ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ บร
ชว 2

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน

เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 8 ว

การประกันคุณภาพห้องปฏิบัติการทดสอบปริมาณ ซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสี ในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003

โดย

นางวรรณภา ตันยืนยงค์

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

ผู้ร่วมดำเนินการ

นางสาววนิดา ชุลิกาวิทย์

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

กลุ่มกำกับดูแลมาตรฐานห้องปฏิบัติการ

สำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน

เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 8 ว

เลขหมู่ วฝ ผช
ว2
เลขทะเบียน 12302
วันที่ 19 / ธ.ค. / 47

การประกันคุณภาพห้องปฏิบัติการทดสอบปริมาณ

ซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสี

ในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003

โดย

นางวรรณภา ตันยืนยงค์

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

ผู้ร่วมดำเนินการ

นางสาววนิดา ชุลิกาวิทย์

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
.....

กลุ่มกำกับดูแลมาตรฐานห้องปฏิบัติการ

สำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

บทคัดย่อ

การประกันคุณภาพการทดสอบปริมาณซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสี ในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 แบ่งเป็น 2 ขั้นตอน

ขั้นตอน 1 ทดลองหาวิธีทดสอบที่เหมาะสมจาก 2 วิธี โดยทดลองกับตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 จำนวน 5 ตัวอย่าง และวัสดุอ้างอิงรับรอง CRM WB-3003 Y คือวิธีที่1 การทดสอบทางเคมีและวิธีที่ 2 การทดสอบด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ เปรียบเทียบผลการทดสอบ 2 วิธี โดยใช้การประเมินผลทางสถิติ คือ t-test และ F-test พบว่าให้ค่าสถิติที่แสดงว่าทั้ง 2 วิธีไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ดังนั้นจึงเลือกวิธีทดสอบด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์เพราะวิธีนี้มีข้อดีคือ ทดสอบได้รวดเร็ว ไม่เกิดมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อมและมีความเที่ยงสูงกว่า

ขั้นตอนที่ 2 นำวิธีทดสอบด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ มาจัดทำคู่มือวิธีทดสอบเพื่อใช้เป็นวิธีมาตรฐานในห้องปฏิบัติการ ในคู่มือวิธีทดสอบนี้มีการระบุถึงวิธีการควบคุมคุณภาพภายในซึ่งเป็นขั้นตอนหนึ่งของการประกันคุณภาพ นอกจากนี้การเข้าร่วมในกิจกรรมทดสอบความชำนาญ (Proficiency Testing) ก็เป็