคล้ายเพชรซึ่งขึ้นอยู่กับค่าดัชนีหักเหและลักษณะของผิวเนื้อแร่

4) การเรืองแสงพลอยคอรัันดัม โดยเฉพาะอย่างยิ่งทับทิมจะมีสมบัติในการเปล่งแสงหลายรูปแบบ หนึ่งในรูปแบบที่นักอัญมณีศาสตร์คิดว่าสำคัญมากคือ การเรืองแสง (fluorescence) ซึ่งเกิดเนื่องมาจากอัญมณีนั้นดูดกลืนพลังงานจากแสง visible light, ultraviolet light หรือ x-rays แล้วปล่อยออกมาในรูปแบบของพลังงานที่ต่ำกว่าที่ได้รับในรูปแบบของแสง visible light คลื่นยาว (Long wave) รูปแบบอื่น ๆ ของการเปล่งแสง (luminescence)

ได้แก่ triboluminescence เป็นการเปล่งแสงที่เกิดเมื่อแร่ corundum ถูกขัดถู เช่น การเจียรระไนทับทิมด้วย diamond saw ส่วน thermoluminescence นั้นคือการเปล่งแสงที่เกิดเนื่องมาจากได้รับความร้อน และ phosphorescence คือการเรืองแสงอย่างต่อเนื่องไปอีกระยะเวลาหนึ่งหลังจากที่ปิดแหล่งพลังงาน การกระตุ้นให้เกิดการเรืองแสงที่ดีที่สุดคือการใช้แสงรังสีเหนือสีม่วง (ultraviolet light) ซึ่งโดยทั่วไปใช้ความยาวคลื่นสองคลื่นที่แตกต่างกันคือ 366 และ 253.7 nm ที่รู้จักกันว่าเป็น long-wave และ short-wave ultraviolet ตามลำดับ

2.2 ประวัติและวิวัฒนาการการเผาพลอยในจังหวัดจันทบุรี

2.2.1 ตลาดพลอยเมืองจันทบุรี

ในสมัยพระบาทสมเด็จพระจุลจอมเกล้าเจ้าอยู่หัว รัชกาลที่ 5 เสด็จประพาสเมืองจันทบุรี แล้วทรงม้าไปเขาพลอยแหวน นายจันจู่ ราษฎรที่มาเฝ้ารับเสด็จได้ทูลเกล้าถวายพลอยเม็ดใหญ่ที่มีเนื้อสนิทดีมาก กับพลอยแดงและกากการุณพานจำนวนหนึ่ง การเสด็จประพาสเมืองจันทบุรีครั้งนี้ ทำให้มีการบันทึกลงหนังสือจดหมายเหตุว่า มีการซื้อขายพลอย และยังพบว่ามีการขุดพลอยและพลอยปลอมในสมัยนั้นแล้ว (พิศพงษ์ ชินอุดมพงค์, 2550: 30-31) การที่จังหวัดจันทบุรีมีแร่รัตนชาติจำนวนมากทำให้เป็นศูนย์กลางการค้าขายและอุตสาหกรรมอัญมณีในเวลาต่อมา นอกจากนี้จังหวัดจันทบุรีมีแหล่งวัตถุดิบและเป็นแหล่งที่มีช่างฝีมือในการเจียรระไนพลอย นับเป็นจุดเริ่มต้นของตลาดการค้าพลอยในจังหวัดจันทบุรี จันทบุรีขึ้นชื่อว่าการเจียรระไนพลอยดีที่สุดในโลก เพราะ การเจียรระไนพลอยของไทยเป็นที่ยอมรับของต่างชาติในเรื่องการใช้มือจัดเหลี่ยมพลอยได้เท่ากัน สวยและได้น้ำหนัก (พิศพงษ์ ชินอุดมพงค์, 2550 : 93-96) การเจียรระไนพลอยถือเป็นการปรับปรุงคุณภาพพลอยอย่างหนึ่ง และเป็นอุตสาหกรรมขนาดเล็กทำกันในครัวเรือน รวมถึงการปรับปรุงคุณภาพพลอยโดยการเผา หรือที่เรียกว่า การเผาพลอย

2.2.2 การเผาพลอย

พลอยเป็นสิ่งที่ธรรมชาติสร้างขึ้น มีความสวยงาม แต่พลอยที่สวยจากธรรมชาติมีน้อยมาก คาดว่าไม่เกิน 5 เปอร์เซ็นต์ของพลอยที่พบทั้งหมด (วิวัฒน์ พันธวุฒิชยานนท์, 2546) และเมื่อศึกษาพลอยในเชิงวิทยาศาสตร์พบว่า พลอยในธรรมชาติจะมีมลทินปะปนอยู่ในเนื้อพลอย ดังนั้นจึงต้องหาวิธีการกำจัดมลทินในเนื้อพลอย วิธีหนึ่งที่เป็นที่นิยมก็คือ

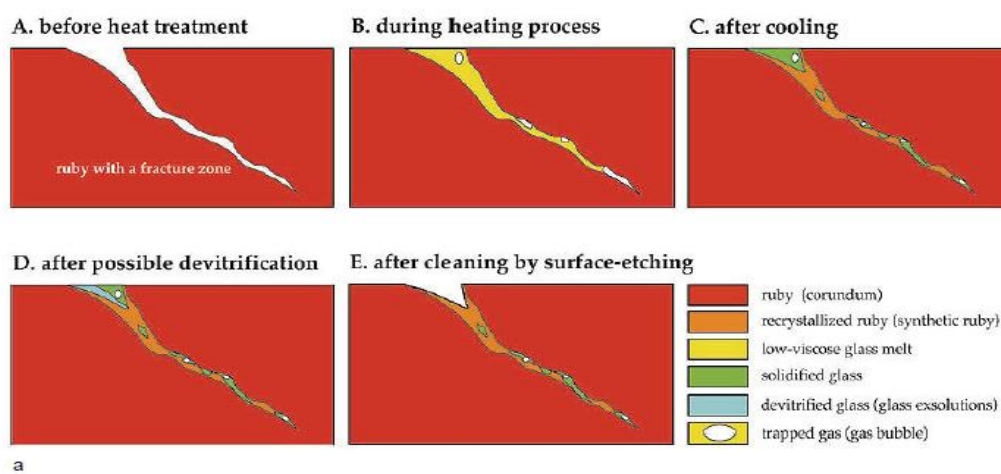
การปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (Heat treatment) หรือการเผาพลอย (กาญจนา ชูครูวงศ์, 2542)

การปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนหรือการเผาพลอย ถูกค้นพบโดยบังเอิญจากเหตุการณ์ไฟไหม้ตลาดที่เมืองจันทบุรี โดยคุณสามเมือง แก้วแหวน ซึ่งหลังจากไฟดับแล้วพบพลอยที่ถูกไหม้จมดินอยู่ และจากการสังเกตพบว่าพลอยที่ถูกเผาทุกเม็ดมีความใสและมีสีที่สวยขึ้น จึงทำให้เกิดสมมติฐานและข้อพิสูจน์เกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงคุณภาพพลอย หลังจากได้รับความร้อน หลังจากเหตุการณ์นั้นทำให้คุณสามเมือง ศึกษาค้นคว้าวิธีการเผาพลอยอย่างจริงจังจนเกิดความชำนาญ นับเป็นการค้นพบการเผาพลอยครั้งสำคัญของวงการอัญมณีไทย จนได้รับการยกย่องจากนักอัญมณีที่มีชื่อเสียงของสหรัฐอเมริกาว่าเป็น “King of orange Sapphires” (สามเมือง แก้วแหวน, 2548: 3-5)

การเผาพลอยเป็นวิธีการเพิ่มคุณภาพพลอยด้วยความร้อน ทำให้พลอยมีสีสวยและเนื้อใสสะอาดขึ้น เป็นวิธีที่ยอมรับในตลาดการค้าเพชรพลอยทั่วโลก นอกจากนั้นแล้วการเผาพลอยยังมีผลทำให้เนื้อพลอยมีความใสสะอาด เมื่อทำการเจียรไนจะทำให้พลอยเป็นประกายดีขึ้น การเผาพลอยสามารถทำให้พลอยมีคุณภาพดีขึ้นได้เนื่องจากความร้อนที่ใช้ในการเผาพลอยทำให้เกิดการจัดเรียงตัวของอนุ และ การเปลี่ยนแปลงพันธะทางเคมีของธาตุมลทิน ซึ่งจะส่งผลต่อสีและความใสสะอาดของเนื้อพลอย (วรรณมา ต.แสงจันทร์, 2548) การเผาพลอย เป็นวิธีที่นิยมมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการอื่นๆ การเผาพลอยทำได้หลายวิธีเนื่องจากแหล่งของเชื้อเพลิงแตกต่างกันไป เช่น แสงแดด ถ่านหิน ถ่านไม้ น้ำมันก๊าด น้ำมันดีเซล แก๊ส ไฟฟ้า แสงจากหลอดไฟที่สว่างมาก และเตาไมโครเวฟ การเผาพลอยจะอยู่ที่อุณหภูมิ 1800 °C นอกจากนี้ยังมีตัวแปรอื่นๆ ที่เกี่ยวข้องกับการเผาพลอย ดังนี้

1. อุณหภูมิสูงสุด
2. ระยะเวลาของการเผาที่อุณหภูมิสูงสุด
3. อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ
4. อัตราการลดอุณหภูมิ
5. วิธีการเผาพลอยที่เผาแล้วออกจากเตาที่อุณหภูมิค่าหนึ่งๆ
6. ลักษณะของบรรยากาศภายในเตาว่ามีออกซิเจนหรือไม่ออกซิเจน
7. ความดันของอากาศภายในเตา
8. ชนิดของสารที่ห่อหุ้มพลอย

การประสานรอยแตกกร้าวในพลอยสามารถอธิบายดัง (ภาพที่ 2.1) ภาพ A ก่อนการเผาพลอยทับทิมด้วยความร้อนจะสังเกตเห็นรอยแตกหรือหลุมที่ผิวพลอย ภาพ B ในระหว่างกระบวนการปรับปรุงด้วยความร้อน สารละลายฟลักซ์จะเข้าไปตามรอยแตกและละลายผนังระหว่างรอยแตก ภาพ C ขณะที่สารละลายกำลังเย็นลงสารละลายนั้นจะเกิดการจัดเรียงตัวผลึกขึ้นใหม่ ซึ่งตอนนี้แก้วตะกั่วจะกลายเป็นของแข็งในช่องว่างของรอยแตก และอาจเกิดฟองแก๊สร่วมด้วย ภาพ D. หลังจากนั้นอาจจะทำให้ เปลี่ยนเป็นโครงสร้างที่มีผลึก ภาพ E. แก้วตะกั่วที่เข้าไปในช่องว่างและปิดบนผิวหน้าของพลอยนั้นสามารถละลายได้ด้วยกรด



ภาพที่ 2.1 แสดงลักษณะการเชื่อมประสานรอยแตกโดยการเผาด้วยความร้อนในพลอยคอรันดัม ดัดแปลงจาก Hänni and Henry (1998)

การปรับปรุงคุณภาพพลอยโดยการเผาด้วยความร้อน นอกจากสูตรการเผาพลอยที่ถือเป็นความลับ วิธีการเผาพลอยยังขึ้นอยู่กับแหล่งที่มาและชนิดของพลอย นักเผาพลอยจึงต้องมีการลองผิดลองถูกจนกว่าจะได้สูตรการเผาพลอยที่แน่นอน ซึ่งถือได้ว่าเป็นภูมิปัญญาของคนไทยอย่างแท้จริง

การเผาพลอย แบ่งออกเป็น 2 ประเภทดังนี้

1) พลอยเผาเก่า หมายถึง พลอยที่ผ่านการเผาเพื่อปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนที่สูงมาก ในสมัยก่อนใช้การเผาโดยไม่ใส่สารเคมี ต่อมาเริ่มมีการผสมสารเคมีจำพวกบอแรกซ์และซิลิกาลงไป เพื่อไปประสานรอยแตกกร้าวของพลอย (ชโย สาธุกิจชัย, 2548) พลอยที่ได้มีความคงทนต่อสารเคมีได้ดี แต่จะทำปฏิกิริยากับกรดกัดแก้วได้ง่าย

2) พลอยเผาใหม่ หมายถึง พลอยที่ผ่านการเผาเพื่อปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว การเผาใหม่ได้พัฒนามาจากการเผาพลอยแบบเก่า เนื่องจากการเผาเก่าไม่สามารถทำให้รอยแตกที่อยู่ในเนื้อพลอยหายไปได้ จึงได้ใส่สารประกอบแก้วตะกั่วเข้าไปในสารเคมีเดิมร่วมกับการเผาพลอย เพื่อให้สารเคมีเข้าไปอุดรอยแตกร้าวของพลอยให้มีความใสใกล้เคียงหรือมากกว่าเนื้อพลอย ทำให้มองไม่เห็นรอยแตกในเนื้อพลอย ส่งผลให้พลอยมีความใสมากขึ้น พลอยเผาใหม่มีข้อเสีย เช่น ไม่ทนทานต่อสารเคมี สีไม่คงทน เมื่อเวลาผ่านไปเกิดการแตกกร้านที่ผิว

แก้วตะกั่วที่ใช้ในการปรับปรุงคุณภาพพลอยด้วยความร้อน สูตรที่ใช้ในการเผาพลอยก็จะมี ความแตกต่างกันออกไปขึ้นอยู่กับสูตรการเผาพลอยแต่ละโรงงาน และขึ้นอยู่กับแหล่งที่มาของพลอยดิบในธรรมชาติแต่วัตถุดิบหลัก คือ PbO , SiO_2 , Al_2O_3 และ ZnO ประมาณร้อยละ 2-3 และมีตัวเพิ่มสีอื่น ๆ เช่น Cu_2O และ NiO อีกเล็กน้อย ค่าดัชนีหักเหของแสงในแก้วตะกั่วมีค่าสูงกว่าแก้วชนิดอื่น จึงทำให้แก้วชนิดนี้มีประกายสวยงาม (ชาตินัย ชูสาย , 2552) แก้วตะกั่วมีจุดหลอมเหลวที่ต่ำกว่าแก้วทั่วไป การเติมตะกั่วลงไปในการทำให้ค่าความหนืดของแก้วลดลง ตะกั่วมีค่าความหนาแน่นสูงเนื่องจากมีน้ำหนักอะตอมที่สูงถึง 207.2 ตะกั่วที่อยู่ในแก้วทำให้ค่าดัชนีหักเหของแสง (refractive index, RI) สูงขึ้น แก้วโดยทั่วไปมีค่า RI หรือ n ประมาณ 1.5 ขณะที่แก้วตะกั่วมีค่า n สูงถึงประมาณ 1.7 (เทพีวรรณ จิตรัวชรโกมล , 2548)

2.3 การทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วที่ใช้ในการปรับปรุงคุณภาพพลอยด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ในพลอยทับทิม

ความเข้มข้นของสารตะกั่วที่เข้าไปอยู่ภายในเนื้อพลอยที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพพลอยด้วยความร้อน สารประกอบดังกล่าวอาจจะส่งผลเสียต่อสุขภาพอนามัยของผู้ที่สวมใส่ได้ การศึกษาวิจัยนี้จึงได้นำวิธี 1) Three-Stage Sequential Extraction Procedure วิธีมาตรฐานในการหาสารตะกั่วในของเล่นเด็ก (EN71-3, 1995) สำหรับทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายของตะกั่วในเนื้อพลอย และ 3) วิธีมาตรฐานในการหาสารตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010) สำหรับสำหรับทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายของตะกั่วในเนื้อพลอย

2.3.1 การทดสอบด้วยวิธี BCR three-stage sequential extraction

แต่เดิมวิธีการทดสอบนี้เป็นการทดสอบหาความเข้มข้นของโลหะในตัวอย่างดินที่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม ได้แก่ แคดเมียม, โครเมียม, ทองแดง, ตะกั่ว, แมงกานีส, นิเกิล, วานาเดียมและสังกะสี วิธี BCR three stages แบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน (ตาราง 2.1) โดยการใส่สารเคมีเป็นตัวเร่งและทำให้เกิดสภาวะต่างๆ ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 ใช้ Acetic acid (0.11 mol/l^{-1}) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและทำให้เกิดสภาวะ Exchangeable

ขั้นตอนที่ 2 ใช้ Hydroxylamine hydrochloride (0.5 mol/l^{-1}) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและทำให้เกิดสภาวะ Reducing

และขั้นตอนที่ 3 ใช้ Hydrogen peroxide (8.8 mol/l^{-1}) กับ Ammonium acetate (1.0 mol/l^{-1}) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและทำให้เกิดสภาวะ Oxidizing

ตารางที่ 2.1 แสดงขั้นตอนการทดสอบด้วยวิธี BCR three-stage sequential extraction

Extraction step	Reagent	State
1	Acetic acid (0.11 mol/l^{-1})	Exchangeable
2	Hydroxylamine hydrochloride (0.1 mol/l^{-1} at pH2)	Reducing
3	- Hydrogen peroxide (8.8 mol/l^{-1}) - Ammonium acetate (1.0 mol/l^{-1}) at pH2	Oxidizing

ที่มา: ดัดแปลงจาก Rauret et al., (2000)

จากการทดลองของกนิษฐา (2553) พบว่าปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วจากพลอยที่บดเป็นผงในสภาวะ BCR ที่แตกต่างกัน มีค่าเฉลี่ยปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วทั้งจากโรงงานที่ 1 และโรงงานที่ 2 สูงที่สุดอยู่ในขั้น BCR 1 ซึ่งเท่ากับ $31.84 \pm 1.97 \text{ mg/kg}$ และ $21.76 \pm 1.37 \text{ mg/kg}$ ขั้นตอน BCR 2 เท่ากับ $21.05 \pm 2.91 \text{ mg/kg}$ และ 1.36 ± 0.1 และขั้นตอน BCR 3 เท่ากับ 3.27 ± 0.17 และ $0.14 \pm 0.02 \text{ mg/kg}$ ตามลำดับ ขั้นของ BCR 1 มีค่าเฉลี่ยปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วสูงสุดเนื่องจาก สภาวะนี้เป็นกรดอ่อนทำให้แก้วที่มี

ตะกั่วผสมอยู่ มีความหนืดของแก้วตะกั่วลดลง จึงทำให้แก้วที่มีตะกั่วผสมอยู่ไม่ทนทานต่อการกัดกร่อนของกรดจึงทำให้เกิดการชะละลายของตะกั่วปริมาณสูงในสภาวะนี้

ปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วจากพลอยเม็ดในสภาวะ BCR ที่แตกต่างกัน มีค่าเฉลี่ยปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วจากโรงงานที่ 1 และโรงงานที่ 2 ในแต่ละชั้นดังนี้ ชั้นตอน BCR 1 เท่ากับ 0.94 ± 0.73 mg/kg และ 0.23 ± 0.20 mg/kg ชั้นตอน BCR 2 เท่ากับ 4.49 ± 3.52 mg/kg และ 0.32 ± 0.16 mg/kg และชั้นตอน BCR 3 เท่ากับ 16.44 ± 10.20 mg/kg และ 5.27 ± 0.29 mg/kg ตามลำดับ จะเห็นว่าในแต่ละชั้นตอนของ BCR มีค่าตะกั่วเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากพลอยถูกกัดกร่อนเพิ่มมากขึ้นในแต่ละสภาวะ ความเข้มข้นของตะกั่วจึงมากเพิ่มขึ้นตามไปด้วย และค่าเฉลี่ยปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วของโรงงานที่ 1 มากกว่าโรงงานที่ 2 ในทุกๆสภาวะเป็นเพราะว่าคุณภาพพลอยของโรงงานที่ 1 นั้นต่ำกว่าพลอยของโรงงานที่ 2 กล่าวคือ เนื้อพลอยของโรงงานที่ 1 มีความขุ่นและมีรอยแตกที่ชัดเจนมากกว่า จึงต้องการสารประกอบตะกั่วเข้าไปอุดรอยแตกของพลอยในปริมาณที่มากกว่าของโรงงานที่ 2 เมื่อผ่านกระบวนการของ BCR ทำให้สกัดปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วออกมาได้มากกว่า แต่สารประกอบตะกั่วที่ได้จากพลอยทับทิมทั้งที่ผ่านการบดและพลอยเม็ดไม่ผ่านการบดมีปริมาณความเข้มข้นที่ต่ำมาก ซึ่งความเข้มข้นของตะกั่วในระดับนี้ไม่ก่อให้เกิดผลกระทบต่อผู้สวมใส่ เนื่องจากค่าที่ได้ต่ำกว่าค่ามาตรฐานความเข้มข้นตะกั่วในตัวเรือนเครื่องประดับที่กำหนดโดย United States Consumer Safety Commission (CPSC-CH-E1001-8.1, 2010) ซึ่งเป็นหน่วยงานที่ดูแลและคุ้มครองผู้บริโภคซึ่งระบุให้ได้ไม่เกิน 90 ppm หรือ 0.009%

2.3.2 การทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วด้วยวิธี (EN71-3, 1995)

วิธี EN71-3 เป็นวิธีศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในของเล่นเด็ก ซึ่งเป็นวิธีมาตรฐานของสหภาพยุโรป European Standard ค่ามาตรฐานกำหนดให้มีการชะละลายสูงสุดของตะกั่วไม่เกิน 90 มล./กก. <http://www.thairohs.org>

2.3.3 การทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วด้วยวิธี (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010)

วิธีการทดสอบหาค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิม ด้วยวิธีมาตรฐานในการหาปริมาณสารตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (Standard Operating Procedure for Determining Lead) เป็นวิธีการทดสอบของ United States Consumer Product Safety Commission โดยวิธีการนี้จะใช้ Nitric Acid และ Hydrochloric Acid ในการทดสอบหาปริมาณสารตะกั่ว ซึ่งหน่วยงานของ US Consumer Product Safety Commission's (CPSC) Enforcement Standard (2005A) ได้กำหนดให้มีปริมาณตะกั่วในเครื่องประดับได้ไม่เกิน 90 มล./กก.

2.3.4 การตรวจวัดปริมาณตะกั่วในพลอยทับทิม

จากการทดลองตรวจวัดปริมาณตะกั่วในพลอยทับทิมของ (Juncomma et al., 2012) ได้สุ่มตรวจวัดปริมาณตะกั่วที่เจือปนในพลอยทับทิม 3 กลุ่ม คือ พลอยทับทิมธรรมชาติ (Untreated) พลอยทับทิมเผาเก่า และ พลอยทับทิมเผาใหม่ จำนวน 100 ตัวอย่าง ได้นำพลอยทับทิมมาทำการทดลองโดยใช้เทคนิควิเคราะห์แบบไม่ทำลาย ได้แก่ เทคนิค Particle Induce X-ray Emission (PIXE) และเทคนิค Ionoluminescence (IL) ด้วยเครื่องเร่งอนุภาคแทนเดิมซึ่งมีระบบวิเคราะห์วัสดุด้วยลำไอออนเต็มรูปแบบ ซึ่งเทคนิค PIXE ได้ตรวจวัดรังสีเอกซ์ที่ปลดปล่อยจากธาตุที่เป็นองค์ประกอบของวัสดุ จากการถูกกระตุ้นด้วยอนุภาคโปรตอน ส่วน IL เป็นการตรวจจัดการเปล่งแสงของวัสดุจากการกระตุ้นด้วยอนุภาคโปรตอน ผลการทดสอบหาปริมาณสารตะกั่วด้วยเทคนิค PIXE พบว่า ในพลอยทับทิมธรรมชาติไม่พบปริมาณตะกั่ว ส่วนในพลอยทับทิมเผาเก่าพบค่าตะกั่ว 57019 ppm และในพลอยทับทิมเผาใหม่พบค่าตะกั่ว 269064 ppm ดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 แสดงปริมาณธาตุองค์ประกอบของพลอยทับทิมสด พลอยเผาเก่า และพลอยเผาใหม่ ที่ตรวจวัดได้จากเทคนิค PIXE

Samples	Elements (ppm)							
	Al	Si	Ti	Cr	Fe	Zn	Ga	Pb
Rubies treated by paw-mai method								
S4	62767	89422	619	117	753	5738	0	574861
S5	56800	72231	893	92	1496	6086	0	631538
S6	197691	130027	420	98	480	2984	0	269064
S7	322517	98948	134	635	3270	1024	0	137494
S8	280982	82373	1814	802	2117	1697	0	241614
S9	269081	79726	127	610	1772	1894	0	256293
Rubies treated by paw-kae method								
S3	476645	8984	59	2980	4152	388	0	57019
Untreated rubies								
S1	515696	5499	52	2099	951	2300	35	0
S2	518444	6137	59	1167	1455	0	24	0

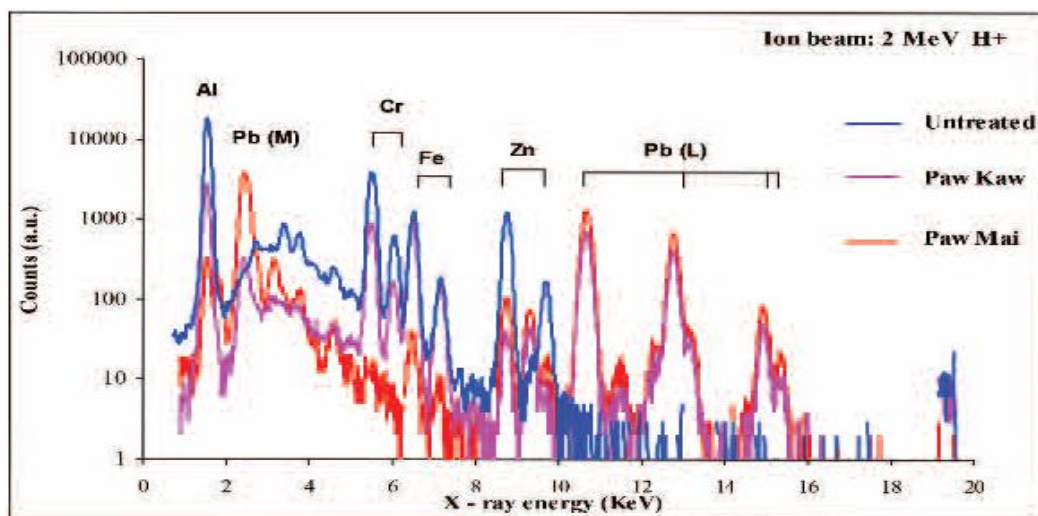
ที่มา: (Juncomma et al., 2012)

จากการวิเคราะห์พลอยทับทิมตัวอย่างอย่างละ 1 เม็ดจาก 3 กลุ่ม ได้ผลสเปกตรัม PIXE ดังภาพที่ 2.2 ซึ่งมีผลการวิเคราะห์ดังนี้

พลอยทับทิมธรรมชาติพบพีคของอลูมิเนียม (Al) ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของพลอยทับทิม และพีคของธาตุที่ให้สีของพลอยทับทิม เช่น โครเมียม (Cr) และเหล็ก (Fe) แต่ไม่พบพีคของตะกั่ว (Pb) จึงสามารถยืนยันได้ว่าไม่มีตะกั่วอยู่ในพลอยทับทิมธรรมชาติ

แต่ในพลอยเผาเก่าพบพีคของตะกั่วในชั้นแอลและชั้นเอ็ม (Pb L, Pb M) ในสเปกตรัมเมื่อนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ย พบปริมาณตะกั่ว 1-7% จากการทดลองในครั้งนี้ได้ให้เหตุผลที่พบปริมาณตะกั่วในพลอยเผาเก่าว่า อาจมาพร้อมกับซิลิกาที่ผู้เผาพลอยเลือกมาจากแหล่งที่มีการเจือปนของตะกั่ว

ส่วนพลอยทับทิมเผาใหม่พบว่าไม่มีพีคของตะกั่วที่สูงมาก ซึ่งพีคของตะกั่วสูงกว่าพีคของธาตุอื่นๆ อย่างชัดเจน เมื่อนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ยพบปริมาณตะกั่วสูง 10-50%



ภาพที่ 2.2 แสดงสเปกตรัม PIXE ในพลอยทับทิมตัวอย่าง 3 เม็ด ที่มาจากพลอยทับทิม 3 กลุ่ม (Juncomma et al., 2012)

2.4 ตะกั่ว

ตะกั่วเป็นโลหะหนัก มีลักษณะอ่อนทำให้หลอมเหลวได้ง่าย นำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย ตะกั่วมักจะนำไปใช้ในการผลิตสินค้าอุปโภคบริโภคหลายชนิด เช่น สีทาบ้าน สีป้องกันสนิม แบตเตอรี่รถยนต์ เครื่องใช้ไฟฟ้า บัดกรี ฯลฯ (กรมทรัพยากรธรณี [กทพ.], 2543) แต่เนื่องจากตะกั่วเป็นสารที่ส่งผลกระทบต่ออย่างรุนแรงต่อมนุษย์ การสัมผัส การสูดดม การรับประทานหรือการใช้สินค้าต่างๆ ที่มีตะกั่วเจือปน ทำให้มนุษย์ต้องเสี่ยงกับการได้รับตะกั่วเข้าสู่ร่างกายทั้งทางตรงและทางอ้อม ตะกั่วจะไม่แสดงความเป็นพิษต่อมนุษย์ในทันที มนุษย์จึงไม่รู้สึกรู้สาว่าได้รับสารตะกั่วเข้าสู่ร่างกายแล้ว แต่ตะกั่วจะสะสมอยู่ในร่างกายและจะแสดงความเป็นพิษออกมาเมื่อตะกั่วได้สะสมอยู่ในร่างกายจนถึงขนาดแล้ว ซึ่งความเป็นพิษของตะกั่วจะส่งผลกระทบต่อ มนุษย์อย่างมากและรุนแรง จากการวิจัยพบว่า หากผู้ใหญ่ได้รับตะกั่วมากเกินไป จะทำให้สมองทำงานบกพร่องและสติปัญญาเสื่อมถอย แต่ถ้าเด็กได้รับสารตะกั่วมากเกินไป จะทำให้สมองไม่พัฒนา ร่างกายไม่เจริญเติบโต และระบบการรับฟังบกพร่อง ดังนั้นประเทศต่างๆ จึงให้ความสำคัญกับการใช้ตะกั่วในการผลิตสินค้าอุปโภคและบริโภคต่างๆ เช่น รมรงค์ให้ใช้น้ำมันเบนซิน ไร้สารตะกั่วและลดปริมาณการใช้ตะกั่วในสินค้าประเภทสีทาวัสดุชนิดต่างๆ รวมทั้งกำหนดให้ มีปริมาณสารตะกั่วเจือปนในร่างกายได้ไม่เกิน 0.00001 กรัมในเลือด 1 เดซิลิตร ซึ่งแต่เดิมกำหนดไว้ไม่เกิน 0.00006 ในเลือด 1 เดซิลิตร

<http://www.diw.go.th>

2.4.1 ลักษณะของตะกั่ว

ตะกั่ว (Lead; Pb) ตะกั่วเป็นโลหะอ่อนแต่เหนียว เป็นสารที่มีมากที่สุดตัวหนึ่งในเปลือกโลก ขึ้นรูปง่าย มีน้ำหนักมาก สีเงินอมเทาหรือแกมน้ำเงิน แข็งนุ่ม ความหนาแน่น 11.34 g/cm^3 น้ำหนักอะตอม 207.21 วาเลนซ์ของเกลือโลหะ 2 และ 4 จุดหลอมเหลว 327.4 องศาเซลเซียส และหลอมได้ง่าย มีความต้านแรงดึงน้อย ด้านการกัดกร่อนได้ดีและมีสมบัติหล่อลื่นได้ดี โดยปกติมักพบตะกั่วปะปนอยู่กับกำมะถัน ซึ่งก่อนที่จะนำตะกั่วมาใช้ในภาคอุตสาหกรรม จำเป็นต้องแยกโลหะทั้งสองชนิดนี้ออกจากกันเสียก่อน โดยการเผาด้วยความร้อนสูงแล้วจึงพ่นอากาศเข้าไป ออกซิเจนในอากาศจะทำปฏิกิริยากับตะกั่วและกำมะถัน เกิดเป็นตะกั่วออกไซด์และก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ซึ่งก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะนำไปใช้ในการผลิตกรดกำมะถัน สำหรับตะกั่วออกไซด์ที่เกิดขึ้นสามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมได้ และหากนำตะกั่วออกไซด์ที่ได้ไปผ่านกระบวนการดูดซับออกซิเจนจะได้ตะกั่วบริสุทธิ์ ที่สามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมได้เช่นกัน

2.4.2 การเข้าสู่ร่างกายของตะกั่ว

ตะกั่วสามารถเข้าสู่ร่างกายได้ 3 ทาง ได้แก่ ทางปาก ทางจมูก และ ทางผิวหนัง

1) ทางปาก โดยการรับประทานอาหาร เครื่องดื่ม หรือยาที่มีตะกั่วปนเปื้อนอยู่ การใช้เครื่องใช้หรือ ภาชนะต่างๆ ที่ปนเปื้อนตะกั่ว และการอมเครื่องใช้ต่างๆ ที่มีตะกั่วปนเปื้อน รวมถึงการสัมผัสเครื่องใช้ที่มีตะกั่วปนเปื้อนและไม่ล้างมือก่อนรับประทานอาหาร ซึ่งตะกั่วเข้าสู่ร่างกายผ่านทางระบบอาหาร

2) ทางจมูก โดยการหายใจเอาควัน ไอรระเหย ฝุ่นละอองตะกั่วที่มีอยู่ในอากาศเข้าสู่ปอด

3) ทางผิวหนัง โดยการสัมผัสกับสินค้าอุปโภคบริโภคที่มีสารประกอบอินทรีย์ของตะกั่วเจือปนเท่านั้น เช่น การล้างมือด้วยน้ำมันเบนซินหรือเมื่อน้ำมันเบนซินหกใส่ผิวหนัง จะทำให้ตะกั่วซึมผ่านผิวหนังและเข้าสู่ระบบไหลเวียนเลือดของร่างกาย

ตะกั่วเมื่อเข้าสู่ร่างกายไม่ว่าทางใดก็ตาม ตะกั่วจะเข้าสู่ร่างกายไปอยู่ในระบบเลือด และกระจายไปทั่วร่างกาย โดยไปสะสมอยู่ในเลือด ไต ไชกระดูก เนื้อเยื่อระบบประสาท และตับ ส่วนน้อยสะสมที่กระดูก กล้ามเนื้อ และไขมัน ตะกั่วที่อยู่ในเลือดส่วนหนึ่ง

จะถูกกรองแยกออกจากเลือด และขับออกผ่านทางปัสสาวะ ถ้าหากมีปริมาณตะกั่วในร่างกายสูง ตะกั่วจะไปสะสมอยู่ที่เส้นผม และเล็บ

2.4.3 พิษของสารตะกั่ว

ตะกั่วที่เข้าสู่ร่างกายมนุษย์ก่อให้เกิดความเป็นพิษได้ 2 ลักษณะ ได้แก่ ความเป็นพิษเฉียบพลัน และ ความเป็นพิษเรื้อรัง

1) ความเป็นพิษเฉียบพลัน

ผู้ได้รับตะกั่วจะรู้สึกผิดปกติ มีกลิ่นโลหะในปาก กระหายน้ำ คอแห้ง ปวดแสบหน้าท้อง คลื่นไส้ อาเจียน อาเจียนอาจมีลักษณะขาวขุ่นจากเลือดคอลลอยด์ ผู้ได้รับตะกั่วส่วนมากจะมีอาการท้องร่วง และส่วนน้อยท้องผูก อุจจาระมีเลือดหรือมีสีดำ อันเนื่องมาจากเลือดซัลไฟด์ ผู้ได้รับตะกั่วบางรายอาจเกิดอาการช็อค กล้ามเนื้ออกระตุก อ่อนเพลีย เป็นตะคริว โดยเฉพาะที่ขาทั้งสองข้าง หรือมีอาการของระบบประสาทส่วนกลาง เช่น ปวดศีรษะ นอนไม่หลับ หรืออาจมีอาการผิดปกติที่ไร้สาเหตุ เช่น รู้สึกชา ซึมเศร้า ถึงขั้นโคม่าและเสียชีวิตในที่สุด อาการที่รองลงไป ได้แก่ ภาวะไตเสื่อม ทำให้ปัสสาวะน้อยลงกว่าปกติ มีอัลบูมิน และเมือกในปัสสาวะเจือปน นอกจากนี้ จะมีการสลายตัวของเม็ดเลือดแดง อาจทำให้เสียชีวิตได้ภายใน 2-3 วัน

2) ความเป็นพิษเรื้อรัง

ผู้ได้รับตะกั่วอาจมีอาการทางระบบทางเดินอาหารและทางระบบประสาท

2.1 อาการทางระบบทางเดินอาหาร เช่น เบื่ออาหาร เหนื่อยอ่อนในลำคอ ท้องผูกเป็นตะคริวที่หน้าท้อง

2.2 อาการทางระบบประสาท เช่น ข้อมือตลก เป็นอัมพาต ไม่มีแรง แต่ยังคงมีความรู้สึกอาการทางสมองหรือเยื่อหุ้มสมองอักเสบ อาการนี้พบน้อยในผู้ใหญ่ส่วนมากมักเกิดขึ้นกับเด็ก เช่น เด็กที่กำลังร่าเริงว่องไว อยู่ดีๆ ก็หมดสติ นานประมาณ 2-3 ชั่วโมง จากสถิติผู้ป่วยที่มีอาการทางสมอง บางรายเสียชีวิต ประมาณร้อยละ 25 ของผู้รอดชีวิตอาจมีอาการทางประสาทอย่างถาวร

2.4.4 ผลกระทบของตะกั่วต่อมนุษย์

ตะกั่วมีผลต่อระบบทางเดินอาหารและทำให้ระบบประสาทผิดปกติ มีผลทางด้านโลหิตวิทยาทั้งในเด็กและผู้ใหญ่ มีบันทึกว่าถ้าปริมาณตะกั่วในเลือดสูงกว่า 1.93 $\mu\text{mol/L}$ จะมีความรุนแรง และถ้าได้รับสัมผัสตะกั่วเป็นเวลานานอาจก่อให้เกิดโรคไตเรื้อรัง ความดันโลหิตสูงและความสามารถในการสืบพันธุ์ลดลง (Gillian, 1993)

ผลกระทบของตะกั่วที่มีต่อผู้ใหญ่และเด็กมีดังนี้

1) ผลกระทบที่มีต่อผู้ใหญ่

2.1) อาการทางระบบทางเดินอาหาร ได้แก่ เบื่ออาหาร คลื่นไส้ อาเจียน ท้องผูก บางรายท้องเสียและปวดท้องอย่างรุนแรง

2.2) อาการทางระบบประสาท ได้แก่ กล้ามเนื้อแขนขาไม่มีแรง ปวดตามกล้ามเนื้อและข้อต่อต่างๆ กล้ามเนื้อเป็นอัมพาต

2.3) อาการทางโลหิต ได้แก่ เลือดจางซีดขาว อ่อนเพลีย ปวดศีรษะ มึนงง ตัวและตาเหลือง

2) ผลกระทบที่มีต่อเด็ก

2.1) ระบบประสาท

ตะกั่วจะทำลายระบบประสาทส่วนกลางและส่วนปลาย ซึ่งเด็กอายุน้อยมากเท่าไรระบบประสาทจะถูกทำลายมากขึ้นเท่านั้น ดังนั้นตะกั่วจึงเป็นอันตรายต่อเด็กเล็ก

2.2) ระบบปัสสาวะ

ตะกั่วจะทำลายไตและทำให้ที่กรองปัสสาวะฝ่อลีบ

2.3) ระบบเลือด

ตะกั่วเมื่อเข้าสู่ระบบเลือดจะไปจับ และหยุดกิจกรรมของเอนไซม์ โดยการหยุดกิจกรรมของเอนไซม์บางชนิด และมีผลต่อการทำงานของเยื่อหุ้มเซลล์เม็ดเลือดแดง เป็นผลให้เม็ดเลือดแดงแตกง่าย และยังขัดขวางการสร้างฮีโมโกลบิน ทำให้ซีดและโลหิตจางซึ่ง 95% ของตะกั่วที่อยู่ในเลือดจับอยู่ที่เม็ดเลือดแดง 95% ของตะกั่วที่อยู่ในร่างกายสะสมที่กระดูกในกรณีของผู้ใหญ่ และ 70% สะสมที่กระดูกในกรณีของเด็ก Wahl and Friede (2000)

2.4) ระบบทางเดินอาหาร

ตะกั่วทำให้ปวดท้องและเกร็งกล้ามเนื้อท้อง

2.5) การเจริญเติบโต

ในกรณีที่มีตะกั่วในเลือดตั้งแต่ 25 ไมโครกรัมในเลือด 1 เดซิลิตร จะยับยั้งการเจริญเติบโตของเด็ก ทำให้เด็กเจริญเติบโตไม่สมกับอายุ (กรมโรงงานอุตสาหกรรม [กรอ.], 2551)

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

การศึกษาวิจัยในครั้งนี้ ได้ศึกษาถึงปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนและพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่วและพัฒนากระบวนการที่เหมาะสมในการทดสอบปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วจากการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิม โดยการจำลองสภาวะต่างๆ ในชีวิตประจำวัน โดยใช้วิธี Three-Stage Sequential Extraction Procedure (BCR three stages) และทำการศึกษาค่าความเข้มข้นของตะกั่วจากการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธีมาตรฐานในการหาสารตะกั่วในของเล่นเด็ก (EN71-3, 1995) และค่าความเข้มข้นของตะกั่วจากการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธีการประยุกต์มาตรฐานในการหาสารตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010) เพื่อเปรียบเทียบกับวิธี BCR three stages

3.1 ตัวอย่างพลอยทับทิมที่ใช้ในการศึกษา

- 1) พลอยทับทิมเม็ดที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) จากโรงงานในจังหวัดจันทบุรี จำนวน 7 โรงงาน ได้แก่
 - โรงงานที่ 1, 2, 3, 4, 5 และ 6 ชุดละ 9 เม็ด
 - โรงงานที่ 7 จำนวน 2 ชุด ชุดแรก 9 และ และชุดที่สอง 3 เม็ดตามลำดับ
- 2) พลอยทับทิมเม็ดที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) จากโรงงานในจังหวัดจันทบุรี จำนวน 5 โรงงาน ได้แก่
 - โรงงานที่ 7 จำนวน 1 ชุด ชุดละ 6 เม็ด
 - โรงงานที่ 8 จำนวน 2 ชุด ชุดละ 9 และ 6 เม็ดตามลำดับ
 - โรงงานที่ 9 จำนวน 1 ชุด ชุดละ 9 เม็ด
 - โรงงานที่ 10 จำนวน 2 ชุด ชุดละ 9 เม็ดและ 6 เม็ดตามลำดับ
 - โรงงานที่ 11 จำนวน 1 ชุด ชุดละ 9 เม็ด

3.2 ศึกษาปริมาณการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนและผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก๊วตะกั่ว ด้วยวิธี Three-stage Sequential extraction procedure (BCR three stages)

BCR three stages แต่เดิมเป็นวิธีที่นิยมนำมาทดสอบหาความเข้มข้นของโลหะในตัวอย่างดินหรือกากตะกอนของดิน ที่อาจมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม ซึ่งแบ่งออกเป็น 3 สภาวะ ประกอบด้วย 1.Exchangeable 2.Reducible และ 3.Oxidisable ตามวิธีการของ The standards, Measurements and Testing programme (SM&T-formerly BCR), European Union (Quevauiller, 2002)

3.2.1 ตัวอย่างพลอยทับทิมสำหรับการศึกษาด้วยวิธี BCR three stages

ในการเตรียมตัวอย่าง พลอยทับทิมทั้งหมดได้ถูกนำมาถ่วงรูปก่อนทำการทดลอง ซึ่งน้ำหนักและล้างสิ่งสกปรกด้วยน้ำสะอาดในเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที โดยตัวอย่างพลอยทับทิมได้มาจากโรงงานในจังหวัดจันทบุรี มีดังนี้

- (1) ตัวอย่างพลอยทับทิมเผาเก่าจาก 7 โรงงาน จำนวนทั้งหมด 66 เม็ด
- (2) ตัวอย่างพลอยทับทิมเผาใหม่จาก 4 โรงงาน จำนวนทั้งหมด 39 เม็ด

3.2.2 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาขั้นตอน BCR three stages และซีรีย์ที่ทำให้เกิดการชะละลายสูงสุด

ทดสอบนี้ได้แบ่งการทดลอง BCR three stages ออกเป็น 3 วิธี วิธีที่ 1 ซึ่งเริ่มจากการเรียงลำดับขั้นตอน คือ BCR 1 BCR 2 และ BCR 3 วิธีที่ 2 เริ่มจากขั้นตอน BCR 2 BCR 3 และ BCR 1 วิธีที่ 3 เริ่มจากขั้นตอน BCR 3 BCR 1 และ BCR 2 (ตารางที่ 3.1)

ตารางที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการทดสอบด้วย Three-Stage Sequential Extraction Procedure (BCR three stages)

ขั้นตอน	Three-stage sequential extraction procedure (BCR three stages)		
	วิธีที่ 1	วิธีที่ 2	วิธีที่ 3
ขั้นตอนที่ 1	BCR 1	BCR 2	BCR 3
ขั้นตอนที่ 2	BCR 2	BCR 3	BCR 1
ขั้นตอนที่ 3	BCR 3	BCR 1	BCR 2

จากนั้นทำการสกัดตะกั่วด้วยวิธี BCR three stages ซึ่งประกอบด้วย 3 สภาวะ ได้แก่ BCR 1: Exchangeable, BCR 2: Reducible และ BCR 3: Oxidisable โดยใช้สารเคมีที่แตกต่างกันเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังต่อไปนี้

(1) BCR 1: Exchangeable นำพลอยทัปทิมเม็ดมาใส่ลงในหลอดทดลองขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติม Acetic acid (0.11 mol/l^{-1}) 40 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วนำไปเข้าเครื่องเขย่าเป็นเวลา 16 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (Perkin Elmer, Analyst 800) หลังจากนั้นนำพลอยทัปทิมใส่ลงในหลอดทดลองเดิมแล้วเติมน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร นำไปเขย่าด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงต่อเป็นเวลา 10 นาที เมื่อเสร็จแล้วนำพลอยที่ได้มาซับให้แห้ง เพื่อนำมาทำ BCR three stage ในขั้นต่อไป

(2) BCR 2: Reducible นำตัวอย่างพลอยทัปทิมจากขั้นที่ 1 มาใส่ลงในหลอดทดลองขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติม Hydroxylamine hydrochloride (0.5 mol/l^{-1}) 40 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วนำไปเข้าเครื่องเขย่าเป็นเวลา 16 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (Perkin Elmer, Analyst 800) หลังจากนั้นนำพลอยทัปทิมใส่ลงในหลอดทดลองเดิมแล้วเติมน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร นำไปเขย่าด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงต่อเป็นเวลา 10 นาที เมื่อเสร็จแล้วนำพลอยที่ได้มาซับให้แห้ง เพื่อนำมาทำ BCR three stage ในขั้นต่อไป

(3) BCR 3: Oxidisable นำตัวอย่างพลอยทับทิมจากชั้นที่ 2 ไข่ เติม Hydrogen Peroxide (8.8 mol/l^{-1}) 10 มิลลิลิตรลงในหลอดทดลองขนาด 50 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันจากนั้นถ่ายใส่ปิเปตอร์ขนาด 30 มิลลิลิตร ให้ความร้อนที่ 80 ± 2 องศาเซลเซียส จนปริมาตรลดลงเหลือ 3 มิลลิลิตร เติม Hydrogen Peroxide (8.8 mol/l^{-1}) 10 มิลลิลิตร ทำให้เป็นเนื้อเดียวกัน นำไปให้ความร้อนต่อที่อุณหภูมิ 85 ± 2 องศาเซลเซียส จนปริมาตรลดลงเหลือ 1 มิลลิลิตร เติม Ammonium acetate (1.0 mol/l^{-1}) 50 มิลลิลิตร แล้วนำไปเข้าเครื่องเขย่าเป็นเวลา 16 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง และนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (Perkin Elmer, Analyst 800) หลังจากนั้นนำพลอยทับทิมใส่ลงในหลอดทดลองเดิม แล้วเติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร นำไปเขย่าด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงต่อเป็นเวลา 10 นาที เมื่อเสร็จแล้วนำพลอยที่ได้มาซับให้แห้ง เพื่อไปถ่ายรูปรูปและชั่งน้ำหนักหลังทำการทดลอง

หมายเหตุ: นำสารละลายที่ได้จากการทดสอบในแต่ละชั้นของ BCR ไปวิเคราะห์โลหะตะกั่วด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (Perkin Elmer, Analyst 800)

3.2.3 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมในสภาวะต่างๆ มีขั้นตอนดังนี้

นำพลอยทับทิมแต่ละเม็ดมาชั่งน้ำหนักและถ่ายภาพเพื่อดูลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมก่อนและหลังทำการทดลองแต่ละขั้นตอน เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมว่าในแต่ละขั้นตอนของการทดลอง พลอยทับทิมมีรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้นตามสภาวะที่เปลี่ยนแปลงได้มากน้อยเพียงใด ค่าการชะละลายตะกั่วมีความสัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพหรือไม่ โดยการวิเคราะห์จากรูปร่างพลอยก่อนและหลังทำการทดลองในทุกๆ ชั้นของ BCR three stages

3.3 ศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่มีการเผาโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี (EN71-3, 1995)

วิธี EN71-3 เป็นวิธีศึกษาหาปริมาณการชะละลายตะกั่วในของเล่นเด็กซึ่งเป็นวิธีมาตรฐานของสหภาพยุโรป European Standard ค่ามาตรฐานกำหนดให้มีการรั่วไหลสูงสุดของตะกั่วไม่เกิน 90 มล./กก.

3.3.1 ตัวอย่างพลอยทับทิมสำหรับการศึกษาดัวยวิธี (EN71-3, 1995)

ในการเตรียมตัวอย่าง พลอยทับทิมทั้งหมดได้ถูกนำมาถ่ายรูปก่อนทำการทดลอง ซึ่งน้ำหนักและล้างสิ่งสกปรกด้วยน้ำสะอาดในเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที โดยตัวอย่างพลอยทับทิมได้มาจากโรงงานในจังหวัดจันทบุรี ซึ่งเป็นพลอยทับทิมเผาใหม่จาก 3 โรงงาน มีจำนวนทั้งหมด 9 เม็ด

3.3.2 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิม

(1) นำพลอยทับทิมแต่ละเม็ดมาซึ่งน้ำหนัก และถ่ายภาพก่อนและหลังทำการทดลอง เพื่อศึกษาถึงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิม

(2) นำพลอยเม็ดมาใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 50 ml

(3) ใส่กรด HCl 0.07 ± 0.005 mol/l 3 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์

(4) ทิ้งไว้ 2 ชั่วโมงใน water bath ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส และไม่ให้อุณหภูมิ

(5) จากนั้นนำไปปั่นด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง (5000 ± 50)g นาน 10 นาที

(6) นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์โลหะด้วยเครื่อง Atomic Absorption

Spectrometer (Perkin Elmer, Analyst 800)

3.4 ศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่มีการเผาโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยการประยุกต์วิธีมาตรฐานในการหาสารตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010)

วิธีการทดสอบหาค่าความเข้มข้นตะกั่วภายในพลอยทับทิม ด้วยการประยุกต์วิธีมาตรฐานในการหาปริมาณสารตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก Standard Operating Procedure for Determining Lead (Pb) เป็นวิธีการทดสอบของ United States Consumer Safety Commission modified CPSC โดยวิธีการนี้จะใช้ Nitric Acid และ Hydrochloric Acid กับตัวอย่างที่ไม่ผ่านการบดเพื่อทดสอบหาปริมาณสารตะกั่ว ซึ่งหน่วยงานของ US Consumer Product Safety Commission's (CPSC) Enforcement Standard (2005A) ได้กำหนดให้มีปริมาณตะกั่วในเครื่องประดับได้ไม่เกิน 90 มล./กก.

3.4.1 ตัวอย่างพลอยทับทิมสำหรับการศึกษาดัวยวิธี (modified CPSC-CH-E1001-8.1, 2010)

ในการเตรียมตัวอย่าง พลอยทับทิมทั้งหมดได้ถูกนำมาถ่ายรูปก่อนทำการทดลอง ซึ่งน้ำหนักและล้างสิ่งสกปรกด้วยน้ำสะอาดในเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที โดยตัวอย่างพลอยทับทิมได้มาจากโรงงานในจังหวัดจันทบุรี ซึ่งเป็นพลอยทับทิมเผาใหม่จาก 3 โรงงาน มีจำนวนทั้งหมด 9 เม็ด

3.4.2 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิม

(1) นำพลอยทับทิมแต่ละเม็ดมาซึ่งน้ำหนัก และวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วทั้งหมดตามมาตรฐาน CPSC-CH-E1001-8.1 ซึ่งเป็นวิธีหาค่ามาตรฐานโดยใช้วิธี Hot Block Method

(2) นำพลอยทับทิมเม็ดมาใส่ในบีกเกอร์ขนาด 30 ml

(3) ใส่กรดไนตริกเข้มข้น 8 ml และทำการระเหยให้เหลือ 3 ml ใน hot block digestion ที่อุณหภูมิ $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$

(4) จากนั้นรอให้เย็นลง เติมกรดไฮโดรคลอริก 2 ml แล้วคนให้เข้ากัน

(5) เจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่น 20 ml โดยค่อยๆ รินล้างรอบ ๆ บีกเกอร์

(6) นำสารละลายที่ได้มาเพิ่มอุณหภูมิ 60°C ใน waterbath

(7) นำสารละลายที่ได้มาวางไว้ในตู้ดูดควัน จากนั้นถ่ายสารละลายที่ได้ใส่ volumetric flask 50ml และปรับสารละลายด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 50 ml

(8) นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์โลหะด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (Perkin Elmer, Analyst 800)

บทที่ 4

ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิม 2 ประเภท คือ พลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน เรียกว่า พลอยเผาเก่า และพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว เรียกว่า พลอยเผาใหม่ ซึ่งได้แบ่งการทดลองออกเป็นสามส่วนดังนี้ 1.) ศึกษาค่าความเข้มข้นของตะกั่วจากการชะละลายในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน และพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธี BCR three stages พร้อมทั้งเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะที่แตกต่างกัน 2.) ศึกษาค่าความเข้มข้นของตะกั่วจากการชะละลายในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธีมาตรฐานของสหภาพยุโรป (European Standard) ในการหาสารตะกั่วในของเล่นเด็ก (EN71-3, 1995) 3.) ศึกษาค่าความเข้มข้นของตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธีประยุกต์การทดสอบปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็กรวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก ตามมาตรฐานของสหรัฐอเมริกา US Consumer Product Safety Commission (modified CPSC, 2010) ผลการศึกษามีรายละเอียดทั้งหมดดังนี้

4.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยวิธี BCR three stages และการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพภายหลังทำการสกัดในแต่ละขั้นตอน

จากการศึกษาค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนจำนวน 7 โรงงาน พบว่าค่าความเข้มข้นของตะกั่วในโรงงานที่ 1 - 7.1 มีค่าความเข้มข้นของตะกั่วถูกชะละลายดังนี้

4.1.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า)

4.1.1.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมในแต่ละซีรีส์

(1) ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรีส์ที่ 1

ผลการศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนด้วยวิธี BCR three stages ในสถานะที่แตกต่างกัน (ตารางที่ 4.1) พบว่าในซีรีส์ที่ 1 ที่เรียงลำดับจาก BCR 1, 2 และ 3 ของโรงงานที่ 1 - 7.1 พบค่าความเข้มข้นของตะกั่วในชั้นที่ 1: BCR 1 ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ และพบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงสุด ในชั้นที่ 2: BCR 2 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 152.0 มก./กก. และในชั้นที่ 3: BCR 3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 54.7 มก./กก.

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรีส์ที่ 1

โรงงาน	ตัวอย่าง	ความเข้มข้นตะกั่ว (มก./กก.)		
		BCR1	BCR2	BCR3
1	No.1-1	nd	50.4	nd
	No.1-2	nd	79.1	nd
	No.1-3	nd	50.9	nd
2	No.2-1	nd	68.4	nd
	No.2-2	nd	152.0	nd
	No.2-3	nd	114.7	nd
3	No.3-1	nd	26.4	20.6
	No.3-2	nd	17.9	13.5
	No.3-3	nd	33.3	23.1
4	No.4-1	nd	21.0	10.7
	No.4-2	nd	27.1	14.9
	No.4-3	nd	36.6	21.2
5	No.5-1	nd	21.6	25.4
	No.5-2	nd	33.5	37.1
	No.5-3	nd	27.3	29.4
6	No.6-1	nd	35.1	15.8
	No.6-2	nd	nd	13.0
	No.6-3	nd	nd	13.3
7.1	No.7-1	nd	71.6	54.7
	No.7-2	nd	76.4	nd
	No.7-3	nd	98.4	nd
	ค่าพิสัย	nd	nd - 152.0	nd - 54.7

(2) ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรีส์ที่ 2

ผลการศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน ด้วยวิธี BCR three stages ในสภาวะที่แตกต่างกัน (ตารางที่ 4.2) ของโรงงานที่ 1 - 7.1 พบว่าในซีรีส์ที่ 2 ที่เรียงลำดับจาก BCR 2, 3 และ 1 ค่าความเข้มข้นตะกั่ว
 ชั้นที่ 1: BCR 2 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 65.9 มก./กก., ชั้นที่ 2: BCR 3 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 60.1 มก./กก. และพบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุด ชั้นที่ 3: BCR1 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 90.3 มก./กก.

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรีส์ที่ 2

โรงงาน	ตัวอย่าง	ความเข้มข้นตะกั่ว (มก./กก.)		
		BCR2	BCR3	BCR1
1	No.1-4	nd	nd	48.4
	No.1-5	nd	nd	90.3
	No.1-6	nd	60.1	60.4
2	No.2-4	nd	14.2	16.3
	No.2-5	nd	45.0	25.8
	No.2-6	nd	44.4	28.9
3	No.3-4	nd	18.0	8.5
	No.3-5	15.7	19.9	11.2
	No.3-6	19.8	39.5	16.8
4	No.4-4	9.2	11.5	3.3
	No.4-5	nd	14.4	5.1
	No.4-6	nd	16.0	4.7
5	No.5-4	17.5	27.1	6.8
	No.5-5	18.0	24.4	6.4
	No.5-6	22.2	16.3	nd
6	No.6-4	65.9	46.0	nd
	No.6-5	18.6	20.6	nd
	No.6-6	27.2	30.2	nd
7.1	No.7-4	nd	nd	nd
	No.7-5	nd	nd	nd
	No.7-6	nd	nd	nd
	ค่าพิสัย	nd - 65.9	nd - 60.1	nd - 90.3

(3) ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรียที่ 3

ผลการศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนด้วยวิธี BCR three stages ในสภาวะที่แตกต่างกัน (ตารางที่ 4.3) ของโรงงานที่ 1 - 7.1 พบว่าในซีรียที่ 3 ที่เรียงลำดับจาก BCR 3, 1 และ 2 พบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุดใน ชั้นที่ 1: BCR 3 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 178.2 มก./กก., ชั้นที่ 2: BCR 1 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 161.9 มก./กก. และ ชั้นที่ 3: BCR 2 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 7.7 มก./กก.

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรียที่ 3

โรงงาน	ตัวอย่าง	ความเข้มข้นตะกั่ว (มก./กก.)		
		BCR3	BCR1	BCR2
1	No.1-7	nd	161.9	nd
	No.1-8	97.1	136.2	nd
	No.1-9	71.3	59.4	nd
2	No.2-7	95.2	85.0	nd
	No.2-8	178.2	114.5	nd
	No.2-9	78.0	85.4	nd
3	No.3-7	72.4	51.7	nd
	No.3-8	20.3	25.8	nd
	No.3-9	36.6	nd	nd
4	No.4-7	16.6	4.1	nd
	No.4-8	77.5	12.6	nd
	No.4-9	49.2	9.1	nd
5	No.5-7	21.0	nd	nd
	No.5-8	35.2	nd	nd
	No.5-9	39.1	nd	nd
6	No.6-7	47.4	11.4	7.7
	No.6-8	24.1	10.3	6.2
	No.6-9	25.0	8.6	2.6
7.1	No.7-7	nd	29.8	nd
	No.7-8	nd	43.2	nd
	No.7-9	nd	58.3	nd
	ค่าพิสัย	nd - 178.2	nd - 161.9	nd - 7.7

4.1.1.2 ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้น ตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อน

ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อน (ภาพที่ 4.1)

1) BCR 3 ให้ค่าการชะละลายสูงสุดเมื่อเทียบกับ BCR 1 และ BCR 2 ซึ่งอยู่ในขั้นตอนที่ 1 ในแต่ละซีรีส์

2) BCR 1 ให้ค่าการชะละลายต่ำสุดเมื่อเทียบกับ BCR 2 และ BCR 3 ซึ่งอยู่ในขั้นตอนที่ 1 ในแต่ละซีรีส์

3) ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในขั้น BCR 1

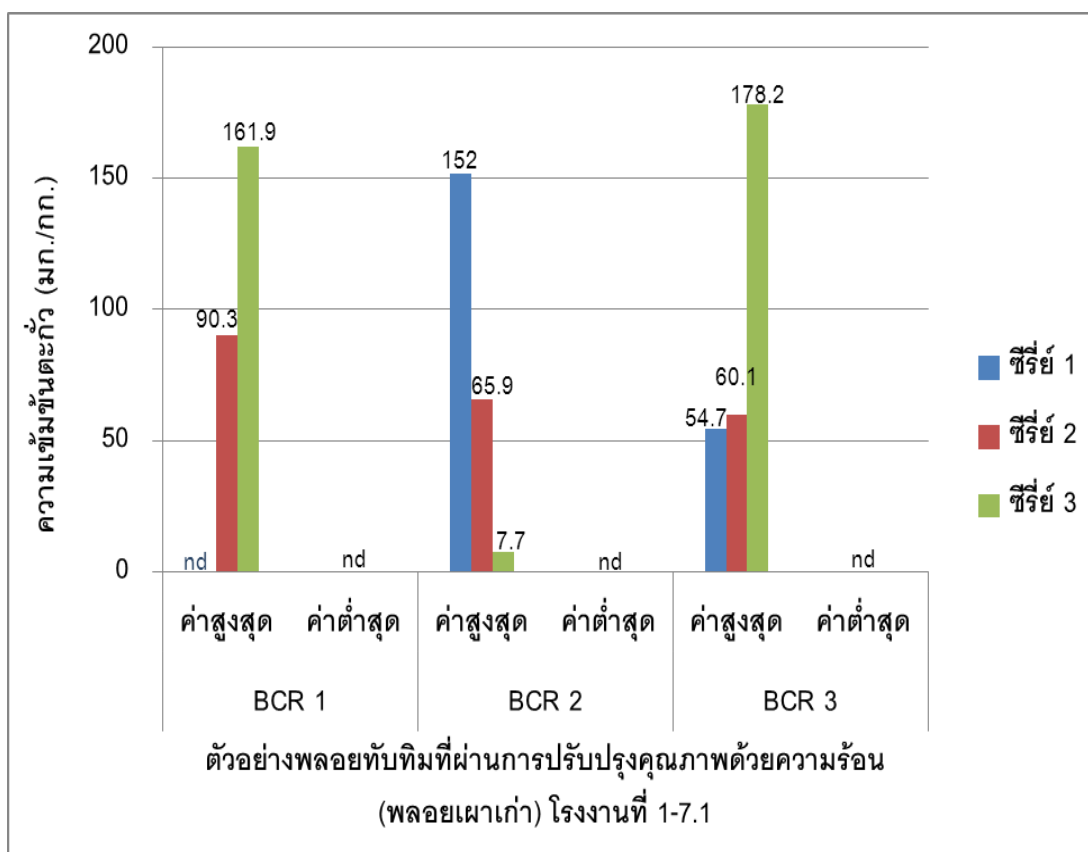
ในซีรีส์ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3) ขั้นที่ 1: BCR 1 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ เมื่อเปรียบเทียบกับซีรีส์ที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1) ขั้นที่ 3: BCR 1 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงขึ้นไปกว่าในซีรีส์ที่ 1 เพราะมีการกระตุ้นจาก ขั้นที่ 1: BCR 2 และ ขั้นที่ 2: BCR 3 และในซีรีส์ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) ขั้นที่ 2: BCR 1 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุดทั้งนี้ เพราะ เพราะมีการกระตุ้นจาก ขั้นที่ 1: BCR 3 ส่วนในซีรีส์ที่ 2 เนื่องจากในซีรีส์ที่ 2 BCR 1 อยู่ในลำดับขั้นตอนที่ 3 ที่ตะกั่วถูกชะละลายออกไปแล้วใน 2 ขั้นตอนแรก

4) ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในขั้น BCR 2

ในซีรีส์ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3) ขั้นที่ 2: BCR 2 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วที่สกัดได้ในขั้นนี้มากที่สุด ในขณะที่ ซีรีส์ที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1) ที่ขั้นที่ 1: BCR 2 มีความเข้มข้นตะกั่วรองจาก ขั้นที่ 2: BCR 2 ในซีรีส์ที่ 1 เพราะในซีรีส์ที่ 2: BCR 2 อยู่ขั้นตอนที่ 1 จึงไม่ได้รับการกระตุ้นในขณะที่ในซีรีส์ที่ 1 ขั้นที่ 2: BCR 2 มีการกระตุ้นจากขั้นที่ 1: BCR 1 ส่วนในซีรีส์ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) ขั้นที่ 3: BCR 2 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ ยกเว้นโรงงานที่ 6 เนื่องจากตะกั่วถูกชะละลายออกไปในขั้นที่ 1: BCR 3 และขั้นที่ 2: BCR 1 แล้ว

5) ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในชั้น BCR 3

ในซีรีส์ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3) ชั้นที่ 3: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วค่อนข้างต่ำเนื่องจากถูกชะละลายออกไปในชั้นที่ 1: BCR 1 และ ชั้นที่ 2: BCR 2 (ภาพที่ 4.1) ส่วนในซีรีส์ที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1) ชั้นที่ 2: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงขึ้นเนื่องจากถูกกระตุ้นจากชั้นที่ 1: BCR 2 และในซีรีส์ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) ชั้นที่ 1: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วมากที่สุดเนื่องจากเป็นชั้นที่กักตร่อนรุนแรง แสดงว่าชั้นตอน BCR 3 ไม่ต้องจำเป็นที่ต้องได้รับการกระตุ้นจาก BCR ใดๆ



ภาพที่ 4.1 แสดงผลของชั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อน

4.1.1.3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในแต่ละซีรียส์ของโรงงานที่ 1

- 7.1 ของพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน

จากการรวมความเข้มข้นของตะกั่วในทุกขั้นตอน BCR three stages ในแต่ละซีรียส์ของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนของโรงงานที่ 1 - 7.1 แสดงใน (ตารางที่ 4. 4) พบว่า

ในซีรียส์ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3) ค่าความเข้มข้นตะกั่วโรงงานที่ 1 - 7.1 เท่ากับ 13.0 - 126.3 มก./ กก., ซีรียส์ที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1) เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 120.5 มก./ กก. และ ซีรียส์ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) เท่ากับ 20.7 - 292.7 มก./ กก. ในซีรียส์ที่ 3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจะละลายมากที่สุด เนื่องจากขั้นที่ 1 : BCR 3 เป็นขั้นตอนแรกที่ใช้ทำการทดสอบ ที่เป็นการจำลองสภาวะ Oxidable ซึ่งเป็นสภาวะ ที่กัดกร่อนรุนแรงที่สุด ทำให้ค่าความเข้มข้นของตะกั่วมีการละลายมากตั้งแต่ขั้นที่ 1: BCR 3 ซึ่งขั้น BCR 3 เป็นขั้นที่ทำให้พลอยเกิดรอยแตกร้าวมากที่สุดเช่นกัน เนื่องจากใช้สารเคมีที่รุนแรงสองชนิด ได้แก่ การละลายด้วย Hydrogen peroxide และการใส่สาร Ammonium acetate ทำให้เมื่อผ่านขั้นนี้ จึงทำให้พื้นที่ผิวสัมผัสของพลอยเพิ่มมากขึ้น มีรอยแตกร้าวเป็นร่องกระจายอยู่ทั่วไป ซึ่งเกิดจากการถูกชะละลายจากกรด ทำให้ในขั้นต่อๆมามีโอกาสในการเกิดชะละลายตะกั่วได้ง่ายมากขึ้น จึงทำให้ค่าความเข้มข้นของตะกั่วรวมมีการละลายมากที่สุดในซีรียส์ที่ 3

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ของโรงงานที่ 1 - 7.1 ในแต่ละซีรีส์

โรงงาน	ตัวอย่าง	ความเข้มข้นตะกั่ว (มก./ กก.)		
		ซีรีส์ที่ 1	ซีรีส์ที่ 2	ซีรีส์ที่ 3
		BCR 1,2 และ 3	BCR 2,3 และ 1	BCR 3,1 และ 2
1	No. 1-1	50.4	48.4	161.9
	No. 1-2	79.1	90.3	233.3
	No. 1-3	50.9	120.5	130.7
2	No. 2-1	68.4	30.5	180.2
	No. 2-2	152.0	70.8	292.7
	No. 2-3	114.7	73.3	163.4
3	No. 3-1	47.0	26.5	124.1
	No. 3-2	31.4	46.8	46.1
	No. 3-3	56.4	76.1	36.6
4	No. 4-1	31.7	24.0	20.7
	No. 4-2	42.0	19.5	90.1
	No. 4-3	57.8	20.7	58.3
5	No. 5-1	47.0	51.4	21.0
	No. 5-2	70.6	48.8	35.2
	No. 5-3	56.7	38.5	39.1
6	No. 6-1	50.9	111.9	66.5
	No. 6-2	13.0	39.2	40.6
	No. 6-3	13.3	57.4	36.2
7.1	No. 7-1	126.3	nd	29.8
	No. 7-2	76.4	nd	43.2
	No. 7-3	98.9	nd	58.3
	ค่าพิสัย	13.0 - 126.3	nd - 120.5	20.7 - 292.7

4.1.1.4 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับลักษณะทางกายภาพโดยรวมของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโรงงานที่ 1 - 7.1

จากลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมพบว่า ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพ ถ้าค่าความเข้มข้นของตะกั่วมากก็จะทำให้พลอยเกิดรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้น จนสังเกตเห็นจากภาพถ่ายได้อย่างชัดเจน แต่ถ้าค่าความเข้มข้นของตะกั่วน้อย จะเกิดรอยแตกร้าวบนผิวหน้าพลอยเพียงเล็กน้อย หรือบางภาพก็ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอยเลย จึงสรุปได้ว่าปริมาณการชะละลายตะกั่วที่ได้มีความสัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงของรูปภาพ

1) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน

การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิม โรงงาน 1 และ 2 แสดงในภาพที่ 4.2 และ 4.3 ส่วนโรงงานที่ 3 - 7.1 แสดงในภาคผนวก ก





































(1) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 1

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะต่างๆ พบว่าพลอยทับทิมจากโรงงานที่ 1 (ภาพที่ 4.2) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรียที่ 1: ชั้นที่ 1: BCR 1 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้จึงไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอย แต่เริ่มมีค่าความเข้มข้นของตะกั่วออกมาในชั้นที่ 2: BCR 2 และออกมามากที่สุด จึงสังเกตได้อย่างชัดเจนว่าเริ่มเกิดรอยแตกร้าว และในชั้นที่ 3: BCR 3 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้จึงไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอย

ซีรีส์ที่ 2: ชั้นที่ 1: BCR 2 และ ชั้นที่ 2: BCR 3 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้จึงไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอย ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 6 มีรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้น ชั้นที่ 3: BCR 1 พบว่ามีค่าความเข้มข้นของตะกั่วออกมา และสังเกตเห็นรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้นได้อย่างชัดเจน

ซีรีส์ที่ 3: ชั้นที่ 1: BCR 3 เริ่มมีค่าความเข้มข้นของตะกั่วออกมา พร้อมทั้งเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจน ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 7 ที่ค่าความเข้มข้นของตะกั่วไม่สามารถวิเคราะห์ได้จึงไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอย และในชั้นที่ 2: BCR 1 พบว่ามีรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้นได้อย่างชัดเจน และในชั้นที่ 3: BCR 2 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้จึงไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอยทับทิม

Factory No 1			
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 1	BCR1	BCR2	BCR3
 Ruby No 1	 nd	 50.4	 nd
 Ruby No 2	 nd	 79.1	 nd
 Ruby No 3	 nd	 50.9	 nd
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 2	BCR2	BCR3	BCR1
 Ruby No 4	 nd	 nd	 48.4
 Ruby No 5	 nd	 nd	 90.3
 Ruby No 6	 nd	 60.1	 60.4
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 3	BCR3	BCR1	BCR2
 Ruby No 7	 nd	 161.9	 nd
 Ruby No 8	 97.1	 136.2	 nd
 Ruby No 9	 71.3	 59.4	 nd

ภาพที่ 4.2 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โรงงานที่ 1 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages





































(2) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 2

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะต่างๆ ของพลอยทับทิมจากโรงงานที่ 2 (ภาพที่ 4.3) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรี่ส์ที่ 1: ชั้นที่ 1: BCR 1 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ จึงไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอย แต่ค่าความเข้มข้นของตะกั่วเริ่มถูกชะละลายออกมาในชั้นที่ 2: BCR 2 และออกมามากที่สุด จากภาพจึงสังเกตเห็นได้ชัดว่าเกิดรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้น และในชั้นที่ 3: BCR 3 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วไม่สามารถวิเคราะห์ได้จึงไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอยทับทิม

ซีรี่ส์ที่ 2: ชั้นที่ 1: BCR 2 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ จึงไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอย ค่าความเข้มข้นของตะกั่วถูกชะละลายมากที่สุดที่ชั้นที่ 2: BCR 3 จึงเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนในชั้นนี้ และในชั้นที่ 3: BCR 1 ยังคงมีรอยร้าวเพิ่มมากขึ้น จากการถูกชะละลายความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิม

ซีรี่ส์ที่ 3: พบการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยตั้งแต่ ชั้นที่ 1: BCR 3 เนื่องจากความเข้มข้นของตะกั่วถูกชะละลายออกมามากจึงทำให้เกิดรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้นจนสังเกตเห็นได้ชัด และในชั้นที่ 2: BCR 1 ยังคงมีรอยร้าวเพิ่มมากขึ้น ส่วนชั้นที่ 3: BCR 2 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้จึงไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอยทับทิม

Before testing Series 1	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR1	BCR2	BCR3
 Ruby No 1	 nd	 68.4	 nd
 Ruby No 2	 nd	 152.0	 nd
 Ruby No 3	 nd	 114.7	 nd
Before testing Series 2	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR2	BCR3	BCR1
 Ruby No 4	 nd	 14.2	 16.3
 Ruby No 5	 nd	 45.0	 25.8
 Ruby No 6	 nd	 44.4	 28.9
Before testing Series 3	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR3	BCR1	BCR2
 Ruby No 7	 95.2	 85.0	 nd
 Ruby No 8	 178.2	 114.5	 nd
 Ruby No 9	 78.0	 85.4	 nd

ภาพที่ 4.3 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โรงงานที่ 2 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages

4.2 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่วด้วยวิธี BCR three stages และการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพภายหลังทำการสกัดในแต่ละขั้นตอน

จากการศึกษาค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนจำนวน 5 โรงงาน พบว่าค่าความเข้มข้นของตะกั่วในโรงงานที่ 8 - 11 มีค่าการชะละลาย ดังนี้

4.2.1 การชะละลายของตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว (พลอยเผาใหม่)

4.2.1.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมในแต่ละซีรี่ส์

(1) ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรี่ส์ที่ 1

ผลการศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธี BCR three stages ในสภาวะที่แตกต่างกัน (ตารางที่ 4.5) พบว่าในซีรี่ส์ที่ 1 ที่เรียงลำดับจาก BCR 1, 2 และ 3 ของโรงงานที่ 8 - 11 พบค่าความเข้มข้นของตะกั่วในชั้นที่ 1: BCR 1 เท่ากับ 130.8 - 1044.8 มก./กก. และพบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุด ในชั้นที่ 2: BCR 2 เท่ากับ 1037.0 - 3914.7 มก./กก. และในชั้นที่ 3: BCR 3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ 25.3 - 3282.0 มก./กก. ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าโรงงานที่ 11 ในซีรี่ส์ที่ 1 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วแตกต่างจากโรงงานอื่นๆ อย่างชัดเจน คือ ชั้นที่ 3: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วออกมาสูงมากกว่าโรงงานอื่นๆ โดยที่โรงงานที่ 8 - 10 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วอยู่ระหว่าง 49.4 มก./กก. แต่โรงงานที่ 11 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ 1464.1 - 3282.0 ซึ่งค่าที่ได้แตกต่างจากโรงงานอื่นๆ อย่างชัดเจน ในกรณีที่เป็นเช่นนี้อาจเกิดจากหลายปัจจัย ได้แก่ 1) ตัวอย่างพลอยทับทิมของโรงงานที่ 11 มีคุณภาพต่ำกว่าโรงงานที่ 8 - 10 มากจึงทำให้มีปริมาณตะกั่วในชั้นที่ 3: BCR 3 มากกว่าโรงงานอื่น 2) ในโรงงานที่ 8 - 10 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ทำการทดสอบในชั้นที่ 3: BCR 3 น้อยกว่าความสามารถที่จะทำให้เกิดการชะละลายได้สูงสุด 3) อาจเกิดความผิดพลาดในขั้นตอนการทดลอง เช่น ทำการละลายสารเคมีและ dilute ไม่ถึงปริมาตรที่กำหนดไว้ จึงทำให้ การทดสอบในชั้นที่ 3: BCR 3 เกิดการชะละลายสูงกว่าโรงงานอื่นๆ

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรี่ส์ที่ 1

โรงงาน	ตัวอย่าง	ความเข้มข้นตะกั่ว (มก./กก.)		
		BCR1	BCR2	BCR3
8	No.8-1	623.9	2627.3	49.4
	No.8-2	836.7	3165.0	41.8
	No.8-3	687.9	1084.0	43.4
9	No.9-1	1044.8	3229.0	48.2
	No.9-2	505.1	1447.9	35.4
	No.9-3	517.1	2034.2	41.7
10	No.10-1	601.6	2658.3	46.5
	No.10-2	152.1	2246.8	25.3
	No.10-3	275.3	1037.0	30.6
11	No.11-1	384.0	2519.3	2827.8
	No.11-2	130.8	1438.3	1464.1
	No.11-3	330.0	3914.7	3282.0
	ค่าพิสัย	130.8 - 1044.8	1037.0 - 3914.7	25.3 - 3282.0

(2) ความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรี่ส์ที่ 2

ผลการศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธี BCR three stages ในสถานะที่แตกต่างกัน (ตารางที่ 4.6) พบว่าในซีรี่ส์ที่ 2 ที่เรียงลำดับจาก BCR 2, 3 และ 1 ของโรงงานที่ 8 - 11 พบค่าความเข้มข้นของตะกั่วในชั้นที่ 1: BCR 2 เท่ากับ 112.7 - 1705.3 มก./กก. และพบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุด ในชั้นที่ 2: BCR 3 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 2724.8 มก./กก. ในชั้นที่ 3: BCR 1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ 38.1 - 338.5 มก./กก.

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพ ด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรี่ส์ที่ 2

โรงงาน	ตัวอย่าง	ความเข้มข้นตะกั่ว (มก./กก.)		
		BCR2	BCR3	BCR1
8	No.8-4	371.0	109.5	103.4
	No.8-5	271.6	141.0	76.7
	No.8-6	336.7	115.9	53.1
9	No.9-4	241.5	100.8	72.6
	No.9-5	294.4	105.3	75.3
	No.9-6	207.6	99.3	86.8
10	No.10-4	112.7	90.6	38.1
	No.10-5	145.1	91.1	88.8
	No.10-6	152.3	nd	55.3
11	No.11-4	1705.3	2724.8	338.5
	No.11-5	988.2	1734.9	228.0
	No.11-6	1194.1	1932.4	140.9
	ค่าพิสัย	112.7 - 1705.3	nd - 2724.8	38.1 - 338.5

(3) ความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรี่ส์ที่ 3

ผลการศึกษาค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธี BCR three stages ในสถานะที่แตกต่างกัน (ตารางที่ 4.7) พบว่าในซีรี่ส์ที่ 3 ที่เรียงลำดับจาก BCR 3, 1 และ 2 ของโรงงานที่ 8 - 11 พบค่าความเข้มข้นของตะกั่วในชั้นที่ 1: BCR 3 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 90.0 มก./กก. และพบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุด ในชั้นที่ 2: BCR 1 เท่ากับ 31.1 - 379.3 มก./กก. และในชั้นที่ 3: BCR 2 ค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ 84.2 - 4656.2 มก./กก.

ตารางที่ 4.7 แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายพลอยทับทิมที่มีการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR three stages ซีรี่ที่ 3

โรงงาน	ตัวอย่าง	ความเข้มข้นตะกั่ว (มก./กก.)		
		BCR3	BCR1	BCR2
8	No.8-7	nd	211.9	341.2
	No.8-8	90.0	104.7	155.1
	No.8-9	32.4	54.1	84.2
9	No. 9-7	nd	66.5	203.8
	No. 9-8	nd	34.4	65.4
	No. 9-9	nd	36.5	85.7
10	No. 10-7	10.1	31.1	102.4
	No. 10-8	31.2	93.2	567.3
	No. 10-9	11.3	43.4	88.8
11	No. 11-7	nd	243.2	2637.2
	No. 11-8	nd	370.9	4599.2
	No. 11-9	10.6	379.3	4656.2
	ค่าพิสัย	nd - 90.0	31.1 - 379.3	84.2 - 4656.2

4.2.1.2 ผลของขั้นตอน BCR ต่อการชะละลายความเข้มข้นตะกั่วของพลอยที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (ภาพที่ 4.4)

1) ค่าความเข้มข้นตะกั่วในชั้น BCR 1

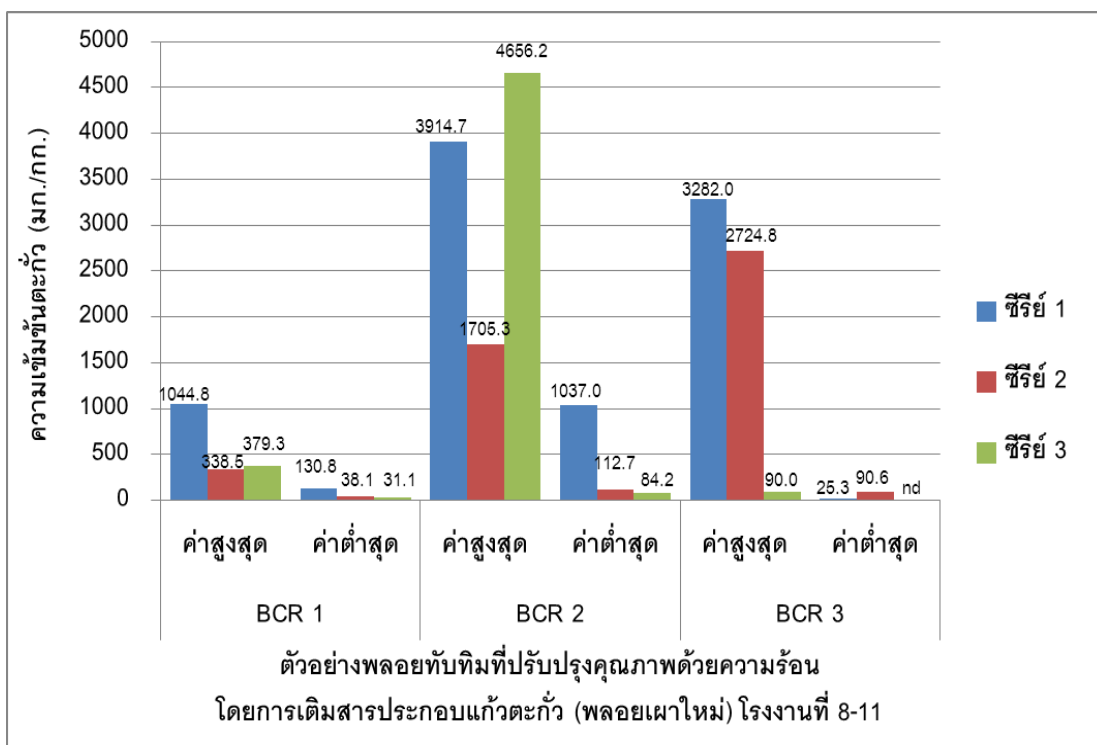
ในซีรี่ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3) ชั้นที่ 1: BCR 1 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วที่สามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด ยกเว้นโรงงานที่ 11 เมื่อเปรียบเทียบกับซีรี่ที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1) ชั้นที่ 3: BCR 1 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วลดลงกว่าในซีรี่ที่ 1 เพราะ ชั้นที่ 3: BCR 1 ในซีรี่นี้เป็นขั้นสุดท้ายที่ถูกชะละลายทำให้มีค่าความเข้มข้นตะกั่วต่ำกว่า เนื่องจาก ชั้นที่ 1 BCR 2 และชั้นที่ 2 BCR 3 ชะละลายความเข้มข้นของตะกั่วไปก่อนแล้ว และในซีรี่ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) ชั้นที่ 2: BCR 1 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วที่น้อยที่สุดทั้งนี้เพราะ ชั้นที่ 1 BCR 3 ชะละลายความเข้มข้นของตะกั่วออก ยกเว้นโรงงานที่ 11

2) ค่าความเข้มข้นตะกั่วในชั้น BCR 2

ในซีรีย์ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3) ชั้นที่ 2: BCR 2 ค่าความเข้มข้นตะกั่วที่สกัดได้ในชั้นนี้มีค่ามากที่สุด ในขณะที่ ซีรีย์ที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1) ที่ชั้นที่ 1: BCR 2 มีความเข้มข้นตะกั่วต่ำกว่า เพราะในซีรีย์นี้ BCR 2 อยู่ชั้นตอนที่ 1 จึงไม่ได้รับการกระตุ้น ในขณะที่ในซีรีย์ที่ 1 ชั้นที่ 2: BCR 2 มีการกระตุ้นจากชั้นที่ 1: BCR 1 ส่วนในซีรีย์ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) ชั้นที่ 3: BCR 2 มีความเข้มข้นตะกั่วต่ำที่สุด เนื่องจากตะกั่วถูกชะละลายออกไปในชั้นที่ 1: BCR 3 และชั้นที่ 2: BCR 1 แล้ว ยกเว้นโรงงานที่ 4 ในซีรีย์ที่ 4 (BCR 2, 1 และ 3) มีค่าความเข้มข้นตะกั่วออกมาต่ำเมื่อเทียบกับซีรีย์ที่ 1 และมีค่าใกล้เคียงกับซีรีย์ที่ 2 มากที่สุดเนื่องจาก มีชั้น BCR 2 เป็นชั้นแรกที่กระตุ้นให้ตะกั่วถูกชะละลาย

3) ค่าความเข้มข้นตะกั่วในชั้น BCR 3

ในซีรีย์ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3) ชั้นที่ 3: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วต่ำค่อนข้างต่ำเนื่องจากถูกชะละลายออกไปในชั้นที่ 1: BCR 1 และ ชั้นที่ 2: BCR 2 ส่วนในซีรีย์ที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1) ชั้นที่ 2: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงขึ้นเพียงเล็กน้อยเนื่องจากถูกกระตุ้นจากชั้นที่ 1: BCR 2 ยกเว้นโรงงานที่ 4 และในซีรีย์ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) ชั้นที่ 1: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นตะกั่วต่ำที่สุด เนื่องจาก ชั้นที่ 1: BCR 3 เป็นชั้นแรกที่ยังไม่ถูกการกระตุ้นจากชั้นใดมาก่อน



ภาพที่ 4.4 ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิม ที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่)

4.2.1.3 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วทั้งหมดในแต่ละซีรียของโรงงานที่ 8-11 ของพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

จากการรวมความเข้มข้นของตะกั่วในทุกขั้นตอน BCR three stages ในแต่ละซีรียของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วของโรงงานที่ 8 - 11 แสดงใน (ตารางที่ 4.8) พบว่า ในซีรียที่ 1 เรียงลำดับจาก BCR 1, 2 และ 3 เป็นวิธีที่ให้ค่าความเข้มข้นของตะกั่วรวมมากที่สุด เท่ากับ 1342.9 - 7526.7 มก./กก. ในซีรียที่ 2 เรียงลำดับจาก BCR 2,3 และ 1 เท่ากับ 207.6 - 4768.6 มก./กก. ในซีรียที่ 3 เรียงลำดับจาก BCR 3,1 และ 2 เท่ากับ 99.8 - 5046.1 มก./กก. ในซีรียที่ 1 เรียงลำดับจาก BCR 1, 2 และ 3 เป็นวิธีที่ให้ค่าความเข้มข้นของตะกั่วรวมมากที่สุดเนื่องจากขั้นตอนที่ใช้ทำการทดสอบเรียงลำดับจาก BCR 1, 2 และ 3 ทำให้พลอยทับทิมค่อยๆถูกชะละลายขึ้นเรื่อยๆตามสภาวะที่รุนแรงมากขึ้น จึงทำให้พลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยสารประกอบแก้วตะกั่วถูกชะละลายมากที่สุด ในซีรียที่ 1

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ของโรงงานที่ 8 - 11 ในแต่ละซีรีส์

โรงงาน	ตัวอย่าง	ความเข้มข้นตะกั่ว (มก./กก.)		
		ซีรีส์ที่ 1	ซีรีส์ที่ 2	ซีรีส์ที่ 3
		BCR 1,2 และ 3	BCR 2,3 และ 1	BCR 3,1 และ 2
8	No. 8-1	3300.6	583.9	553.1
	No. 8-2	4043.5	489.3	349.8
	No. 8-3	1815.3	505.7	170.7
9	No. 9-1	4322.0	414.9	270.3
	No. 9-2	1988.4	475.0	99.8
	No. 9-3	2593.0	393.7	122.2
10	No. 10-1	3306.4	241.4	143.6
	No. 10-2	2424.2	325.0	691.7
	No. 10-3	1342.9	207.6	143.5
11	No. 11-1	5731.1	4768.6	2880.4
	No. 11-2	3033.2	2951.1	4970.1
	No. 11-3	7526.7	3267.4	5046.1
	ค่าพิสัย	1342.9 - 7526.7	207.6 - 4768.6	99.8 - 5046.1

4.2.1.4 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับลักษณะทางกายภาพโดยรวมของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วโรงงานที่ 8 - 11

จากลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมพบว่า ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพ ถ้าค่าความเข้มข้นของตะกั่วมากก็จะทำให้พลอยเกิดรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้น จนสังเกตเห็นจากภาพถ่ายได้อย่างชัดเจน แต่ถ้าค่าความเข้มข้นของตะกั่วน้อย จะเกิดรอยแตกร้าวบนผิวหน้าพลอยเพียงเล็กน้อย หรือบางภาพก็ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ เกิดขึ้นกับพลอยเลย จึงสรุปได้ว่าปริมาณการชะละลายตะกั่วที่ได้มีความสัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงของรูปภาพ

4.2.1.5 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมของ โรงงาน 8 และ 11 แสดงในภาพที่ 4.5 - 4.6 ส่วนโรงงานที่ 9 -10 แสดงในภาคผนวก ก














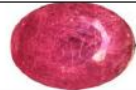






















(1) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 8

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสถานะต่างๆ พลอยทับทิมจากโรงงานที่ 8 (ภาพที่ 4.5) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรี่ที่ 1: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ในชั้นที่ 1: BCR 1 คือเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนตั้งแต่ชั้นแรก และยิ่งชัดเจนมากขึ้นในชั้นที่ 2: BCR 2 เนื่องจากค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด และในชั้นที่ 3: BCR 3 เกิดรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้นจากการถูกชะละลายความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิม

ซีรี่ที่ 2: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ชั้นที่ 1: BCR 2 และสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุดจึงสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้ตั้งแต่ชั้นแรก และในชั้นที่ 2: BCR 3 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ จึงมีรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้น และในชั้นที่ 3: BCR 1 เกิดรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้นจากการถูกชะละลายความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิม

ซีรี่ที่ 3: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ชั้นที่ 1: BCR 3 จึงสังเกตเห็นอย่างชัดเจนว่าเริ่มเกิดรอยแตกร้าวตั้งแต่ชั้นแรก ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 7 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆขึ้นกับพลอย เนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ และเพิ่มขึ้นในชั้นที่ 2: BCR 1 มีค่าความเข้มข้นของตะกั่วถูกชะละลายสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด จึงสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจน และในชั้นที่ 3: BCR 2 เกิดรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้นจากการถูกชะละลายความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิม

Factory No 8			
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 1	BCR1	BCR2	BCR3
 Ruby No 1	 623.9	 2627.3	 49.4
 Ruby No 2	 836.7	 3165.0	 41.8
 Ruby No 3	 687.9	 41.8	 43.4
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 2	BCR2	BCR3	BCR1
 Ruby No 4	 371.0	 109.5	 103.4
 Ruby No 5	 271.6	 141.0	 76.7
 Ruby No 6	 336.7	 115.9	 53.1
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 3	BCR3	BCR1	BCR2
 Ruby No 7	 nd	 211.9	 341.2
 Ruby No 8	 90.0	 104.7	 155.1
 Ruby No 9	 32.4	 54.1	 84.2

ภาพที่ 4.5 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว โรงงานที่ 8 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages





































(2) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 11

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะต่างๆ พลอยทับทิมจากโรงงานที่ 11 (ภาพที่ 4.6) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรี่ส์ที่ 1: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ในชั้นที่ 1: BCR1 ซึ่งสังเกตเห็นรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น และในชั้นที่ 2: BCR 2 เนื่องจากมีค่าความเข้มข้นตะกั่วถูกชะละลายสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด และในชั้นที่ 3: BCR 3 ก็มีรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น จนสังเกตเห็นได้อย่างชัดเจน

ซีรี่ส์ที่ 2: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ในชั้นที่ 1: BCR 2 ซึ่งสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนตั้งแต่ชั้นแรก และในชั้นที่ 2: BCR 3 ยิ่งเห็นรอยแตกร้าวชัดเจนมากขึ้นเนื่องจากมีค่าความเข้มข้นตะกั่วถูกชะละลายสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด และชั้นที่ 3: BCR 1 ก็มีรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น

ซีรี่ส์ที่ 3: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วชั้นที่ 1: BCR 3 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆ ขึ้นกับพลอย เนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 9 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้จึงสังเกตเห็นรอยเพียงเล็กน้อย ในชั้นที่ 2: BCR1 เริ่มมีค่าความเข้มข้นตะกั่วที่สามารถวิเคราะห์ได้ จึงสังเกตเห็นรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น และในชั้นที่ 3: BCR 2 เห็นรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้นได้อย่างชัดเจน เนื่องจากมีค่าความเข้มข้นตะกั่วที่สามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด

Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 1	BCR1	BCR2	BCR3
			
Ruby No 1	384	2519.3	2827.8
			
Ruby No 2	130.8	1438.3	1464.1
			
Ruby No 3	330	3914.7	3282
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 2	BCR2	BCR3	BCR1
			
Ruby No 4	1705.3	2724.8	338.5
			
Ruby No 5	988.2	1734.9	228
			
Ruby No 6	1194.1	1932.4	140.9
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 3	BCR3	BCR1	BCR2
			
Ruby No 7	nd	243.2	2637.2
			
Ruby No 8	nd	370.9	4599.2
			

ภาพที่ 4.6 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว โรงงานที่ 11 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages

4.2.2 เปรียบเทียบค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนและพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

1.) จากผลการทดลองพบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนหรือพลอยเผาเก่า ซึ่งพลอยเผาเก่า หมายถึง พลอยทับทิมที่ผ่านการกระบวนการเผาด้วยความร้อนโดยไม่ใส่สารเคมีใดๆ รวมถึง พลอยทับทิมที่ผ่านการกระบวนการเผาโดยมีการใส่สารบอแรกซ์และซิลิกา ร่วมกับการเผา ซึ่งจากผลการทดลองพบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลองของ (Juncomma et al., 2012) ที่พบว่าพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนนั้น มีค่าความเข้มข้นตะกั่วประมาณ 1 - 7% ซึ่งโดยทั่วไปแล้วตะกั่วไม่ควรจะตรวจพบในพลอยทับทิม เนื่องจากตะกั่วไม่ได้เป็นธาตุองค์ประกอบตามธรรมชาติที่ควรจะมีพบได้ในพลอยทับทิม แต่จากการทดลองตรวจพบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิม เนื่องจากตะกั่วมาพร้อมกับซิลิกา (SiO_2) ที่เป็นองค์ประกอบหลักของแก้วโดยทั่วไป (เทพีวรรณ จิตรวัชรโกมล, 2548) พบว่าแก้วมีองค์ประกอบหลักคือ ซิลิกา (SiO_2) ซึ่งเป็นสารที่สำคัญที่สุดในการทำแก้วทุกชนิด ซึ่งได้มาจากทรายหรือแร่ควออร์ต มีจุดหลอมเหลวสูงถึง $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ในกระบวนการหลอมเหลวแก้วจึงต้องมีตัวช่วยลดอุณหภูมิการหลอมเหลวลง เรียกว่า ฟลักซ์ (flux) ซึ่งสามารถลดอุณหภูมิลงเหลือ $1200\text{-}1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ซึ่งตะกั่วก็เป็นฟลักซ์ที่สำคัญ และเป็นฟลักซ์ที่แรงที่สุด ช่วยลดการตกลึกระหว่างปล่อยให้แก้วเย็นตัว ตะกั่วจะเข้ามาในพลอยทับทิมพร้อมกับซิลิกาที่เป็นองค์ประกอบหลักของแก้วที่ใช้เผาพลอย ซึ่งเกิดขึ้นได้ในกรณีที่พลอยเผาเก่า เป็นการเผาแบบใส่สารบอแรกซ์และซิลิกา ซึ่งเป็นสารเคมีที่สามารถใส่ร่วมกับการเผาพลอย ที่วงการด้านอุตสาหกรรมอัญมณียอมรับว่าเป็นการเผาเก่ารูปแบบหนึ่ง และ อีกสาเหตุหนึ่งที่อาจเป็นไปได้ในการตรวจพบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยเผาทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน คือการใช้เตาเผาพลอยร่วมกันกับพลอยทับทิมที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว จึงอาจทำให้มีสารประกอบแก้วตะกั่วตกค้างอยู่ในเตาเผาพลอยก็เป็นได้ จากการทดลองของ (สุรีย์พร ชื่นจิตต์, 2553) พบว่าตะกั่วสามารถกระจายตัวจากเตาเผาได้เฉพาะในช่วงการเปิดประตูเตาเผาเท่านั้น เพราะฉะนั้นตะกั่วอาจสะสมอยู่ในเตาเผาพลอยได้

2.) พลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) พบว่าลำดับชั้น BCR มีผลต่อการชะละลายตะกั่วในเนื้อพลอย นั่นคือ BCR ในขั้นตอนแรกมีผลในการกระตุ้นให้ BCR ในลำดับถัดมา มีการชะละลายได้ดีขึ้น เฉพาะใน BCR 1 และ 2 เท่านั้น

3.) ส่วนพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบ แก้วตะกั่ว ค่าความเข้มข้นของตะกั่วถูกชะละลายสูงกว่าพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน เนื่องจากเผาโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

4.3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อน โดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วด้วยวิธี (EN71-3, 1995)

วิธี EN71-3 เป็นวิธีศึกษาความเข้มข้นของตะกั่วในของเล่นเด็กซึ่งเป็นวิธีมาตรฐานของ สหภาพยุโรป (European Standard) จากการศึกษาพบว่า ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอย ทับทิมจากโรงงานที่ 7, 8 และ 10 มีค่าเท่ากับ 134.9 - 1397.6 มก./กก. (ตารางที่ 4.9) พบค่าความ เข้มข้นตะกั่วที่ถูกชะละลายจากพลอยทับทิมเกินค่ามาตรฐาน ที่กำหนดให้มีการชะละลายของ ตะกั่วสูงสุดในของเล่นเด็กไม่เกิน 90 มก./กก. (<http://www.thairohs.org>) ถึงแม้ว่าค่าความ เข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ทดสอบได้จากวิธีนี้เกินค่ามาตรฐาน แต่เนื่องจากวิธี EN71-3 เป็นวิธีที่หาปริมาณตะกั่วในของเล่นเด็ก ซึ่งเด็กมีพฤติกรรมการเล่นของเล่นที่นำเข้าปากวิธีนี้ จึงใช้ กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ซึ่งเป็นกรดในน้ำย่อยที่อยู่กระเพาะอาหารของมนุษย์มาทำการ เพราะฉะนั้นวิธี EN71-3 จึงไม่เหมาะสม กับการประยุกต์ใช้ในทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วใน เครื่องประดับ

ตารางที่ 4.9 แสดงค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วด้วยวิธี EN71-3

โรงงาน	ตัวอย่าง	ปริมาณการชะละลายตะกั่ว (มก./กก.)
7 (เผาใหม่)	No 7-10	799.4
	No 7-11	323.4
	No 7-12	134.9
8 (เผาใหม่)	No 8-10	1198.3
	No 8-11	1397.6
	No 8-12	773.1
10 (เผาใหม่)	No 10-10	812.0
	No 10-11	763.8
	No 10-12	1283.7
	ค่าพิสัย	134.9 - 1397.6
มาตรฐานตะกั่วในของเล่นเด็ก		90

หมายเหตุ: พลอยทับทิมโรงงานที่ 7 ที่นำมาทดสอบด้วยวิธี EN71-3 เป็นพลอยทับทิมเผาใหม่จึงไม่สามารถนำมาเปรียบเทียบกับพลอยทับทิมโรงงานที่ 7 ที่ทดสอบด้วยวิธี BCR three stages ซึ่งเป็นพลอยทับทิมแบบเผาเก่าได้

4.4 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วด้วยวิธีประยุกต์การทดสอบปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (modified CPSC- CH-E1001-8.1, 2010)

จากการศึกษาพบว่า ค่าความเข้มข้นของตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมจากโรงงานที่ 7, 8 และ 10 มีค่าเท่ากับ 1353.4 - 8668.2 มก./กก. (ตารางที่ 4.10) พบค่าความเข้มข้นตะกั่วเกินค่ามาตรฐานผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็กที่กำหนดไว้ไม่เกิน 90 มก./กก. จากผลการทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมด้วยวิธี modified CPSC พบว่าทุกโรงงานมีค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงมาก เนื่องจากสารเคมีที่ใช้ในการทดสอบเป็นสารเคมีที่มีความเข้มข้นสูง ไม่มีการเจือจาง ได้แก่ กรดไนตริกและกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น และวิธีนี้เป็นารทดสอบปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก ทำให้ถูกกำหนดมาตรฐานความ

ปลอดภัยไว้สูงมาก จึงไม่เหมาะสมกับการประยุกต์ใช้ในทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วในเครื่องประดับ

ตารางที่ 4.10 แสดงค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วด้วยวิธี (modified CPSC- CH-E1001-8.1, 2010)

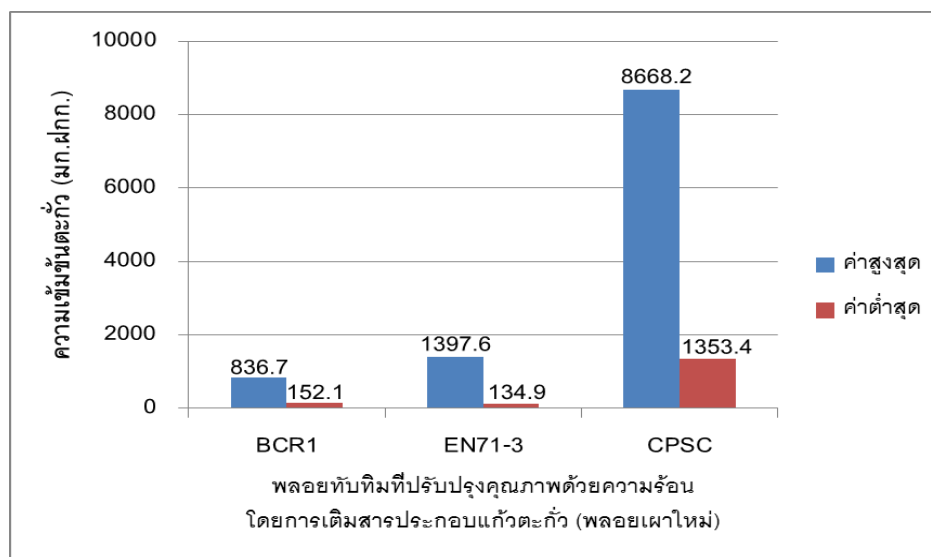
โรงงาน	ตัวอย่าง	ปริมาณการชะละลายตะกั่ว (มก./กก.)
7 (เผาใหม่)	No 7-13	4666.7
	No 7-14	3737.1
	No 7-15	3927.2
8(เผาใหม่)	No 8-13	6759.3
	No 8-14	3223.4
	No 8-15	8306.1
10(เผาใหม่)	No 10-13	8668.2
	No 10-14	1353.4
	No 10-15	1858.7
	ค่าพิสัย	1353.4 - 8668.2
มาตรฐานตะกั่วในผลิตภัณฑ์รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก		90

หมายเหตุ: พลอยทับทิมโรงงานที่ 7 ที่นำมาทดสอบด้วยวิธี modified CPSC เป็นพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วจึงไม่สามารถนำมาเปรียบเทียบกับพลอยทับทิมโรงงานที่ 7 ที่ทดสอบด้วยวิธี BCR three stages ซึ่งเป็นพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน

4.5 การเปรียบเทียบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR Three Stage (BCR1), (EN71-3, 1995) และ (modified CPSC- CH-E1001-8.1, 2010)

จากผลการทดลองแสดงตามภาพที่ 4.7 พบว่า พลอยทับทิมโรงงานที่ 8 และ 10 ให้ค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงสุดในวิธี modified CPSC เนื่องจากสารเคมีที่ใช้ทำการทดลองที่มีความเข้มข้นสูง ได้แก่ กรดไนตริกและกรดไฮโดรคลอริก ($3\text{HCl} + \text{HNO}_3$) ซึ่งเมื่อสารเคมี 2 ชนิดรวมกัน

จะได้กรดกัดทอง (aqua regia) ที่มีฤทธิ์กัดกร่อนสูงมาก จึงทำให้วิธี CPSC มีค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงกว่าวิธี BCR three stages (BCR1) และ วิธี EN71-3 เพราะฉะนั้นวิธี modified CPSC จึงไม่เหมาะสมที่จะนำมาทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วที่ถูกชะละลายจากพลอยทับทิม เพราะทำให้ค่าความเข้มข้นตะกั่วถูกชะละลายออกมาในปริมาณมาก ส่วนวิธี EN71-3 ซึ่งเป็นวิธีที่หาปริมาณตะกั่วในของเล่นเด็กที่มีพฤติกรรมการนำของเล่นเข้าปาก จึงใช้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ซึ่งเป็นกรดในน้ำย่อยที่อยู่กระเพาะอาหารของมนุษย์สำหรับการทดสอบ ซึ่งโดยปกติพลอยทับทิมถูกใช้เป็นเครื่องประดับในชีวิตประจำวันจึงไม่มีโอกาสที่พบสถานะการฉีกนี้ได้ เพราะฉะนั้นวิธี EN71-3 จึงไม่เหมาะสมกับการประยุกต์ใช้ในการทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วในเครื่องประดับ แต่ที่เหมาะสมและใกล้เคียงที่สุดและสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการทดสอบคือ วิธี BCR three stages (BCR1) เนื่องจาก BCR1 เป็นการจำลองสภาวะกรดอ่อน ซึ่งเป็นสภาวะทั่วไปที่สามารถพบได้มากที่สุดในชีวิตประจำวัน แต่จากวิธีการทดสอบใช้สารเคมีเป็นตัวเร่งและร่นระยะเวลาให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น ซึ่งในความเป็นจริงเราสัมผัสกับสภาวะกรดอ่อนแค่เพียงผิวเผิน เพราะฉะนั้นในอนาคตต้องหาค่ามาตรฐานที่เหมาะสมเพื่อรองรับกับการทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิม เพื่อความปลอดภัยต่อผู้สวมใส่พลอยเป็นเครื่องประดับต่อไป



ภาพที่ 4.7 เปรียบเทียบค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่วโรงงานที่ 8 และ 10 ด้วยวิธี BCR Three Stages (BCR1), EN71-3 และ modified CPSC

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

5.1.1 พลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า) ด้วยวิธี BCR three stages

5.1.1.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน

จากการศึกษาความเข้มข้นของตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนด้วยวิธี BCR three stages พบว่า

(1) ความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรียที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3)

ในซีรียที่ 1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วในชั้นที่ 1: BCR 1 ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ และพบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุด ในชั้นที่ 2: BCR 2 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 152.0 มก./กก. และในชั้นที่ 3: BCR 3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 54.7 มก./กก.

(2) ความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรียที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1)

ในซีรียที่ 2 ค่าความเข้มข้นตะกั่วชั้นที่ 1: BCR 2 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 65.9 มก./กก., ชั้นที่ 2: BCR 3 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 60.1 มก./กก. และ ชั้นที่ 3: BCR 1 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 90.3 มก./กก.

(3) ความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรียที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2)

ในซีรียที่ 3 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วใน ชั้นที่ 1: BCR 3 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ -178.2 มก./กก., ชั้นที่ 2: BCR 1 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 161.9 มก./กก. และ ชั้นที่ 3: BCR 2 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 7.7 มก./กก.

5.1.1.2 ผลของซีรียต่อค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน

พลอยทับทิมโรงงานที่ 1 - 7.1 ในซีรียที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) BCR 3 ให้ค่าความเข้มข้นตะกั่วมากที่สุด เท่ากับ 178.2 มก./กก. เนื่องจากชั้นที่ 1: BCR 3 เป็นสภาวะที่กัด

ก่อนรุนแรงที่สุด ทำให้ค่าความเข้มข้นของตะกั่วออกมาตั้งแต่ขั้นที่ 1: BCR 3 ซึ่งขั้น BCR 3 เป็นขั้นที่ทำให้พลอยเกิดรอยแตกร้าวมากที่สุด เมื่อผ่านขั้นนี้ จึงทำให้พื้นที่ผิวสัมผัสของพลอยเพิ่มมากขึ้น ทำให้ในขั้นต่อไปๆ มามีโอกาสในการเกิดชะละลายตะกั่วได้ง่ายมากขึ้น จึงทำให้ค่าความเข้มข้นของตะกั่วรวมออกมามากที่สุด ในซีรีส์ที่ 3

5.1.1.3 ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน

พลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนนั้น ขั้น BCR 3 ให้ค่าความเข้มข้นตะกั่วมากที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับ BCR 1 และ BCR 2 ซึ่งอยู่ในขั้นตอนที่ 1 ของแต่ละซีรีส์ นอกจากนี้ยังพบว่าลำดับขั้น BCR three stages มีผลต่อค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในเนื้อพลอยนั้นคือ BCR three stages ในขั้นตอนแรกมีผลในการกระตุ้นให้ BCR ในลำดับถัดมาเกิดการชะละลายได้ดีขึ้น เฉพาะใน BCR 1 และ 2 เท่านั้น ขณะที่ BCR 3 นั้นจะให้ค่าได้สูงสุดได้โดยไม่จำเป็นต้องมีการกระตุ้น

5.1.1.4 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน

การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโดยรวมพบว่า พลอยทับทิมมีรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน ตามค่าความเข้มข้นของตะกั่วที่ถูกชะละลาย ในสภาวะต่างๆ และแทบจะไม่พบการเปลี่ยนแปลงใดๆ ในพลอยทับทิมที่มีค่าความเข้มข้นของตะกั่ว น้อยหรือพลอยทับทิมที่ไม่มีค่าความเข้มข้นของตะกั่วเลย

5.1.2 พลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี BCR three stages

5.1.2.1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

จากการศึกษาความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเผาพร้อมกับสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธี BCR three stages พบว่า

(1) ความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรีส์ที่ 1 (BCR 1, 2 และ 3)

ในซีรีส์ที่ 1 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในขั้นที่ 1: BCR 1 เท่ากับ 130.8 -1044.8 มก./กก. และพบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุด ในขั้นที่ 2: BCR 2 เท่ากับ 1037.0

- 3914.7 มก./กก. และในชั้นที่ 3: BCR 3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ 25.3 - 3282.0 มก./กก.

(2) ความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรี่ส์ที่ 2 (BCR 2, 3 และ 1)

ในซีรี่ส์ที่ 2 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในชั้นที่ 1: BCR 2 เท่ากับ 112.7 - 1705.3 มก./กก. และพบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุด ในชั้นที่ 2: BCR 3 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 2724.8 มก./กก. ในชั้นที่ 3: BCR 1 ค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ 38.1 - 338.5 มก./กก.

(3) ความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมซีรี่ส์ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2)

ในซีรี่ส์ที่ 3 พบค่าความเข้มข้นของตะกั่วในชั้นที่ 1: BCR 3 เท่ากับ ต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ - 90.0 มก./กก. ในชั้นที่ 2: BCR 1 เท่ากับ 31.1 - 379.3 มก./กก. และพบค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงที่สุด ในชั้นที่ 3: BCR 2 ค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ 84.2 - 4656.2 มก./กก.

5.1.2.2 ผลของซีรี่ส์ต่อค่าความเข้มข้นตะกั่วพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

พลอยทับทิมของโรงงานที่ 8 - 11 ในซีรี่ส์ที่ 3 (BCR 3, 1 และ 2) BCR 2 ซึ่งเป็นขั้นตอนสุดท้ายที่ใช้ทดสอบให้ค่าความเข้มข้นตะกั่วมากที่สุด เท่ากับ 4656.2 มก./กก. เนื่องจากพลอยทับทิมถูกชะละลายตั้งแต่ขั้นแรกที่ทำกรทดสอบ BCR 3 ซึ่งเป็นสภาวะที่กัดกร่อนรุนแรงที่สุด ทำให้ขั้นตอนต่อมาจนถึง ชั้น BCR 2 ซึ่งเป็นขั้นตอนสุดท้าย จึงทำให้พลอยทับทิมถูกชะละลายสูงที่สุด

5.1.2.3 ผลของขั้นตอน BCR three stages ต่อการชะละลายความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

พลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว นั้น ชั้น BCR 2 ให้ค่าความเข้มข้นตะกั่วมากที่สุดเนื่องจากแก้วตะกั่วอยู่ในรูปตะกั่วออกไซด์ (PbO) จึงทำให้เมื่อผ่านสภาวะ reducible จึงให้ค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงกว่า BCR 1 และ BCR 3 ในทุกๆ ซีรี่ส์ และพบว่าการกระตุ้น BCR 2 ด้วย BCR 1 และ 3 ในซีรี่ส์ที่ 3 และ 2 มีในผลในการเพื่อประสิทธิภาพในการชะละลายให้มากขึ้น กว่ากรที่จะไม่ได้รับการกระตุ้นเลยในขั้นตอนที่ 1 ในซีรี่ส์ 2

5.1.2.4 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโดยรวมพบว่า พลอยทับทิมมีรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน ตามค่าความเข้มข้นของตะกั่วที่ถูกชะละลายในสภาวะต่างๆ และแทบจะไม่พบการเปลี่ยนแปลงใดๆ ในพลอยทับทิมที่มีค่าความเข้มข้นของตะกั่ว น้อยหรือพลอยทับทิมที่ไม่มีค่าการชะละลายของตะกั่วเลย

5.1.3 ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธี (EN71-3, 1995)

จากการศึกษา ความเข้มข้นของตะกั่วจากพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเผาพร้อมกับสารประกอบตะกั่ว ด้วยวิธี EN71-3 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมจากโรงงานที่ 7, 8 และ 10 มีค่าเท่ากับ 134.9- 1397.6 มก./กก. ซึ่งค่าความเข้มข้นที่ได้เกินกว่าค่ามาตรฐานตะกั่วในของเล่นเด็ก EN71-3 ที่กำหนดค่าตะกั่วไว้ไม่เกิน 90 มก./กก.

5.1.5 ค่าความเข้มข้นตะกั่วทั้งหมดในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว (พลอยเผาใหม่) ด้วยวิธีประยุกต์การทดสอบปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็กรวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก (modified CPSC- CH-E1001-8.1, 2010)

จากการศึกษาพบว่า ความเข้มข้นของตะกั่วในพลอยทับทิมจากโรงงานที่ 7, 8 และ 10 มีค่าเท่ากับ 1353.4 - 8668.2 มก./กก. พบค่าความเข้มข้นตะกั่วที่จากพลอยทับทิมมีค่าเกินมาตรฐาน ที่กำหนดให้มีการชะละลายของตะกั่วสูงสุดในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็กไม่เกิน 90 มก./กก.

5.1.6 กระบวนการที่เหมาะสมในการทดสอบการชะละลายของตะกั่วในพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนและพลอยทับทิมที่ผ่านการเผาด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

จากการวิเคราะห์ด้วย วิธี BCR three stages ซึ่งเป็นวิธีการทดสอบโลหะในตัวอย่างดินหรือกากตะกอนดินที่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม โดยใช้สารเคมีเป็นตัวเร่งและย่นระยะเวลาให้เกิดสภาวะต่างๆ เร็วขึ้น ได้แก่ 1) exchangeable 2) reducible 3) oxidisable ซึ่งแต่ละสภาวะมีความรุนแรงสูง จึงทำให้ผลการทดสอบการชะละลายตะกั่วในพลอยทับทิมด้วยวิธี BCR three stages ให้ค่าความเข้มข้นตะกั่วในแต่ละซีรี่ส์สูงมาก ส่วนวิธี EN71-3 ซึ่งเป็นวิธีที่วิเคราะห์ปริมาณตะกั่วในของเล่นเด็ก ที่เด็กมีพฤติกรรมการเล่นของเล่นที่นำเข้าปาก จึงใช้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ซึ่งเป็นกรดในน้ำย่อยที่อยู่กระเพาะอาหารของมนุษย์สำหรับทำการทดสอบการชะละลายของตะกั่ว พบว่าความเข้มข้นตะกั่วก็มีค่าสูงเช่นกัน และเมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ด้วยวิธี BCR three stages และ EN71-3 กับค่ามาตรฐานตะกั่วในของเล่นเด็กของ วิธี EN71-3 ที่กำหนดค่าตะกั่วไว้ไม่เกิน 90 มก./กก. พบว่าค่าความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายพลอยทับทิมที่ได้มีค่าเกินมาตรฐานทั้ง 2 วิธี ทั้งนี้เนื่องจาก BCR three stages และ EN71-3 เป็นวิธีการทดสอบที่ค่อนข้างรุนแรง จึงอาจไม่เหมาะสมในการนำมาประยุกต์ใช้ในการทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิม และในทำนองเดียวกัน การวิเคราะห์ตะกั่วทั้งหมดด้วยวิธี modified CPSC ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก ก็พบว่าผลการทดลองพบว่าทุกโรงงานมีค่าความเข้มข้นตะกั่วสูงกว่าวิธี BCR three stages และ EN71-3 เนื่องจากใช้สารเคมีที่เข้มข้นในการทดสอบได้แก่ กรดไนตริกและกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ซึ่งเป็นวิธีการทดสอบที่รุนแรงเกินไป ฉะนั้นทั้ง 3 วิธี จึงไม่เหมาะสมกับการประยุกต์ใช้ในทดสอบค่าความเข้มข้นตะกั่วในพลอยทับทิม เนื่องจากพลอยทับทิมถูกสวมใส่เป็นเครื่องประดับในชีวิตประจำวัน โอกาสที่จะสัมผัสสภาวะรุนแรงมากถึงขั้นที่จะทำให้เกิดการชะละลายในปริมาณสูงพอที่จะทำให้เกิดอันตรายแทบจะเป็นไปไม่ได้เลย เพราะฉะนั้นในการศึกษานี้ จึงได้เลือก บางขั้นตอนของวิธี BCR three stages เพื่อนำมาปรับใช้ในการทดสอบการชะละลาย ซึ่งจากการศึกษาพบว่า เมื่อเปรียบเทียบระหว่าง BCR 1, BCR 2 และ BCR 3 ในพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน ขณะอยู่ในขั้นตอนแรกของแต่ละซีรี่ส์ พบว่า BCR 1 ที่อยู่ในขั้นแรกให้ค่าความเข้มข้นตะกั่วต่ำกว่าค่าจำกัดการวิเคราะห์ ส่วนพลอยทับทิมที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเผาพร้อมกับสารประกอบตะกั่ว พบว่า BCR 1 เป็นวิธีที่ให้ค่าต่ำสุดในทุกซีรี่ส์ และให้ค่าค่อนข้างน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับสภาวะ BCR

three stages ในขั้นอื่นๆ เนื่องจาก สภาวะ BCR 1 ใช้กรดอ่อนในการทดสอบซึ่งเป็นการจำลอง สภาวะที่รุนแรงน้อยที่สุด และนอกจากนี้สภาวะกรดอ่อนยังเป็นสภาวะทั่วไปที่สามารถพบได้มากที่สุดในชีวิตประจำวัน และเมื่อเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์ของ BCR 1 , EN71-3 และ modified CPSC พบว่า ค่าความเข้มข้นตะกั่วจากวิธี BCR 1 ให้ค่าต่ำสุด ฉะนั้น ขั้นตอน BCR 1 ของ BCR three stages น่าจะเหมาะสมในการนำมาประยุกต์ใช้ในการชะละลายมากกว่าวิธีอื่นๆ ในที่นี้ แต่อย่างไรก็ตามวิธีดังกล่าวก็ยังคงเป็นวิธีที่ให้ค่าการชะละลายที่สูงเกินกว่าจะพบได้จริง ทั้งนี้เพราะโอกาสการพบสารเคมีดังกล่าวเป็นระยะเวลาสั้นและต่อเนื่องกันในชีวิตประจำวันเป็นไปได้น้อยมาก การทดสอบที่เหมาะสมควรเลือกสารเคมีที่จำลองสภาวะที่มีโอกาสเกิดขึ้นได้จริง เช่น การทดสอบในสภาวะที่มีโอกาสสัมผัสทางผิวหนังได้จริงและทำการทดสอบในช่วงเวลาที่เหมาะสม ดังเช่น มาตรฐานของนิเกิลในเหงื่อเทียมกำหนดให้ไม่เกิน 0.5 มคก./ตร.ซม./สัปดาห์ (Directive 94/27/EC and amended in 2004/96/EC) เพื่อให้สอดคล้องกับการนำไปใช้ในชีวิตประจำวัน ดังนั้นเพื่อความปลอดภัยและความมั่นใจต่อผู้สวมใส่พลอยเป็นเครื่องประดับ ในอนาคตควรพัฒนาวิธีการวิเคราะห์พร้อมค่ามาตรฐานเพื่อรองรับกับการทดสอบความเข้มข้นตะกั่วจากการชะละลายในพลอยทับทิมต่อไป

อย่างไรก็ตามเพื่อเพื่อความปลอดภัยและความมั่นใจต่อผู้สวมใส่พลอยเป็นเครื่องประดับ ควรพยายามเก็บรักษาพลอยทับทิมในที่ไม่ให้สัมผัสกับและหลีกเลี่ยงไม่ให้พลอยทับทิมสัมผัส สภาวะต่างๆ เป็นระยะเวลาสั้นและต่อเนื่องกัน

5.2 ข้อเสนอแนะ

ตัวอย่างพลอยทับทิมที่ใช้ในการทำงานวิจัยมีความหลากหลาย เนื่องจาก ตัวอย่างพลอย มาจากแหล่งและโรงงานที่แตกต่างกัน ทำให้สูตรการเผาพลอยเพื่อการปรับปรุงคุณภาพมีความแตกต่างกันออกไป ซึ่งสูตรการเผาพลอยถือเป็นความลับและการถ่ายทอดสูตรการเผาพลอยจึง เป็นเพียงการบอกต่อกันในครอบครัว และถ่ายทอดจากรุ่นสู่รุ่น นอกจากนี้สูตรการเผาพลอยยัง ขึ้นอยู่กับ ลักษณะของพลอยดิบตามธรรมชาติที่แต่ละโรงงานได้มาว่าพลอยนั้นมีคุณภาพดี มากน้อยเพียงใด สูตรการเผาพลอยจึงไม่แน่นอน ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายด้านเป็นองค์ประกอบอีก มากมาย จึงทำให้พลอยที่ได้มาเป็นตัวอย่างมีความหลากหลาย ไม่เป็นไปในรูปแบบเดียวกัน เพราะฉะนั้นควรจะต้องเพิ่มจำนวนตัวอย่างพลอยในแต่ละโรงงานเพิ่มขึ้นเพื่อให้มีจำนวนที่ เพียงพอ เพื่อทำการเปรียบเทียบผลค่าความเข้มข้นตะกั่วที่ถูกชะละลายออกมาได้อย่างชัดเจน

รายการอ้างอิง

ภาษาไทย

- กาญจนา ชูครูวงศ์. 2542. อัญมณีศาสตร์. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร.
ชาตินัย ชูสาย. 2552. แก้วในครีวเรือน. [ออนไลน์]. แหล่งที่มา: <http://www.dpim.go.th/articles/article?catid=120&articleid=177>. [14 มิถุนายน 2555]
- ชโย สาธุกิจชัย. 2548. การเผาผลอยทับทิมกับประเด็นปัญหาการออกไปรับรอง. ในเอกสารประกอบการสัมมนาเรื่อง ก้าวนำโลกอัญมณีด้วยเทคนิคการเผาผลอยทับทิมและแซปไฟร์, 16-19. กรุงเทพฯ: กรมทรัพยากรธรณี.
- ทรัพยากรธรณี, กรม. 2543. แหล่งแร่ตะกั่ว-สังกะสีของจังหวัดกาญจนบุรี: แผนที่และข้อมูลแหล่งแร่ของไทย. ฉบับที่ 2. แหล่งแร่โลหะของไทย. กรุงเทพมหานคร: กองเศรษฐกิจธรณีวิทยา
- เทพีวรรณ จิตรวัชรโกมล, 2548. “แก้วตะกั่วกับพลอย,” ในเอกสารประกอบการสัมมนาเรื่องเทคโนโลยีอัญมณีไทยก้าวไกลอย่างยั่งยืน. กรุงเทพมหานคร: กรมทรัพยากรธรณี, 111-114.
- พัศพงษ์ ชินอุดมพงศ์. ตามรอยพลอยจันทน์. 2550. กรุงเทพมหานคร: พีรเชียส บิสซิเนส.
- ไมตรี สุทธิจิตต์. 2531. ตะกั่ว. สารพิษรอบตัวเรา, 75-89. เชียงใหม่: คณะแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- โรงงานอุตสาหกรรม, กรม. 2551. ตะกั่วและพิษของตะกั่ว. กรุงเทพมหานคร: กรมโรงงานอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม.
- วรรณภา ต. แสงจันทร์, 2548. “การทำแก้วเผาผลอย,” ในเอกสารประกอบการสัมมนาเรื่องก้าวนำโลกอัญมณีด้วยเทคนิคการเผาผลอยทับทิมและแซปไฟร์. กรุงเทพมหานคร: กรมทรัพยากรธรณี, 95-96.
- วิวัฒน์ พันธวุฒิชยานนท์. 2546. คลุกวงในนักเลงพลอยไทย แทนชาเนี่ย. นิตยสารสารคดี. 223: 74-92.
- สายไหม เหมือนประสพาท. 2551. การปกป้องภูมิปัญญาไทยว่าด้วยการเผาผลอย กรณีศึกษาพลอยจากแหล่งมาดากัสการ์และแทนชาเนี่ย. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต. สาขาวิชาเศรษฐศาสตร์การเมือง คณะเศรษฐศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย,
- สามเมือง แก้วแหวน. 2548. “ตำนานพลอยจันทบุรี: จุดเริ่มต้นการเผาผลอย.” ในเอกสารประกอบการสัมมนาเรื่อง ก้าวนำโลกอัญมณีด้วยเทคนิคการเผาผลอยทับทิมและแซปไฟร์, 21 กันยายน 2548. กรุงเทพมหานคร: กรมทรัพยากรธรณี.

ภาษาอังกฤษ

BS EN 71- 3. Safety of toys-Part3: Migration of certain elements. [online]. 1995. Available from: <http://www.guangdongjinyi.com/Technical/Environmental/EN71-Part3.pdf>. [2012, May 3]

Chuenjit. Lead particulate generated from ruby heat treatment in Chanthaburi province. 2007. Master's Thesis, Interdisciplinary Environmental Management.

European Parliament and Council Directive 2004/98/EC. Official Journal of the European Communities, 28-07-2005. No. L 198/24-25.

Hänni. Henry A. 2001. Beobachtungen an hitzegehandeltem Rubin mit künstlicher Rissheilungc (Observations on heat-treated ruby with artificially healed fissures). Vol.50, No.3, pp.123-136. Zeitschrift der Deutschen Gemmologischen Gesellschaft.

Hughes, R.W. 1984. Surface repaired rubies-a new gem treatment. Jewellery News Asia, p. 1.

Juncomma , U, Intarasrl, S, Chulapakorn, T, Bootkul, D, Tippawan, U and Singkarat, S. 2012. Colored Stones. Treatment, Synthetic and Identification. Proceedings; GIT, 244 - 247.

Kanjanabut, K, Chotipong, A, and Sutthirat, C. 2010. Working towards a Procedural Standard in the Testing for both Stability and Assessment of the Impact on Health of Lead Glass-Treated Rubies and Beryllium-Treated Sapphire. The Journal of The Gemmological Association of Hongkong. 31: 48-45.

Pardieu, V. Glass Filled Rubies-Part I The Guide GMN. Vol.25 Issue 4, July/August 2006. 1-4 [online]. 2006. Available from: <http://www.1117verio-web.com/gemgui/news/0906GMNRuby2.pdf> [2012, June 14]

Pardieu, V. Glass Filled Rubies-Part II. Vol.25 Issue 5, September/October 2006. 1- 6 [online]. 2006. Available from: <http://www.1117verio-web.com/gemgui/news/0906GMNRuby2.pdf> [2012, June 14]

Pardieu, V. Lead Glass Filled/ Repaired Rubies. [online]. 2005. Available from: http://www.Fildgemology.org/Ruby_lead_glass_treatment.pdf [2012, June 14]

Quevauviller. 2002. Sequential Extraction Procedures for Sediment Analysis. Methodologes in soil and sediment Fractionation Studies single and Sequential Extraction Procedures. UK: The royal Society of Chemistry.

Rauret G, Lo´pez-Sa´nchez J.F., Sahuquillo A, Rubio R, Davidson C, Ure A, Quevauviller Ph. 1998. Improvement of the BCR three step sequential extraction procedure prior to the certification of new sediment and soil reference materials. Jem Environment Monitering., 1:57-61.

U.S. CONSUMER PRODUCT SAFETY COMMISSION. Standard Operating Procedure for Determining Total Lead (Pb) in Metal Children's Products including Children's Metal Jewelry. [Online]. 2010. Available from: www.cpsc.gov/about/cpsia/CPSC-CH-E1001-08_1.pdf. [2012, March 28]

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน
และพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

1. การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน (พลอยเผาเก่า)

1.1 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงาน 3 - 7





































(1) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 3

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะต่างๆ พลอยทับทิมจากโรงงานที่ 3 (ภาพที่ 1) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรียที่ 1: ชั้นที่ 1: BCR 1 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้จึงไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดขึ้นกับพลอย แต่เริ่มมีค่าความเข้มข้นของตะกั่วที่สามารถวิเคราะห์ได้ ออกมาในชั้นที่ 2: BCR 2 และออกมามากที่สุด จึงสังเกตได้อย่างชัดเจนว่าเริ่มเกิดรอยแตกร้าวในชั้นที่ 2: BCR 2 และในชั้นที่ 3: BCR 3 ก็ยังพบรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น

ซีรียที่ 2: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ชั้นที่ 1: BCR 2 ในพลอยเม็ดที่ 5 และ 6 จึงเริ่มสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้ตั้งแต่ชั้นแรก ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 4 ที่ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ ขึ้นกับพลอยเนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ และค่าความเข้มข้นของตะกั่วออกมามากที่สุดที่ชั้นที่ 2: BCR 3 จึงเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนในชั้นนี้ และในชั้นที่ 3: BCR 1 ยังคงมีรอยร้าวเพิ่มมากขึ้น จากการถูกชะละลายความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิม

ซีรียที่ 3: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ชั้นที่ 1: BCR 3 และออกมามากที่สุด จึงสังเกตได้อย่างชัดเจนว่าเริ่มเกิดรอยแตกร้าวตั้งแต่ชั้นแรก และเกิดรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น ในชั้นที่ 2: BCR 1 พลอยเม็ดที่ 7 และ 8 ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 9 ที่ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ ขึ้นกับพลอยเนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้และไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆ ขึ้นกับพลอยในชั้นที่ 3: BCR 2 เนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้เช่นเดียวกัน

Before testing Series 1	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR1	BCR2	BCR3
 Ruby No 1	 nd	 26.4	 20.6
 Ruby No 2	 nd	 17.9	 13.5
 Ruby No 3	 nd	 33.3	 23.1
Before testing Series 2	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR2	BCR3	BCR1
 Ruby No 4	 nd	 18.0	 8.5
 Ruby No 5	 15.7	 19.9	 11.2
 Ruby No 6	 19.8	 39.5	 16.8
Before testing Series 3	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR3	BCR1	BCR2
 Ruby No 7	 72.4	 51.7	 nd
 Ruby No 8	 20.3	 25.8	 nd
 Ruby No 9	 36.6	 nd	 nd

ภาพที่ 1 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โรงงานที่ 3 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages





































(2) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 4

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสถานะต่างๆ พลอยทับทิมจากโรงงานที่ 4 (ภาพที่ 2) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรีย์ที่ 1: ชั้นที่ 1: BCR 1 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้จึงไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดขึ้นกับพลอย แต่เริ่มมีค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ในชั้นที่ 2: BCR 2 และค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด จึงสังเกตได้อย่างชัดเจนว่าเริ่มเกิดรอยแตกร้าว และในชั้นที่ 3: BCR 3 ก็ยังพบรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น

ซีรีย์ที่ 2: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ชั้นที่ 1: BCR 2 เฉพาะพลอยเม็ดที่ 4 จึงเริ่มสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้ตั้งแต่ชั้นแรก ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 5 และ 6 ที่ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ ขึ้นกับพลอยเนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ ในชั้นที่ 2: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นของตะกั่วค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด จึงสังเกตได้อย่างชัดเจนว่าเริ่มเกิดรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้น และในชั้นที่ 3: BCR 1 ยังคงมีรอยร้าวเพิ่มมากขึ้น จากการถูกชะละลายความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิม

ซีรีย์ที่ 3: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุดในชั้นที่ 1: BCR 3 จึงเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจน และในชั้นที่ 2: BCR 1 ยังคงมีรอยร้าวเพิ่มมากขึ้น จากการถูกชะละลายความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิม ในชั้นที่ 3: BCR 2 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆขึ้นกับพลอยเนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้

Before testing Series 1	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR1	BCR2	BCR3
 Ruby No 1	 nd	 21.0	 10.7
 Ruby No 2	 nd	 27.1	 14.9
 Ruby No 3	 nd	 36.6	 21.2
Before testing Series 2	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR2	BCR3	BCR1
 Ruby No 4	 9.2	 11.5	 3.3
 Ruby No 5	 nd	 14.4	 5.1
 Ruby No 6	 nd	 16.0	 4.7
Before testing Series 3	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR3	BCR1	BCR2
 Ruby No 7	 16.6	 4.1	 nd
 Ruby No 8	 77.5	 12.6	 nd
 Ruby No 9	 49.2	 9.1	 nd

ภาพที่ 2 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โรงงานที่ 4 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages





































(3) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 5

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะต่างๆ พลอยทับทิมจากโรงงานที่ 5 (ภาพที่ 3) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรียที่ 1: ชั้นที่ 1: BCR 1 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้จึงไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดขึ้นกับพลอย แต่ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ในชั้นที่ 2: BCR 2 จึงเริ่มสังเกตเห็นรอยแตกร้าวของพลอยได้อย่างชัดเจน และเห็นรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้นในชั้นที่ 3: BCR 3 เนื่องจากชั้นที่ 3: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด

ซีรียที่ 2: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ชั้นที่ 1: BCR 2 จึงสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้ตั้งแต่ชั้นแรก ในชั้นที่ 2: BCR 3 ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด จึงสังเกตได้อย่างชัดเจนว่าเริ่มเกิดรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้น และในชั้นที่ 3: BCR 1 ยังคงมีรอยร้าวเพิ่มมากขึ้น ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 6 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้

ซีรียที่ 3: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ ตั้งแต่ชั้นที่ 1: BCR 3 จึงเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนตั้งแต่ชั้นที่ 1: BCR 3 และในชั้นที่ 2: BCR 1 และชั้นที่ 3: BCR 2 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆขึ้นกับพลอยเนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้

Before testing Series 1	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR1	BCR2	BCR3
 Ruby No 1	 nd	 21.6	 25.4
 Ruby No 2	 nd	 33.5	 37.1
 Ruby No 3	 nd	 27.3	 29.4
Before testing Series 2	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR2	BCR3	BCR1
 Ruby No 4	 17.5	 27.1	 6.8
 Ruby No 5	 18.0	 24.4	 6.4
 Ruby No 6	 22.2	 16.3	 nd
Before testing Series 3	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR3	BCR1	BCR2
 Ruby No 7	 21.0	 nd	 nd
 Ruby No 8	 35.2	 nd	 nd
 Ruby No 9	 39.1	 nd	 nd

ภาพที่ 3 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โรงงานที่ 5 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages





































(4) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 6

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะต่างๆ พลอยทับทิมจากโรงงานที่ 6 (ภาพที่ 4) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรี่ส์ที่ 1: ชั้นที่ 1: BCR 1 ไม่มีค่าความเข้มข้นของตะกั่วจึงไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ แต่ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ ในชั้นที่ 2: BCR 2 เฉพาะเม็ดที่ 1 จึงเริ่มสังเกตเห็นรอยแตกร้าวของพลอยได้อย่างชัดเจน ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 2 และ 3 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆขึ้นกับพลอยเนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ และในชั้นที่ 3: BCR 3 ก็ยังพบรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น

ซีรี่ส์ที่ 2: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ ตั้งแต่ชั้นที่ 1: BCR 2 จึงสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้ตั้งแต่ชั้นแรก ในชั้นที่ 2: BCR 3 มีค่าความเข้มข้นของตะกั่วออกมา จึงมีรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้น และในชั้นที่ 3: BCR 1 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆขึ้นกับพลอยเนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้

ซีรี่ส์ที่ 3: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด ในชั้นที่ 1: BCR 3 จึงเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจน และในชั้นที่ 2: BCR 1 ยังคงมีรอยร้าวเพิ่มมากขึ้นจากการถูกระบายความเข้มข้นตะกั่วจากพลอยทับทิม ในชั้นที่ 3: BCR 2 ก็ยังพบรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น

Before testing Series 1	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR1	BCR2	BCR3
 Ruby No 1	 nd	 35.1	 15.8
 Ruby No 2	 nd	 nd	 13.0
 Ruby No 3	 nd	 nd	 13.3
Before testing Series 2	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR2	BCR3	BCR1
 Ruby No 4	 65.9	 46.0	 nd
 Ruby No 5	 18.6	 20.6	 nd
 Ruby No 6	 27.2	 30.2	 nd
Before testing Series 3	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR3	BCR1	BCR2
 Ruby No 7	 47.4	 11.4	 7.7
 Ruby No 8	 24.1	 10.3	 6.2
 Ruby No 9	 25.0	 8.6	 2.6

ภาพที่ 4 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โรงงานที่ 6 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stage





































(5) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 7 ชุดที่ 1

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะต่างๆ พลอยทับทิมจากโรงงานที่ 7 ชุดที่ 1 (ภาพที่ 5) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรียที่ 1: ชั้นที่ 1: BCR 1 ไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วจึงไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆขึ้นกับพลอย แต่ค่าความเข้มข้นของตะกั่วเริ่มออกมาในชั้นที่ 2: BCR 2 และค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุดจึงเริ่มสังเกตเห็นรอยแตกร้าวของพลอยได้อย่างชัดเจน และในชั้นที่ 3: BCR 3 ก็ยังพบรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 2 และ 3 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆขึ้นกับพลอยเนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้

ซีรียที่ 2: ไม่สังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงใดๆ ขึ้นกับเม็ดพลอยเนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วในซีรียนี้

ซีรียที่ 3: สังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนในชั้นที่ 2: BCR 1 เนื่องจากมีค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุดในส่วนนี้ ส่วนในชั้นที่ 1: BCR 3 และชั้นที่ 3: BCR 2 ไม่พบการเปลี่ยนแปลงใดๆ เนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วในทั้งสองชั้นตอน

Before testing Series 1	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR1	BCR2	BCR3
 Ruby No 1	 nd	 71.6	 54.7
 Ruby No 2	 nd	 76.4	 nd
 Ruby No 3	 nd	 98.4	 nd
Before testing Series 2	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR2	BCR3	BCR1
 Ruby No 4	 nd	 nd	 nd
 Ruby No 5	 nd	 nd	 nd
 Ruby No 6	 nd	 nd	 nd
Before testing Series 3	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR3	BCR1	BCR2
 Ruby No 7	 nd	 29.8	 nd
 Ruby No 8	 nd	 43.2	 nd
 Ruby No 9	 nd	 58.3	 nd

ภาพที่ 5 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นของตะกั่วของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อน โรงงานที่ 7 ชุดที่ 1 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages

2. การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว

2. 1 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงาน 9 และ 10

































(1) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 9

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะต่างๆ พลอยทับทิมจากโรงงานที่ 9 (ภาพที่ 6) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรี่ส์ที่ 1: ค่าความเข้มชั้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ในชั้นที่ 1: BCR1 ซึ่งสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนตั้งแต่ชั้นแรก และยังเห็นรอยแตกร้าวชัดเจนมากขึ้นในชั้นที่ 2: BCR 2 เนื่องจากมีค่าความเข้มชั้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุดและในชั้นที่ 3: BCR 3 ก็มีรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น

ซีรี่ส์ที่ 2: ค่าความเข้มชั้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ในชั้นที่ 1: BCR 2 ซึ่งสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนตั้งแต่ชั้นแรก เนื่องจากค่าความเข้มชั้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด ในชั้นที่ 2: BCR 2 และชั้นที่ 3: BCR 3 ก็มีรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น

ซีรี่ส์ที่ 3: ค่าความเข้มชั้นของตะกั่วชั้นที่ 1: BCR3 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆขึ้นกับพลอย เนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มชั้นตะกั่ว ในชั้นที่ 2: BCR1 เริ่มมีค่าความเข้มชั้นของตะกั่วถูกชะละลายออกมา จึงสังเกตเห็นรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น และในชั้นที่ 3: BCR 2 เห็นรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้นได้อย่างชัดเจน เนื่องจากมีค่าความเข้มชั้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด

Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR1	BCR2	BCR3
Series 1			
			
Ruby No 1	1044.8	3229.0	48.2
			
Ruby No 2	505.1	1447.9	35.4
			
Ruby No 3	517.1	2034.2	41.7
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 2			
			
Ruby No 4	241.5	100.8	16.3
			
Ruby No 5	294.4	105.3	25.8
			
Ruby No 6	207.6	99.3	86.8
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 3			
			
Ruby No 7	nd	66.5	203.8
			
Ruby No 8	nd	34.4	65.4

ภาพที่ 6 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว โรงงานที่ 9 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages





























(2) การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมโรงงานที่ 10

จากการศึกษาและเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของพลอยทับทิมที่เปลี่ยนแปลงในสถานะต่างๆ พลอยทับทิมจากโรงงานที่ 10 (ภาพที่ 7) มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งมีความสอดคล้องกับผลการทดลอง ดังนี้

ซีรีย์ที่ 1: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ในชั้นที่ 1: BCR1 ซึ่งสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนตั้งแต่ชั้นแรก และยิ่งเห็นรอยแตกร้าวชัดเจนมากขึ้นในชั้นที่ 2: BCR 2 เนื่องจากมีค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุดและในชั้นที่ 3: BCR 3 ก็มีรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น

ซีรีย์ที่ 2: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ในชั้นที่ 1: BCR 2 ซึ่งสังเกตเห็นรอยแตกร้าวได้อย่างชัดเจนตั้งแต่ชั้นแรก เนื่องจากมีค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด ในชั้นที่ 2: BCR 2 พบรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น ยกเว้นพลอยเม็ดที่ 6 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆขึ้นกับพลอย เนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ค่าความเข้มข้นตะกั่วได้ และชั้นที่ 3: BCR 3 ก็มีรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น

ซีรีย์ที่ 3: ค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ใน ชั้นที่ 1: BCR3 ซึ่งสังเกตเห็นรอยแตกร้าว ส่วนในชั้นที่ 2: BCR1 มีค่าความเข้มข้นของตะกั่วถูกชะละลายออกมาจึงสังเกตเห็นรอยแตกร้าวเพิ่มขึ้น และในชั้นที่ 3: BCR 2 เห็นรอยแตกร้าวเพิ่มมากขึ้นได้อย่างชัดเจน เนื่องจากมีค่าความเข้มข้นของตะกั่วสามารถวิเคราะห์ได้มากที่สุด

Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
	BCR1	BCR2	BCR3
Series 1			
			
Ruby No 1	601.6	2658.3	46.5
			
Ruby No 2	152.1	586.4	25.3
			
Ruby No 3	275.3	1037.0	30.6
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 2	BCR2	BCR3	BCR1
			
Ruby No 4	112.7	90.6	38.1
			
Ruby No 5	145.1	91.1	88.8
			
Ruby No 6	152.3	nd	55.3
Before testing	Ruby appearance and lead concentration (mg /kg)		
Series 3	BCR3	BCR1	BCR2
			
Ruby No 7	10.1	31.1	102.4
			
Ruby No 8	31.2	93.2	567.3
			

ภาพที่ 7 การเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและค่าความเข้มข้นตะกั่วของพลอยทับทิมที่ปรับปรุงคุณภาพด้วยความร้อนโดยการเติมสารประกอบแก้วตะกั่ว โรงงานที่ 10 หลังการทดสอบด้วยวิธี BCR three stages

ภาคผนวก ข
มาตรฐานปริมาณตะกั่วในของเล่นเด็ก

BRITISH STANDARD

Safety of toys —

Part 3: Migration of certain elements

**BS EN
71-3:1995
BS 5665-3:
1995**
*Incorporating
Amendment No. 1 and
Corrigendum No. 1*

The European Standard EN 71-3:1994, with the incorporation of amendment A1:2000, has the status of a British Standard

Committees responsible for this British Standard

The preparation of this British Standard was entrusted to Technical Committee SW/15, Safety of toys, upon which the following bodies were represented:

Association of Consulting Scientists
 Association of Public Analysts
 British Apparel and Textile Confederation
 British Association of Toy Retailers
 British Coatings Federation Ltd.
 British Colour Makers' Association
 British Importers' Confederation
 British Paediatric Association
 British Plastics Federation
 British Retail Consortium
 British Toy and Hobby Association
 British Toy Importers' and Distributors' Association
 British Toymakers' Guild
 Child Accident Prevention Trust
 Consumer Policy Committee of BSI
 Consumers' Association
 Department of Health
 Department of Trade and Industry (Consumer Safety Unit, CA Division)
 Department of Trade and Industry (Laboratory of the Government Chemist)
 Institute of Trading Standards Administration
 Mail Order Traders' Association
 Paper Federation of Great Britain
 Royal Society for the Prevention of Accidents

This British Standard, having been prepared under the direction of the Consumer Products and Services Sector Board, was published under the authority of the Standards Board and comes into effect on 15 June 1995

© BSI 2006

First published April 1989
 Second edition June 1995

The following BSI references relate to the work on this standard:
 Committee reference SW/15
 Draft for comment 92/47194 DC

ISBN 0 580 24215 3

Amendments issued since publication

Amd. No.	Date	Comments
10795	April 2001	
16465 Corrigendum No. 1	30 June 2006	Indicated by a sideline

Contents

	Page
Committees responsible	Inside front cover
National foreword	ii
Foreword	2
Introduction	3
1 Scope	3
2 Normative references	4
3 Definitions	4
4 Requirements	5
5 Principle	5
6 Reagents and apparatus	5
7 Selection of test portions	6
8 Preparation and analysis of test portions	6
9 Determination of the quantity of migrated elements	11
10 Test report	12
Annex A <i>deleted</i>	13
Annex B (normative) Sieve requirements	13
Annex C (informative) Preparation and analysis of test portions	14
Annex D (informative) Background and rationale for the requirements and test methods in this part of EN 71	15
Annex ZA (informative) Clauses of this European Standard addressing essential requirements or other provisions of EU Directives	19
Figure C.1 — Diagram showing the procedure and analysis of test portions	14
Table 1 — Limits of element migration from toy materials	7
Table 2 — Analytical correction	9
Table B.1 — Sieve dimensions and tolerances	13

National foreword

This British Standard has been prepared by Technical Committee SW/15 and is the English language version of EN 71-3:1994 *Safety of toys — Part 3: Migration of certain elements*, including amendment A1:2000 and Corrigendum July 2002, published by the European Committee for Standardization (CEN). This part of BS EN 71 supersedes BS 5665-3:1989, which is withdrawn.

Cross-references

The British Standards which implement international or European publications referred to in this document may be found in the BSI Standards Catalogue under the section entitled "International Standards Correspondence Index", or by using the "Find" facility of the BSI Standards Electronic Catalogue.

Additional information. When marking or specifying a product the manufacturer may mark or specify by reference to either the European Standard or the British Standard¹⁾.

A British Standard does not purport to include all the necessary provisions of a contract. Users of British Standards are responsible for their correct application.

Compliance with a British Standard does not of itself confer immunity from legal obligations. In particular the attention of users is drawn to the Toys (Safety) Regulations 1989 (SI 1275).

Summary of pages

This document comprises a front cover, an inside front cover, pages i and ii, the EN title page, pages 2 to 19 and a back cover.

The BSI copyright notice displayed in this document indicates when the document was last issued.

Sidelining in this document indicates the most recent changes by amendment.

¹⁾ Marking EN 71-3 or BS EN 71-3 or BS 5665-3 on or in relation to a product represents a manufacturer's declaration of conformity, i.e. a claim by or on behalf of the manufacturer that the product meets the requirements of the standard. The accuracy of the claim is solely the claimant's responsibility. Such a declaration is not to be confused with third party certification of conformity, which may also be desirable.

EUROPEAN STANDARD
 NORME EUROPÉENNE
 EUROPÄISCHE NORM

EN 71-3
 December 1994
 + A1
 April 2000

ICS 97.200.50

Supersedes EN 71-3:1988

Descriptors: Toys, safety requirements, accident prevention, children, materials, toxicity, tests, determination, migrations, metals

English version

Safety of toys — Part 3: Migration of certain elements

(includes amendment A1:2000)

Securite des jouets —
 Partie 3: Migration de certains elements
 (inclut l'amendement A1:2000)

Sicherheit von Spielzeug —
 Teil 3: Migration bestimmter Elemente
 (enthält Änderung A1:2000)

This European Standard was approved by CEN on 1994-12-13. Amendment A1 was approved by CEN on 2000-03-11. CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration.

Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the Central Secretariat or to any CEN member.

This European Standard exists in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the Central Secretariat has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, Czech Republic, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.

CEN

European Committee for Standardization
 Comité Européen de Normalisation
 Europäisches Komitee für Normung

Central Secretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brussels

EN 71-3:1994

Foreword

This European Standard was prepared by CEN/TC 52, Safety of toys, of which the Secretariat is held by DS.

This European Standard has been prepared under a mandate given to CEN by the European Commission and the European Free Trade Association, and supports essential requirements of EC Directive(s).

This European Standard shall be given the status of a national standard, either by publication of an identical text or by endorsement, at the latest by June 1995, and conflicting national standards shall be withdrawn at the latest by June 1995.

This standard constitutes the third part of the European Standard on *Safety of toys*.

This part should be read in conjunction with part 1.

This standard specifies requirements and test methods for the migration of the elements antimony, arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury and selenium from toy material.

This standard contains 4 annexes.

- Annex A (normative) *deleted*.
- Annex B (normative) Sieve requirements.
- Annex C (informative) Preparation and analysis of test portions.
- Annex D (informative) Background and rationale for the requirements and test methods.

This standard is the result of the revision of EN 71-3:1988.

According to the CEN/CENELEC Internal Regulations, the national standards organizations of the following countries are bound to implement this European Standard: Austria, Belgium, Czech Republic, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and the United Kingdom.

Foreword to amendment A1

This amendment EN 71-3:1994/A1:2000 to EN 71-3:1994 has been prepared by Technical Committee CEN/TC 52, Safety of toys, the Secretariat of which is held by DS.

This amendment to the European Standard EN 71-3:1994 shall be given the status of a national standard, either by publication of an identical text or by endorsement, at the latest by October 2000, and conflicting national standards shall be withdrawn at the latest by October 2000.

This amendment to the European Standard EN 71-3:1994 has been prepared under a mandate given to CEN by the European Commission and the European Free Trade Association, and supports essential requirements of EU Directive(s).

For relationship with EU Directive(s), see informative Annex ZA, which is an integral part of this standard.

According to the CEN/CENELEC Internal Regulations, the national standards organizations of the following countries are bound to implement this European Standard: Austria, Belgium, Czech Republic, Denmark, Finland, France, Germany, Greece, Iceland, Ireland, Italy, Luxembourg, Netherlands, Norway, Portugal, Spain, Sweden, Switzerland and the United Kingdom.

Introduction

This European Standard for safety of toys consists of the following parts.

- *Part 1: Mechanical and physical properties;*
- *Part 2: Flammability;*
- *Part 3: Migration of certain elements;*
- *Part 4: Experimental sets for chemistry and related activities;*
- *Part 5: Chemical toys (sets) other than experimental sets;*
- *Part 6: Graphical symbol for age warning labelling.*

This standard is part 3 of the European Standard on safety of toys, EN 71.

The requirements of this standard are based on bioavailability resulting from the use of toys and should not as an objective exceed the below mentioned levels per day:

- 0,2 µg for antimony;
- 0,1 µg for arsenic;
- 25,0 µg for barium;
- 0,6 µg for cadmium;
- 0,3 µg for chromium;
- 0,7 µg for lead;
- 0,5 µg for mercury;
- 5,0 µg for selenium.

For the interpretation of these figures it has been necessary to identify an upper limit for the ingestion of toy material. Very limited data have been available for identifying this upper limit. As a working hypothesis, a summed average daily intake for the various toy materials has been gauged at the currently accepted figure of 8 mg/day, being aware that in certain individual cases this figure might be exceeded.

Combining the daily intake with the bioavailability figures listed above, limits are obtained for various toxic elements in microgram per gram (milligram per kilogram) and are detailed in Table 1. The figures obtained have been adjusted to minimize childrens' exposure to toxic elements and to ensure analytical feasibility taking into account limits achievable under current manufacturing conditions. (See Annex D.)

1 Scope

This part of this European Standard specifies requirements and test methods for the migration of the elements antimony, arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury and selenium from toy materials and from parts of toys except materials not accessible (see part 1 of this standard).

Packaging materials are not included unless they are part of the toy or have intended play value. (See Annex D.)

When appropriate, the toy is subjected to relevant tests, specified in part 1 of this standard, before the accessibility is considered.

Requirements are included for the migration from the following toy materials:

- coatings of paints, varnishes, lacquers, printing inks, polymers and similar coatings (see 8.1);
- polymeric and similar materials, including laminates, whether textile reinforced or not, but excluding other textiles (see 8.2);
- paper and paper board (see 8.3);
- textiles, whether natural or synthetic (see 8.4);
- glass/ceramic/metallic materials (see 8.5);
- other materials whether mass coloured or not (e.g. wood, fibre board, hard board, bone and leather) (see 8.6);
- materials intended to leave a trace (e.g. the graphite materials in pencils and liquid ink in pens) (see 8.7);
- pliable modelling materials, including modelling clays, and gels (see 8.8);
- paints, varnishes, lacquers, glazing powders and similar materials in solid or in liquid form appearing as such in the toy (see 8.9).

EN 71-3:1994

Toys and parts of toys which, due to their accessibility, function, mass, size or other characteristics, obviously exclude any hazard due to sucking, licking or swallowing, bearing in mind the normal and foreseeable behaviour of children, are not covered by this part of EN 71.

NOTE For the purposes of this standard, the following criteria are considered appropriate in the categorization of sucking, licking or swallowing:

- all intended food/oral contact toys, cosmetic toys and writing instruments categorized as toys;
- toys intended for children up to 6 years of age, i.e. all accessible parts and components where there is a probability that those parts or components may come into contact with the mouth. (See Annex D.)

2 Normative references

This European Standard incorporates by dated or undated reference, provisions from other publications. These normative references are cited at the appropriate places in the text and the publications are listed hereafter. For dated references, subsequent amendments to or revisions of any of these publications apply to this European Standard only when incorporated in it by amendment or revision. For undated references the latest edition of the publication referred to applies.

EN 71-1, *Safety of toys — Part 1: Mechanical and physical properties.*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods.*

3 Definitions

For the purposes of this standard the following definitions apply.

3.1

base material

material upon which coatings may be formed or deposited

3.2

coating

all layers of material formed or deposited on the base material or toy and includes paints, varnishes, lacquers, inks, polymers or other substances of a similar nature, whether they contain metallic particles or not, of a similar nature no matter how it has been applied to the toy and which can be removed by scraping with a sharp blade

3.3

detection limit of a method

three times the standard deviation of the blank value

3.4

other materials, whether mass coloured or not

materials such as wood, leather and other porous substances which may absorb colouring matter without forming a coating

3.5

paper and paper board

a maximum mass per unit area of 400 g/m² is the limit for treating material under this category

above this mass per unit area the substance is treated as “other material” and may be fibre board or hard board, etc.

3.6

scraping

mechanical removal of coatings down to the base material

3.7

toy material

all the accessible materials present in toys

Table 1 — Limits of element migration from toy materials

Element	Sb	As	Ba	Cd	Cr	Pb	Hg	Se
Maximum migrated element in mg/kg toy material	60	25	1 000	75	60	90	60	500
Any toy material given in clause 1 except for: — modelling clay. Modelling clay	60	25	250	50	25	90	25	500

4 Requirements

4.1 Specific requirements

The migration of elements from toys and parts of toys as specified in clause 1 shall comply with the limits given in Table 1 when tested in accordance with clauses 7, 8 and 9. This requirement does not apply to lead solder when used for electric connections. (See Annex D.)

4.2 Interpretation of results

The analytical result of materials established in clauses 7, 8 and 9 shall be adjusted by subtracting the analytical correction in Table 2 to obtain an adjusted analytical result.

Materials are deemed to comply with the requirements of this standard if the adjusted analytical result is less than or equal to the limits in Table 1. (See Annex D.)

NOTE Due to the precision of the methods specified in this standard an adjusted analytical result is required to take into consideration the results of interlaboratory trials. (See Annex D.)

Example:

Analytical result of lead 120 mg/kg

Analytical correction from Table 2: 30 %

$$\text{Adjusted analytical result} = 120 - \frac{120 \times 30}{100} = 120 - 36.$$

Adjusted analytical result = 84 mg/kg. This is deemed as complying with the requirements of the standard. (Lead 90 mg/kg.)

5 Principle

Soluble elements are extracted from toy materials under the conditions which simulate the material remaining in contact with stomach acid for a period of time after swallowing. The concentrations of the soluble elements are determined quantitatively.

6 Reagents and apparatus

NOTE No recommendation is made for the reagents, materials, and apparatus necessary for carrying out the analytical tests specified in clause 9.

6.1 Reagents

During the analyses, use only reagents of recognized analytical grade. (See Annex D.)

6.1.1 *Hydrochloric acid solution*, $c(\text{HCl}) = (0,07 \pm 0,005) \text{ mol/l}$.

6.1.2 *Hydrochloric acid solution*, $c(\text{HCl}) = (0,14 \pm 0,010) \text{ mol/l}$.

6.1.3 *Hydrochloric acid solution*, $c(\text{HCl}) = \text{approximately } 1 \text{ mol/l}$.

6.1.4 *Hydrochloric acid solution*, $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/l}$.

6.1.5 *Hydrochloric acid solution*, $c(\text{HCl}) = \text{approximately } 6 \text{ mol/l}$.

6.1.6 *n-heptane*, (C_7H_{16}): 99 %.

6.1.7 *Water*, of at least grade 3 purity in accordance with ISO 3696.

6.2 Apparatus

Normal laboratory apparatus and

6.2.1 *Plain weave wire cloth stainless steel metal sieve*, of nominal aperture size 0,5 mm and tolerances as indicated in Table B.1 in Annex B.

6.2.2 *A means of measuring pH*, with an accuracy of $\pm 0,2$ pH units. Cross-contamination shall be prevented. (See Annex D.)

6.2.3 *Membrane filter*, with a pore size of 0,45 μm .

6.2.4 *Centrifuge*, capable of centrifuging at $(5\,000 \pm 500) g^2)$. (See Annex D.)

6.2.5 *A means to agitate the mixture*, at a temperature of $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

6.2.6 *A selection of containers of gross volume*, between 1,6 times and 5,0 times that of the volume of hydrochloric acid extractant.

Table 2 — Analytical correction

Element	Sb	As	Ba	Cd	Cr	Pb	Hg	Se
analytical correction (in %)	60	60	30	30	30	30	50	60

7 Selection of test portions

A laboratory sample for testing shall consist of a toy either in the form in which it is marketed, or in the form in which it is intended to be marketed. Test portions shall be taken from accessible parts (see EN 71-1) of a single toy sample, i.e. identical materials in the toy may be combined and treated as a single test portion but additional toy samples shall not be used. Test portions are only permitted to be composed of more than one material or colour where physical separation, e.g. dot printing, patterned textiles or mass limitation reasons, precludes the formation of discrete specimens. (See Annex D.)

NOTE The requirement does not preclude that test portions can be taken from materials in a form such that they are representative of the relevant material specified above and the substrate upon which they are deposited. (See Annex D.)

Test portions where less than 10 mg of material are available are not tested.

8 Preparation and analysis of test portions

8.1 Coatings of paint, varnish, lacquer, printing ink, polymer and similar coatings

8.1.1 Sample removal/preparation procedure

Remove the coating from the laboratory sample by mechanical means at room temperature and comminute it at a temperature not exceeding ambient. Obtain a test portion of not less than 100 mg passing through a metal sieve of aperture 0,5 mm (see 6.2.1).

Where there is only between 10 mg and 100 mg of comminuted uniform coating available this shall be tested in accordance with 8.1.2 and the quantity of the appropriate elements shall be calculated as if 100 mg of test portion had been used and the mass of the test portion shall be reported under 10e).

In the case of coatings that by their nature cannot be comminuted (e.g. elastic/plastic paint) remove a test portion from the laboratory sample without comminuting the coating.

8.1.2 Test procedure

Using the appropriate sized container (see 6.2.6), mix the test portion so prepared with 50 times its mass of an aqueous solution at $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ of $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (see 6.1.1). Where the test portion has a mass of between 10 mg and 100 mg, mix the test portion with 5,0 ml of this solution at $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Shake for 1 min. Check the acidity of the mixture. If the pH is greater than 1,5 add dropwise, while shaking the mixture, an aqueous solution of $c(\text{HCl})$ approximately 2 mol/l (see 6.1.4) until the pH is between 1,0 and 1,5. Protect the mixture from light. Agitate the mixture at $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ (see 6.2.5) for 1 h continuously and then allow to stand for 1 h at $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

²⁾ $g = 9,806\,65 \text{ m/s}^2$.

Without delay, efficiently separate the solids from the solution, firstly by filtration using a membrane filter (see 6.2.3), and if necessary, by centrifuging at up to 5 000 g^3 (see 6.2.4). Separation shall be completed as soon as possible after the completion of the standing time; centrifuging shall take no longer than 10 min and shall be reported under 10e).

If the resulting solutions are to be kept for more than the working day prior to analysis they shall be stabilized by addition of hydrochloric acid so that the concentration of the stored solution is approximately $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

8.2 Polymeric and similar materials including laminates, whether reinforced textile or not, but excluding other textiles

8.2.1 Sample removal/preparation procedure

Obtain a test portion of not less than 100 mg of the polymeric or similar materials, whilst avoiding heating of the materials, according to the following directions.

Cut out test portions from the areas having the thinnest material cross section in order to ensure a surface area of the test pieces as large as possible in proportion to their mass. Each test piece shall in the uncompressed condition have no dimension greater than 6 mm.

If the laboratory sample is not uniform in its material, a test portion shall be obtained from each different material present in a mass greater than 10 mg. In the case where there is between 10 mg and 100 mg of uniform material the mass of the test portion shall be reported under 10e) and the quantity of the appropriate elements shall be calculated as if 100 mg of the test portion had been used.

8.2.2 Test procedure

Follow the procedure in 8.1.2.

8.3 Paper and paper board

8.3.1 Sample removal/preparation procedure

Obtain a test portion of not less than 100 mg of the paper or paper board.

If the laboratory sample is not uniform in its material, a test portion shall be obtained from each different material present in a mass of not less than 100 mg. Where there is between 10 mg and 100 mg of uniform material the mass of the test portion shall be reported under 10e) and the quantity of the appropriate elements shall be calculated as if 100 mg of the test portion had been used.

If the paper or paper board to be tested is coated with a coating of paint, varnish, lacquer, printing ink, adhesive or similar coating, test portions of the coating shall not be taken separately. In such cases test portions shall be taken from the material in accordance with this subclause in a way that they also include representative parts of the coated area. Test portions so obtained shall be taken in accordance with relevant methods specified in this subclause and this shall be reported under 10e). (See Annex D.)

8.3.2 Test procedure

Macerate the test portion so prepared with 25 times its mass of water (see 6.1.7) at $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ so that the resulting mixture is homogeneous. Quantitatively transfer the mixture to the appropriate sized container (see 6.2.6). Add to the mixture an aqueous solution of $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (see 6.1.2) at $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ at 25 times the mass of the test portion.

Shake for 1 min. Check the acidity of the mixture. If the pH is greater than 1,5 add dropwise, while shaking the mixture, an aqueous solution of $c(\text{HCl})$ approximately 2 mol/l (see 6.1.4) until the pH is between 1,0 and 1,5. Protect the mixture from light. Agitate the mixture at $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ (see 6.2.5) for 1 h continuously and then allow to stand for 1 h at $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Without delay, efficiently separate the solids from the solution, firstly by filtration using a membrane filter (see 6.2.3), and if necessary, by centrifuging at up to 5 000 g^3 (see 6.2.4). Separation shall be completed as soon as possible after the completion of the standing time; centrifuging shall take no longer than 10 min and shall be reported under 10e).

If the resulting solutions are to be kept for more than the working day prior to analysis they shall be stabilized by addition of hydrochloric acid so that the concentration of the stored solution is approximately $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

³⁾ $g = 9,806 65 \text{ m/s}^2$.

8.4 Textiles, whether natural or synthetic

8.4.1 Sample removal/preparation procedure

Obtain a test portion of not less than 100 mg of the textile material by cutting into test pieces, which in the uncompressed condition have no dimensions greater than 6 mm. (See Annex D.)

If the sample is not uniform in its material or colour, a test portion shall be obtained from each different material present in a mass greater than 100 mg. A portion forming a mass between 10 mg and 100 mg shall form part of the test portion obtained from the main material.

Samples taken from patterned textiles shall be representative of the whole material. (See Annex D.)

8.4.2 Test procedure

Follow the procedure in 8.1.2.

8.5 Glass/ceramic/metallic materials

8.5.1 Sample removal/preparation procedure

Toys and components shall be first subjected to the relevant tests in accordance with EN 71-1. If the toy or component fits entirely within the small parts cylinder and contains accessible glass, ceramic or metallic materials then the toy shall be tested in accordance with 8.5.2 after removal of any coating in accordance with 8.1.1. (See Annex D.)

NOTE Toys and components that have no accessible glass, ceramic or metallic materials are not tested according to 8.5.2. (See Annex D.)

8.5.2 Test procedure

Place the toy or component in a 50 ml glass container with nominal dimensions: height 60 mm, diameter 40 mm. Add a sufficient volume of an aqueous solution of $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (see 6.1.1) at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ to just cover the toy or component. Cover the container, protect the contents from light and allow the contents to stand for 2 h at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

NOTE This type of container will take all components/toys that fit inside the small parts cylinder.

Without delay, efficiently separate the solids from the solution, firstly by decantation followed by filtration using a membrane filter (see 6.2.3), and if necessary, by centrifuging at up to $5\,000 g^{4)}$ (see 6.2.4). Separation shall be completed as soon as possible after the completion of the standing time; centrifuging shall take no longer than 10 min and shall be reported under 10e).

If the resulting solutions are to be kept for more than 24 h prior to analysis they shall be stabilized by addition of hydrochloric acid so that the concentration of the stored solution is approximately $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

8.6 Other materials, whether mass coloured or not (see Annex D)

8.6.1 Sample removal/preparation procedures

Obtain a test portion of not less than 100 mg of the material according to 8.2.1, 8.3.1, 8.4.1 or 8.5.1 whichever is appropriate.

If the laboratory sample is not uniform in its material, a test portion shall be obtained from each different material present in a mass greater than 10 mg. Where there is between 10 mg and 100 mg of uniform material, the mass of the test portion shall be reported under 10e), and the quantity of the appropriate elements shall be calculated as if 100 mg of the test portion had been used.

If the material to be tested is coated with a coating of paint, varnish, lacquer, printing ink or similar coating follow the procedure in 8.1.1.

8.6.2 Test procedures

The materials shall be tested by the most appropriate method of 8.2.2, 8.3.2, 8.4.2 or 8.5.2. The method used shall be reported under 10e).

⁴⁾ $g = 9,806\,65 \text{ m/s}^2$.

8.7 Materials intended to leave a trace

8.7.1 *Sample removal/preparation procedure for materials in solid form*

Obtain a test portion of not less than 100 mg of the material by cutting into test pieces, which in the uncompressed condition shall have no dimensions greater than 6 mm.

A test portion shall be obtained from each different material intended to leave a trace, present in the laboratory sample in a mass greater than 10 mg. Where there is between 10 mg and 100 mg of material, the mass of the test portion shall be reported under 10e) and the quantity of the appropriate elements shall be calculated as if 100 mg of the test portion had been used. If the material contains any grease, oil, wax or similar material, the test portion shall be enclosed in hardened filter-paper and these ingredients shall be removed with n-heptane by using solvent-extraction (see 6.1.6).

8.7.2 *Sample removal/preparation procedure for materials in liquid form*

Obtain a test portion of not less than 100 mg of the material from the laboratory sample. The use of an appropriate solvent to facilitate the obtaining of a test portion is permitted.

A test portion shall be obtained from each different material intended to leave a trace, present in the laboratory sample in a mass greater than 10 mg. Where there is between 10 mg and 100 mg of material, the mass of the test portion shall be reported under 10e) and the quantity of the appropriate elements shall be calculated as if 100 mg of the test portion had been used. If the material is intended to solidify in normal use and contains grease, oil, wax or similar material, the test portion shall be allowed to solidify under normal use conditions and the resulting material shall be enclosed in hardened filter-paper and the grease, oil, wax or similar material shall be removed with n-heptane (6.1.6) by using solvent-extraction.

8.7.3 *Test procedure for samples not containing grease, oil, wax or similar material*

Using the appropriate sized container (see 6.2.6), mix the test portion so prepared with 50 times its mass of an aqueous solution at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ of $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (see 6.1.1). For a test portion mass of between 10 mg and 100 mg, mix the test portion with 5,0 ml of this solution at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$. Shake for 1 min. Check the acidity of the mixture.

If the test portion contains large quantities of alkaline materials, generally in the form of calcium carbonate, adjust the pH to between 1,0 and 1,5 with hydrochloric acid $c(\text{HCl})$ approximately 6 mol/l (see 6.1.5) in order to avoid overdilution. The amount of hydrochloric acid used in relation to the amount of solution shall be reported under 10e). If only small quantities of alkaline material are present and the pH of the mixture is greater than 1,5 add dropwise, while shaking the mixture, an aqueous solution of $c(\text{HCl})$ approximately 2 mol/l (see 6.1.4) until the pH is between 1,0 and 1,5. Protect the mixture from light. Agitate the mixture at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (see 6.2.5) for 1 h continuously and then allow to stand for 1 h at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

8.7.4 *Test procedure for samples containing grease, oil, wax or similar material*

With the test portion remaining in the hardened filter-paper, macerate the test portion so prepared with 25 times the mass of the original material with water (see 6.1.7) at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ so that the resulting mixture is homogeneous. Quantitatively transfer the mixture to the appropriate sized container (see 6.2.6). Add to the mixture an aqueous solution of $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (see 6.1.2) at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ in the proportion of 25 times the mass of the original test portion. In the case of a test portion mass between 10 mg and 100 mg macerate the test portion with 2,5 ml of water (see 6.1.7). Quantitatively transfer the mixture to the appropriate sized container (see 6.2.6). Add 2,5 ml of $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (see 6.1.2) at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ to the mixture. Shake for 1 min. Check the acidity of the mixture. If the test portion contains large quantities of alkaline materials, generally in the form of calcium carbonate, adjust the pH between 1,0 and 1,5 with hydrochloric acid $c(\text{HCl})$ approximately 6 mol/l (see 6.1.5) in order to avoid overdilution. The amount of hydrochloric acid used in relation to the amount of solution shall be reported under 10e).

If only a small quantity of alkaline material is present and the pH of the mixture is greater than 1,5 add dropwise, while shaking the mixture, an aqueous solution of $c(\text{HCl})$ approximately 2 mol/l (see 6.1.4) until the pH is between 1,0 and 1,5. Protect the mixture from light. Agitate the mixture at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (see 6.2.5) for 1 h continuously and then allow to stand for 1 h at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

NOTE The volume of the solution $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ or $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$, as the case may be, is calculated on the mass of the test portion prior to dewaxing.

Without delay, efficiently separate the solids from the solution, firstly by filtration using a membrane filter (see 6.2.3) and if necessary, by centrifuging at up to 5 000 $g^{(5)}$ (see 6.2.4). Separation shall be completed as

 EN 71-3:1994

soon as possible after the completion of the standing time; centrifuging shall take no longer than 10 min and shall be reported under 10e).

If the resulting solutions are to be kept for more than the working day prior to analysis they shall be stabilized by addition of hydrochloric acid so that the concentration of the stored solution is approximately $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

8.8 Pliable modelling materials, including modelling clays, and gels

8.8.1 Sample removal/preparation procedure

Obtain a test portion of not less than 100 mg of the material from the laboratory sample.

A test portion shall be obtained from each different material in the laboratory sample. If the material contains grease, oil, wax or similar material, the test portion shall be enclosed in hardened filter-paper and these ingredients shall be removed with n-heptane by using solvent-extraction (see 6.1.6).

8.8.2 Test procedure for samples not containing grease, oil, wax or similar material

Using the appropriate sized container (see 6.2.6) mix the test portion so prepared after breaking up of clay or doughy materials, if appropriate, with 50 times its mass of an aqueous solution at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ of $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (see 6.1.1).

Shake the mixture for 1 min. Check the acidity of the mixture. If the test portion contains large quantities of alkaline materials, generally in the form of calcium carbonate, adjust the pH to between 1,0 and 1,5 with hydrochloric acid $c(\text{HCl})$ approximately 6 mol/l (see 6.1.5) in order to avoid overdilution. The amount of hydrochloric acid used in relation to the amount of solution shall be reported under 10e). If only a small quantity of alkaline material is present and the pH of the mixture is greater than 1,5 add dropwise, while shaking the mixture, an aqueous solution of $c(\text{HCl})$ approximately 2 mol/l (see 6.1.4) until the pH is between 1,0 and 1,5. Protect the mixture from light. Agitate the mixture at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (see 6.2.5) for 1 h continuously and then allow to stand for 1 h at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

8.8.3 Test procedure for samples containing grease, oil, wax or similar material

With the test portion remaining in the hardened filter-paper, macerate the test portion so prepared with 25 times the mass of the original material with water (see 6.1.7) at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ so that the resulting mixture is homogeneous. Quantitatively transfer the mixture to the appropriate sized container (see 6.2.6). Add to the mixture an aqueous solution of $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (see 6.1.2) at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ in the proportion of 25 times the mass of the original test portion. Shake for 1 min. Check the acidity of the mixture. If the test portion contains large quantities of alkaline materials, generally in the form of calcium carbonate, adjust the pH between 1,0 and 1,5 with $c(\text{HCl})$ approximately 6 mol/l (see 6.1.5) in order to avoid overdilution. The amount of hydrochloric acid used in relation to the amount of solution shall be reported under 10e).

If only a small quantity of alkaline material is present and the pH of the mixture is greater than 1,5 add dropwise, while shaking the mixture, an aqueous solution of $c(\text{HCl})$ approximately 2,0 mol/l (see 6.1.4) until the pH is between 1,0 and 1,5. Protect the mixture from light. Agitate the mixture at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (see 6.2.5) for 1 h continuously and then allow to stand for 1 h at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

NOTE The volume of the solution $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ or $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$, as the case may be, is calculated on the mass of the test portion prior to dewaxing.

Without delay, efficiently separate the solids from the solution, firstly by filtration using a membrane filter (see 6.2.3), and if necessary, by centrifuging at up to $5\,000 \text{ g}^{5)}$ (see 6.2.4). Separation shall be completed as soon as possible after the completion of the standing time; centrifuging shall take no longer than 10 min and shall be reported under 10e).

If the resulting solutions are to be kept for more than the working day prior to analysis they shall be stabilized by addition of hydrochloric acid so that the concentration of the stored solution is approximately $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

8.9 Paints, varnishes, lacquers, glazing powders and similar materials in solid or in liquid form

8.9.1 Sample removal/preparation procedure for materials in solid form

Obtain a test portion of not less than 100 mg of the material by scraping off the material or by cutting into test pieces, as appropriate, which in the uncompressed condition shall have no dimensions greater than 6 mm.

⁵⁾ $\text{g} = 9,806\,65 \text{ m/s}^2$.

A test portion shall be obtained from each different material present in the laboratory sample in a mass greater than 10 mg. Where there is between 10 mg and 100 mg of material, the mass of the test portion shall be reported under 10e) and the quantity of the appropriate elements shall be calculated as if 100 mg of the test portion had been used. If the material contains any grease, oil, wax or similar material the test portion shall be enclosed in hardened filter-paper and these ingredients shall be removed with n-heptane by using solvent-extraction (see 6.1.6).

If the test portion is removed by scraping comminute the test portion so that the material is capable of passing through a metal sieve with an aperture of 0,5 mm (see 6.2.1).

8.9.2 *Sample removal/preparation procedure for materials in liquid form*

Obtain a test portion of not less than 100 mg of the material from the laboratory sample. The use of an appropriate solvent to facilitate the obtaining of a test portion is permitted.

A test portion shall be obtained from each different material present in the laboratory sample in a mass greater than 10 mg. In the case where there is between 10 mg and 100 mg of material, the mass of the test portion shall be reported under 10e) and the quantity of the appropriate elements shall be calculated as if 100 mg of the test portion had been used. If the material is intended to solidify in normal use and contains grease, oil, wax or similar material, the test portion shall be allowed to solidify under normal use conditions and the resulting material shall be enclosed in hardened filter-paper and the grease, oil, wax or similar material shall be removed with n-heptane using solvent-extraction (see 6.1.6).

8.9.3 *Test procedure for samples not containing grease, oil, wax or similar material*

Follow the procedure in 8.7.3.

8.9.4 *Test procedure for samples containing grease, oil, wax or similar material*

With the test portion remaining in the filter-paper, macerate the test portion so prepared with 25 times the mass of the original material with water (see 6.1.7) at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ so that the resulting mixture is homogeneous. Quantitatively transfer the mixture to the appropriate sized container (see 6.2.6). Add to the mixture an aqueous solution of $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (see 6.1.2) at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ in the proportion of 25 times the mass of the original test portion. Shake for 1 min. Check the acidity of the mixture. If the test portion contains large quantities of alkaline materials, generally in the form of calcium carbonate, adjust the pH to between 1,0 and 1,5 with $c(\text{HCl})$ approximately 6 mol/l (see 6.1.5) in order to avoid overdilution. The amount of hydrochloric acid used in relation to the amount of solution shall be reported under 10e).

If only a small quantity of alkaline material is present and the pH of the mixture is greater than 1,5 add dropwise, while shaking the mixture, an aqueous solution of $c(\text{HCl})$ approximately 2 mol/l (see 6.1.4) until the pH is between 1,0 and 1,5. Protect the mixture from light. Agitate the mixture $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (see 6.2.5) for 1 h continuously and then allow to stand for 1 h at $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

NOTE The volume of the solution $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ or $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$, as the case may be, is calculated on the mass of the test portion prior to dewaxing.

Without delay, efficiently separate the solids from the solution, firstly by filtration using a membrane filter (see 6.2.3), and if necessary, by centrifuging at up to $5\,000 \text{ g}^{(6)}$ (see 6.2.4). Separation shall be completed as soon as possible after the completion of the standing time; centrifuging shall take no longer than 10 min and shall be reported under 10e).

If the resulting solutions are to be kept for more than one working day prior to analysis they shall be stabilized by addition of hydrochloric acid so that the concentration of the stored solution is approximately $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

9 Determination of the quantity of migrated elements

For the determination of the quantity of elements given in clause 1, methods having a detection limit of a maximum of 1/10 of the values to be determined (see 4.1, Table 1) shall be applied. The detection limit (of a method) is deemed to be three times the standard deviation of the blank value as measured by the laboratory carrying out the analysis of the toy materials.

Laboratories deviating from this requirement shall report the detection limit under 10c).

⁶⁾ $\text{g} = 9,806\,65 \text{ m/s}^2$.

10 Test report

The test report shall contain at least the following information:

- a) type and identification of the product and/or material tested;
- b) a reference to this European Standard (EN 71-3:1994);
- c) the techniques used for determining the quantity of each element and the detection limit if the limit is deviating from the requirements in clause 9;
- d) the results of the tests expressed as mg element/kg material, stating that the result is related to the soluble element;
- e) details of the procedure used (from clause 8) to prepare the test portion (including for example, if base material was incorporated, if centrifuging was required to separate the solids from the solution prior to analysis, if additional acid was required to lower the pH, if the ratio of solid to acid extractant exceeds 1 : 50) and if the specimen was adjusted to 1 mol/l for overnight storage;
- f) any departure by agreement or otherwise from the test procedure specified;
- g) date of the test.

Annex A *deleted*

Annex B (normative)
Sieve requirements

Table B.1 — Sieve dimensions and tolerances

Dimensions in millimetres

Nominal aperture size	Nominal wire diameter in test sieve	Tolerances		
		Maximum deviation for size of an individual aperture	Tolerance for average aperture	Intermediate deviation (no more than 6 % of the apertures to exceed the nominal plus this figure)
0,500	0,315	+0,090	±0,018	+0,054

Annex C (informative) Preparation and analysis of test portions

The diagram given below is an indication of which procedure to be used for the various toy materials.

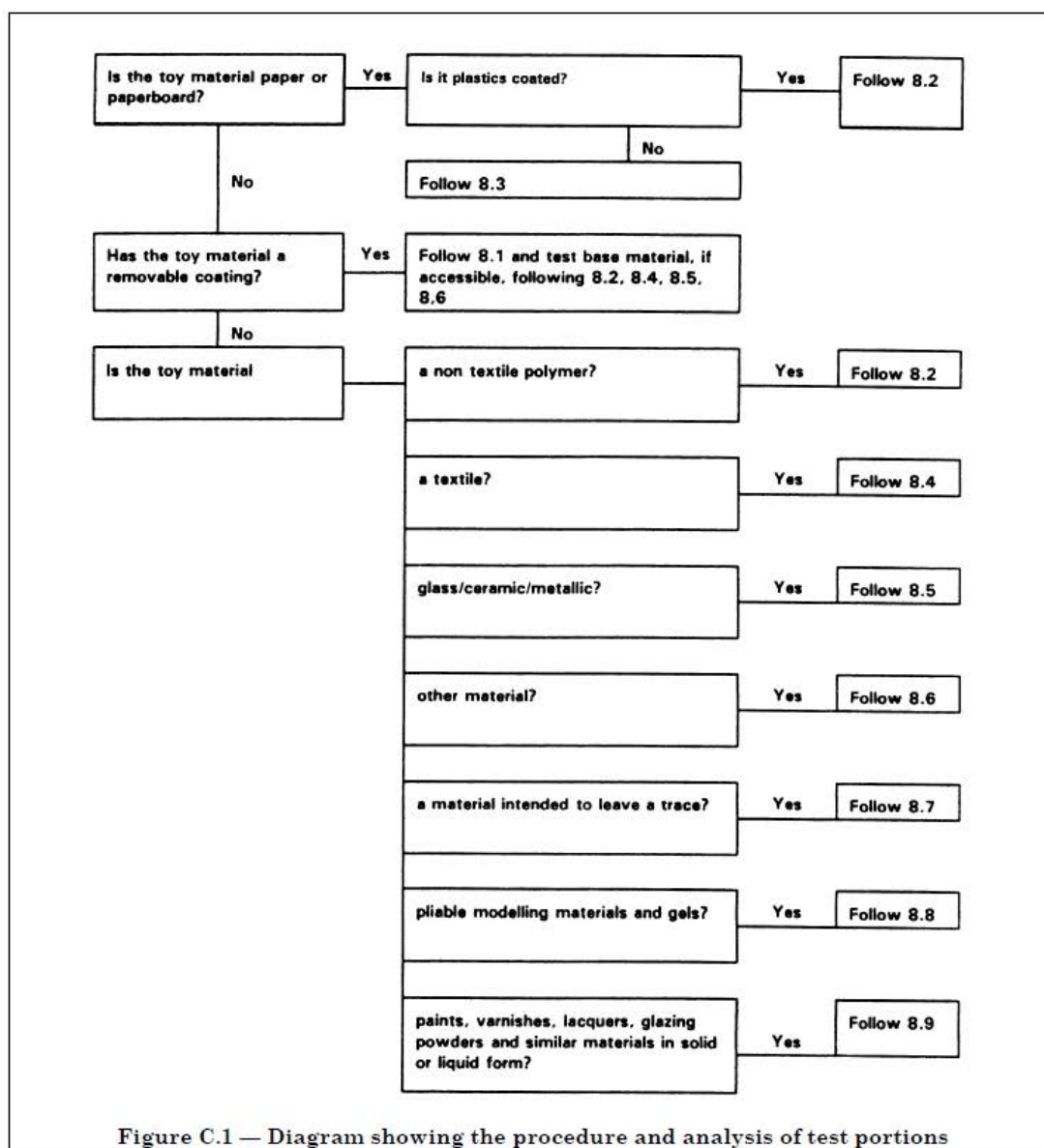


Figure C.1 — Diagram showing the procedure and analysis of test portions

Annex D (informative)

Background and rationale for the requirements and test methods in this part of EN 71

D.1 Introduction

The way bioavailability is defined in the Toy Safety Directive⁷⁾ led to the test methods in the standard addressing the amount of soluble element migration from a toy material.

The approach of total element determinations was discounted because of the following reasons.

- a) The Directive indicates bioavailability limits and there has been no link to date between the availability of an element in a toy material with respect to extraction with simulated gastric solutions and the total element content of the material.
- b) In some instances such as barium sulfate, 2 % can be included in products to render them radio opaque. This use of barium would either have to be excluded from toys or a separate requirement made.

Cadmium compounds can be used as a stabilizer in plastics such as polyvinylchloride (PVC). These compounds under normal conditions are insoluble in the simulated gastric solution. Its use therefore, if total elements were determined, would have to be accounted for in the requirements of the standard. A case can be made for selenium, which can be present as a constituent of insoluble pigments, etc. (See also D.4.)

D.2 Scope

D.2.1 Packaging

“Unless part of the toy” is suggested to mean, for example, boxes containing jigsaw puzzles or where the instructions are included on the packaging in the case of games, etc., but taking into account the 2nd indent of the note in the scope restricting the requirements to toys intended for children up to 6 years of age. It is not intended to address for example, blister packs containing simple instructions.

D.2.2 Scope note

The note is intended to indicate an approach to the decision of what toys, or toy components are excluded from the standard because of characteristics that render them unlikely to present a risk of injury by the ingestion of materials containing the toxic elements.

This was considered a logical approach for a number of reasons including:

- as children get older there is less of a tendency for them to place toy/toy materials in their mouths and therefore the risk presented by the ingestion of toxic elements is reduced;
- the larger the toy, or the less accessible the material, the risk of ingestion of toxic elements is diminished.

It was therefore considered that all toys intended to be placed in the mouth, or close to the mouth would be tested, e.g. pencils.

Toys intended for children over the age of six years were considered not to pose a significant risk of injury through the ingestion of toxic elements.

⁷⁾ See European Council Directive 88/378/EEC of 3 May 1988 concerning the safety of toys (published in the official journal of the EC No. L 187 of 16 July 1988).

 EN 71-3:1994

D.3 Specific requirements (see 4.1)

The limit of soluble barium has been raised from 500 mg/kg to 1 000 mg/kg for the following reasons.

The use of barium sulfate in toys has led to levels of soluble barium in the extraction solution $c(\text{HCl}) = (0,07 \pm 0,005) \text{ mol/l}$ at 37 °C of between 400 mg/kg and 600 mg/kg as expressed in the weight of toy material taken. This level is such that due to the statistical uncertainty of the determination, a PASS or FAIL could not be indicated.

The formation of non-bioavailable colloidal barium sulfate crystals in the filtrate resulting in levels of apparently soluble barium which exceed 500 mg/kg because of problems with filtration.

In addition, the previous limit of migration of barium of 500 mg/kg from toy materials was not consistent with 25,0 µg/day bioavailability and the 8 mg/day of toy material intake; 25,0 µg corresponds to a migration limit of 3 125 mg/kg. It is understood that the 500 mg/kg limit was consciously selected despite the "theoretical" 3 125 mg/kg figure. The effect of the 500 mg/kg limit was to reduce the bioavailability from the advised 25 µg to 4 µg. It should be noted that the 25,0 µg figure has been reduced from an initial 50,0 µg, not for toxicological reasons, but according to the Commission of the European Communities, "to reduce the avoidable input on body burden".

D.4 Statistical uncertainty of the test procedure and interpretation of results (see 4.2)

Most chemical test methods are designed to measure the total amount of a substance in a material. This makes it easier to obtain an accurate result with close statistical agreement between laboratories because there is an absolute or true value.

Because of the way bioavailability is defined in the Toy Safety Directive⁸⁾, the test methods in the standard measure the amount of soluble element migration from a toy material. With this type of chemical test the result is dependent upon the specified conditions of test and there is no absolute or true value. Consequently, it is more difficult to obtain close statistical agreement between laboratories when performing such migration tests.

This is illustrated by the statistical information in the 1988 edition of the standard taken from a 1987 European interlaboratory trial involving 17 laboratories. Results on an identical material varied by at least 30 % and up to 50 % between laboratories depending on the instrumental technique used to measure the soluble element concentration of the filtrate. Moreover, these figures would be approximately 3 times higher if adjusted to give a 95 % confidence level.

This degree of statistical uncertainty creates problems for manufacturers and enforcement authorities if test results are near the maximum limits allowed in the standard. Then it is not statistically possible to pass or fail a toy and it leads to inconsistency in the interpretation of results.

There is no direct relationship between the total element content of a toy material and the soluble migration of that element under the standard test conditions. Therefore, measuring the total element content and converting the result to give a soluble element figure is not an answer to this problem. Setting maximum total element limits is a possibility but requires an amendment to the Toy Safety Directive⁸⁾. (See also D.1.)

Since 1988, the test procedure for paint coatings on toys has been thoroughly investigated to find which parameters significantly affect the results. The most critical parameter is the shape, size and mass of the paint particles produced by removal of the paint and its subsequent comminution. Other less critical parameters include the method of shaking, the temperature, and the type and porosity of filter-paper.

As a result, a defined scraping and comminution procedure for collecting a 300 µm to 500 µm paint test portion was proposed as a revision to the test procedure. A European interlaboratory trial was conducted in 1993 with 29 participating laboratories to compare the amended procedure with that in the 1988 standard.

The trial showed that results on an identical material can vary by at least 25 % and up to 80 % depending on the instrumental technique used to measure the soluble element concentration of the filtrate.

Statistical agreement between laboratories showed improvement using a defined scraping procedure, but not when collecting a 300 µm to 500 µm test portion. However, any improvement was not significant enough to justify the proposed changes.

⁸⁾ See page 14.

The trial confirmed that different instrumental techniques contribute to the statistical uncertainty of the test procedure. It was also noted that laboratories need to check and calibrate their instruments on a regular basis to ensure accurate readings. Inductively Coupled Plasma (ICP) was more widely used by laboratories this time and tended to show better agreement for most of the elements, particularly arsenic, antimony and selenium. However, it is not as sensitive as hydride generation methods for low levels of the same elements.

A test procedure that produces results varying, at best, by 25 % between laboratories would normally be considered as technically unsuitable as a reference method. However, in reality, toys will either easily pass or fail this test and only in relatively few cases will a result come within the area of uncertainty. When this occurs, it is important that laboratories interpret the results in the same way.

It has been accepted that the test procedure cannot be improved without imposing time consuming, costly, and in some cases, impractical burdens on laboratories with little benefit in terms of statistical agreement and safety. Therefore, the procedure allows laboratories to use their preferred technique for scraping the paint off toys, collecting the portion that passes through a 500 µm sieve and determining the soluble element concentration of the filtrate.

To achieve consistent interpretation of results, a correction factor for each element has been introduced into the standard applicable to all instrumental techniques. These are taken from the precision data in the 1988 standard and are used when an analytical result equals or exceeds the maximum limit. The analytical result is adjusted as described in 4.2, using the relevant correction factor. This way of interpreting the results is perfectly adequate as a screening test to differentiate between safe and unsafe toys as well as ensuring the safety of children.

In future, it is recommended that laboratories check and compare their performance when using the test procedure by using reference materials and participating in a proficiency scheme.

D.5 Reagents (see 6.1)

D.5.1 *deleted*

D.6 Apparatus (see 6.2)

D.6.1 *Plain weave wire cloth stainless steel metal sieve* (see 6.2.1)

See D.4.

D.6.2 *A means of measuring pH* (see 6.2.2)

The measurement of pH is now not restricted to the use of a pH meter.

D.6.3 *Centrifuge* (see 6.2.4)

This is a new subclause and specifies the performance requirements for centrifuging limits and amount of time permitted for centrifuging (to 10 min) and requires this to be reported under 10e). The later is necessary as centrifuging has been reported to increase the extraction of barium.

D.6.4 *A selection of containers* (see 6.2.6)

The indication of the gross volume of the containers is intended to ensure adequate movement of the solution leading to a more efficient extraction.

EN 71-3:1994

D.7 Selection of test portions (see clause 7)

The practice of analysing “composite” (combination of different materials or colours) test portions is neither appropriate nor will it normally be necessary (with the availability of the “5,0 ml” test method). The analysis of composite materials is not satisfactory because from a theoretical viewpoint it can result in the reduction in the migration of toxic elements that would otherwise occur. A simple example is known to have occurred, i.e. barium extraction from paint was reduced when co-extracted with another paint. This may have been the result of a counter-ion in the second paint which would cause the barium to be precipitated. Sulfate is such a counter-ion; whether sulfate itself was involved is not known and is not important for the establishment of this principle. Thus, except for the cases where the separation of colours or toy material is impractical, e.g. dot printing, each discrete area is treated as a single sample.

The note makes it possible to test toy materials which are not in the form of a toy for reference purposes. However, the standard clearly requires taking of test portions from the toy itself.

D.8 Paper and paper board (see 8.3)**D.8.1 Sample removal/preparation procedure (see 8.3.1)**

Paper and paper board are to be treated as if they were a single material, i.e. surface coatings, if present, are not to be removed, but test portions will include representative parts of the surface. This procedure has been adopted because in the practical situation of a child chewing paper and paper board, preferential removal of a coating is unlikely and the substrate is equally important.

D.9 Textiles, whether natural or synthetic (see 8.4)**D.9.1 Sample removal/preparation procedure (see 8.4.1)**

It is not feasible to take separate coloured test portions from a complex patterned fabric. It is therefore required that a single test portion be taken that represents all the colours in the material.

D.10 Glass/ceramic/metallic materials (see 8.5)**D.10.1 Sample removal/preparation procedure (see 8.5.1)**

Toys or components which do not fit entirely within the “small parts cylinder” of EN 71-1 are not tested because there is no hazard from ingestion and no significant extraction occurs with saliva simulator. The small parts cylinder is used to assess the size of toy/toy components of all relevant age groups. Comminution of glass, ceramic and metallic materials is inappropriate. Agitation of the test solution would be impractical for many examples and thus extraction is carried out without shaking. The diameter of the vessel and the orientation of the test portion have been selected to minimize variables.

Glass, ceramic and metallic materials completely coated so that no glass, ceramic or metal is accessible as defined in EN 71-1 are not tested according to this requirement.

Where glass, ceramic and metal surfaces are accessible even when partially covered by a coating these are tested in accordance with 8.5.2 after removal of the partial coating entirely according to the method in 8.1.1. This procedure is a compromise as only a single toy may be taken as a sample as specified in clause 7 of this standard.

D.11 Other materials, whether mass coloured or not (see 8.6)

This subclause incorporates mass coloured materials and other materials which are not coloured such as wood, hardboard, leather and bone, etc. which may have received some other treatment, but were not covered by the 1988 standard.

Annex ZA (informative)**Clauses of this European Standard addressing essential requirements or other provisions of EU Directives**

This European Standard has been prepared under a mandate given to CEN by the European Commission and the European Free Trade Association and supports essential requirements of EU Directive 88/378/EEC.

WARNING: Other requirements and other EU Directives may be applicable to the product(s) falling within this standard.

The following clause of this standard as detailed in Table ZA.1, is likely to support requirements of Directive 88/378/EEC.

Compliance with the clauses of this standard provides one means of conforming with the specific essential requirements of the Directive concerned and associated EFTA regulations.

Table ZA.1 — Correspondence between this European Standard and EU Directives

Essential Requirements of Directive 88/378/EEC as given in its Annex II	Corresponding clause of this part of EN 71
II.3 1., 2. and 3. (Chemical properties)	6.1.6, 8.7.1, 8.7.2, 8.8.1, 8.9.1, 8.9.2

BS EN
71-3:1995
BS 5665-3:
1995

BSI — British Standards Institution

BSI is the independent national body responsible for preparing British Standards. It presents the UK view on standards in Europe and at the international level. It is incorporated by Royal Charter.

Revisions

British Standards are updated by amendment or revision. Users of British Standards should make sure that they possess the latest amendments or editions.

It is the constant aim of BSI to improve the quality of our products and services. We would be grateful if anyone finding an inaccuracy or ambiguity while using this British Standard would inform the Secretary of the technical committee responsible, the identity of which can be found on the inside front cover. Tel: 020 8996 9000. Fax: 020 8996 7400.

BSI offers members an individual updating service called PLUS which ensures that subscribers automatically receive the latest editions of standards.

Buying standards

Orders for all BSI, international and foreign standards publications should be addressed to Customer Services. Tel: 020 8996 9001. Fax: 020 8996 7001. Standards are also available from the BSI website at <http://www.bsi-global.com>.

In response to orders for international standards, it is BSI policy to supply the BSI implementation of those that have been published as British Standards, unless otherwise requested.

Information on standards

BSI provides a wide range of information on national, European and international standards through its Library and its Technical Help to Exporters Service. Various BSI electronic information services are also available which give details on all its products and services. Contact the Information Centre. Tel: 020 8996 7111. Fax: 020 8996 7048.

Subscribing members of BSI are kept up to date with standards developments and receive substantial discounts on the purchase price of standards. For details of these and other benefits contact Membership Administration. Tel: 020 8996 7002. Fax: 020 8996 7001. Further information about BSI is available on the BSI website at <http://www.bsi-global.com>.

Copyright

Copyright subsists in all BSI publications. BSI also holds the copyright, in the UK, of the publications of the international standardization bodies. Except as permitted under the Copyright, Designs and Patents Act 1988 no extract may be reproduced, stored in a retrieval system or transmitted in any form or by any means – electronic, photocopying, recording or otherwise – without prior written permission from BSI.

This does not preclude the free use, in the course of implementing the standard, of necessary details such as symbols, and size, type or grade designations. If these details are to be used for any other purpose than implementation then the prior written permission of BSI must be obtained.

If permission is granted, the terms may include royalty payments or a licensing agreement. Details and advice can be obtained from the Copyright Manager. Tel: 020 8996 7070.

BSI
389 Chiswick High Road
London
W4 4AL

ภาคผนวก ค

มาตรฐานปริมาณตะกั่วในผลิตภัณฑ์สำหรับเด็ก
รวมถึงเครื่องประดับสำหรับเด็ก



UNITED STATES
CONSUMER PRODUCT SAFETY COMMISSION
DIRECTORATE FOR LABORATORY SCIENCES
DIVISION OF CHEMISTRY
10901 DARNESTOWN RD
GAITHERSBURG, MD 20878

Test Method: CPSC-CH-E1001-8.1
Standard Operating Procedure for Determining Total Lead (Pb) in Metal
Children's Products (including Children's Metal Jewelry), Revision
June 21, 2010*

This document provides detailed information on test methodologies that will be used by the U.S. Consumer Product Safety Commission's testing laboratory (LSC) in the analysis of children's metal products for lead (Pb) content. The set of methods described are used to determine the total lead content of metal items such as but not limited to children's metal jewelry. This version replaces the previously issued Test Method CPSC-CH-E1001-08. The changes are mainly editorial in nature.

CPSC staff has concluded that these test methods are sufficient to determine lead content in most metal consumer products. Adjustments may be necessary for products made from certain alloys, and should be based on sound chemistry knowledge and appropriate acids for the matrix. Test methods selected shall be those that best demonstrate they can achieve total digestion of the sample material being analyzed. Test methods shall not be used if they are inconsistent with the specified application of the test method or do not demonstrate the best performance or proficiency for achieving total digestion of the sample material.

The methods apply to metal and metal alloy components and have not been recommended by CPSC staff for other materials that will not dissolve under the conditions specified below, or when combined with the specified acid(s) results in an inappropriate combination of materials that would not be consistent with safe laboratory practices.

The general approach is to grind any accessible component part of a sample to a powder, digest completely in a combination of hot concentrated nitric and hydrochloric acids and analyze by Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES).

*This is a revision of CPSC Test Method CPSC-CH-E1001-08. This document was prepared by CPSC staff, has not been reviewed or approved by, and may not necessarily reflect the views of the Commission

Other analytical methods such as Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry (ICP-MS) and Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FLAA) and Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy (GFAA) may be used under appropriate conditions as an alternative to ICP-OES using applicable, recognized analytical techniques for the alternative method.

Definitions

1. Sample – An individual consumer product or a group of identical consumer products from a batch to be tested.
2. Component part – Individual sub-unit within the total sample. An item such as a bracelet may be broken into its component parts such as bead, hook, pendant, with those component parts individually analyzed.
3. Instrument Detection Limit (IDL) – 3 times the standard deviation of 10 replicate measurements of reagent blank.
4. Method Detection Limit (MDL) - Reagent blank fortified with 2-3 times the IDL. Seven replicate measurements are made. Calculate the MDL as follows: $MDL = t \times S$, $t = 3.14$ (99% confidence level for 7 replicates), $S =$ standard deviation.
5. Laboratory Reagent Blank (LRB) – extraction or digestion media used for a particular Pb test. LRB data are used to assess contamination from the laboratory environment.
6. Calibration Blank – deionized water acidified with nitric acid (3 ml concentrated nitric acid diluted to 100 ml with deionized water).
7. Stock Standard Solution – 1000 ppm solution of Pb purchased from reputable commercial source, used to prepare calibration standards. Replace before expiration date.
8. Calibration Standards - Solutions containing 0 to 25 ppm of Pb in 3% nitric acid matrix are used. A minimum of 4 calibration standards are used. Calibration standards shall be prepared weekly.
9. Quality Control Sample (QCS) - A solution containing Pb that is used to evaluate the performance of the instrument system. QCS is obtained from a source external to the laboratory and Stock Standard Solution.
10. Certified Reference Material (CRM) – CRMs are materials with similar matrix as test samples with known lead levels. The CRMs are used to verify digestion and analysis methods. Examples of CRMs are listed in the Equipment and Supplies section below, but are not limited to only the ones listed.

Equipment and Supplies: The materials used for sampling and analyses are as follows:

1. Nitric Acid, Trace Metal Grade
2. Hydrochloric Acid, Trace Metal Grade
3. Digestion Vessels, 50ml
4. Hot block digester (such as Environmental Express Hot Block)
5. Metal Cutters
6. Distilled Water
7. Microwave Digestion Apparatus
8. Rotary Grinder (Such as Dremel Tool) with carbide burr grinders
9. Orbital Shaker

10. CRMs for Metals with known lead content, such as NIST SRM 54d, 1728, etc.
11. Internal Standard (such as yttrium, from a stock standard solution of that element, appropriate to the instrument parameters of the ICP used for the analysis)

I. Total Pb in Metals Digestion

When preparing a sample, the laboratory shall make every effort to assure that the aliquot removed from a component part of a sample is representative of the component to be tested, and is free of contamination.

Each unique, accessible component part from a sample is analyzed for total Pb content. CPSC laboratory staff use either of two methods for determining lead content in metal items.

One method used by CPSC staff is a hot block digestion, based on methodology found in Canada Product Safety Bureau Method C-02.4.¹ This method is equivalent to the procedure referred to as *I. Screening Test for Total Pb Analysis* given in the CPSC Standard Operating Procedure for Determining Lead (Pb) and Its Availability in Children's Metal Jewelry 2/3/2005 (<http://www.cpsc.gov/businfo/pbjeweltest.pdf>). Note that the second part of the reference procedure for determining acid extractability is not applicable for the determination of total lead content.

The other method used by CPSC staff is a microwave digestion method based on EPA method 3051A² (<http://www.epa.gov/epawaste/hazard/testmethods/sw846/pdfs/3051a.pdf>) with modifications as described below.

Modifications of these methods may be necessary for certain alloys taking into account appropriate acids for digestion. Certified reference materials that closely match the alloy of the tested product should be used to verify accuracy of digestion and analysis methods.

SAMPLE PREPARATION METHODS

Either of two methods outlined below have been found by LSC staff to be suitable for preparation of metal samples within the scope of this document for subsequent elemental analysis.

A. Hot Block Method

1. If the item is coated with paint or a similar surface coating (it may contain Pb), the coating shall be removed and analyzed, separately from the base metal, for lead content as described in the CPSC Standard Operating Procedure for Determining Lead (Pb) in Paint (<http://www.cpsc.gov/businfo/leadsop.pdf>). Care should be taken to remove as little of the substrate metal as possible.
2. Weigh out 30-100mg of a component part in labeled 50ml digestion vessel. Component parts of children's products including metal jewelry items generally weigh several grams

¹ Determination of Total Lead in Metallic Consumer Products

² Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils

or more, and an aliquot (with no paint or similar surface coating, but including any electroplated coating which is considered to be part of the substrate) will have to be obtained. Samples should be cut or ground into many small pieces to increase the rate of dissolution. If used, grinding apparatus (such as a rotary grinding tool with disposable grinding bits) must be thoroughly cleaned to prevent cross-contamination. Record actual weight to the nearest 0.1 mg.

3. In a chemical fume hood, add 8ml of concentrated nitric acid to each beaker and evaporate to approximately 3ml on a hot block digester at $105\pm 3^{\circ}\text{C}$.
4. After cooling, add 2ml of concentrated hydrochloric acid and stir.
5. Dilute with distilled water, washing side of beaker, to 20ml.
6. Warm up solution to at least 60°C and gently agitate on orbital shaker or with stirrer or shaker bath for a minimum of 4 hours.
7. Transfer quantitatively into a 50ml volumetric flask or disposable volumetric digestion cups and dilute to 50ml with distilled water.
8. Dilute samples so that Pb results are within calibration range of instrument. Generally a 1:50 dilution is sufficient.

B. Microwave Method

1. If the item is coated with paint or a similar surface coating (it may contain Pb), the coating shall be removed and analyzed, separately from the base metal, for lead content as described in the CPSC Standard Operating Procedure for Determining Lead (Pb) in Paint (<http://www.cpsc.gov/businfo/leadsop.pdf>). Care should be taken to remove as little of the substrate metal as possible.
2. Weigh out a 30-100 mg piece of metal item into appropriate microwave vessel equipped with a controlled pressure relief mechanism. Component parts of children's products including metal jewelry items generally weigh several grams or more, and an aliquot (with no paint or similar surface coating) will have to be obtained. Samples should be cut or ground into many small pieces to increase the rate of dissolution. If used, grinding apparatus (such as a rotary grinding tool with disposable grinding bits) must be thoroughly cleaned to prevent cross-contamination. Record actual weight to the nearest 0.1 mg.
3. Add 4.5 ml of concentrated nitric acid, and 1.5 ml of concentrated hydrochloric acid to each vessel. Wait for initial reaction of acid and sample at room temperature to be complete (to the point of no obvious fuming or bubbling) before sealing vessels. Seal vessels in accordance with manufacturer's directions.
4. The microwave method should involve increasing temperature of each sample to at least 175°C in approximately 5.5 minutes, and holding at 175°C for 4.5 minutes.
5. Allow the samples to cool for a minimum of 5 minutes before removal from microwave. Vent the microwave vessels in fume hood before uncapping.
6. Quantitatively transfer the sample to 50 ml volumetric flask or disposable volumetric digestion cups. Dilute to 50 ml with deionized water.

II. Total Pb in Metals Analysis

Analyze diluted samples for Pb concentration using ICP spectrometer (or Atomic Absorption spectrometer). Analysis procedures for ICP-OES and FLAA and GFAA are

based on methodology found in ASTM E 1613-04³. ICP-MS may also be employed with appropriate procedures, such as EPA 6020A⁴. (Note: Method C-02.4 describes alternate procedure for analysis by Atomic Absorption Spectroscopy.) Calculate total lead concentration in the component part from that of the diluted sample, accounting for all dilution and reported as percent by weight of the component part itself.

ICP Operating Procedures and Quality Control Measures

Analysis

1. Ignite plasma. Perform wavelength calibration or torch alignments per instrument manufacturer recommendations
2. Allow the instrument to become thermally stable before beginning.
3. Ensure the following element and wavelength are selected in analytical method:
 - a. Pb 220.353
 - b. One other Pb line such as Pb 217.00 is used to ensure spectral interferences are not occurring during analysis.
4. An internal standard such as 2 µg/ml yttrium is used
5. Perform calibration using calibration blank and at least 3 standards. Calibration shall be performed a minimum of once a day when used for analysis, or each time the instrument is set up. Results for each standard shall be within 5% of the true value. If the values do not fall within this range, recalibration is necessary.
6. Analyze the QCS immediately after the calibration. The analyzed value of Pb should be within ±10% of the expected value. If Pb value is outside the ±10% limit recalibration is required.
 - a. At least one LRB must be analyzed with each sample set. If the Pb value exceeds 3 times the MDL, the laboratory or reagent contamination should be expected. The source of the contamination should be identified and resolved before continuing analyses. The LRBs should be the same acid concentrations as added to the sample and should be taken through the same digestion procedure
7. At least one certified reference material (CR) will be analyzed with each batch of samples. The CR should be similar material as test specimen with a known amount of Pb. Analyte recoveries should be within ±15% of expected values. If recoveries are outside this limit, the source of the problem should be identified and resolved before continuing analyses.
8. Dilute any samples that have Pb values exceeding 1.5 times the high calibration standard, and reanalyze.

³ Standard Test Method for Determination of Lead by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES), Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS), or Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS) Techniques

⁴ Inductively Couple Plasma-Mass Spectrometry

Calculations and Results Reported

Results for the Pb test methods are calculated and reported as follows:

Total Percentage Pb: $\%Pb \text{ (wt./wt.)} = C \times D / W \times 100\% / 1000 \mu\text{g/mg}$

- a. C= concentration of Pb detected (in units of $\mu\text{g/ml}$)
- b. D= dilution factor (in ml units)
- c. W= weight of aliquot digested (in mg units)

Example:

Table 1: Total Pb Analysis

A 50mg aliquot of a component part was digested and diluted to 1000ml in order to analyze by ICP. The ICP analysis found $20\mu\text{g/ml}$ of lead in the solution, which showed that the original component part contained 40% Pb by weight.

	(C)	(D)		(W)	
	Concentration Detected on ICP ($\mu\text{g/ml Pb}$)	Dilution factor (ml)	Total Pb (μg)	Sample wt. (mg)	% Pb
Component					
Pendant 1	20	1000	20,000	50	40

Summary of Changes in Revision CPSC-CH-E1001-8.1

1. Page 1 1, revised test method # and date
2. Page 2, removed IDL and MDL CPSC lab values; not relevant to method and new instruments will have different values
3. Page 2, definition 10, last sentence revised to allow other sources for CRMs
4. Page 3, changed CRMs recommended, removed NIST 53e and 1129 (not certified for Pb) added 1728 (new NIST SRM with 545 ppm Pb in Tin matrix)
5. Page 4, changed microwave temperature requirements from "175±5" to "at least 175"

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวพัชรินทร์ เหล็กกล้า เกิดเมื่อวันที่ 28 มิถุนายน พ.ศ.2530 ที่กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาจากโรงเรียนช่างตาครู้สคอนแวนท์ เมื่อปีการศึกษา 2548 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาวิทยาศาสตร์การประมง คณะเทคโนโลยีการเกษตร จากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง เมื่อปีการศึกษา 2552 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2553 ในระหว่างการศึกษานี้ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ผลงานดังต่อไปนี้

Lekkar, P, Chotipong, A., and Sutthirat, C. Lead leachate from rubies undergone heat treatment process . 2012 AASRI Conference on Modelling, Identification and Control, Hong Kong, December 19-20, 2012.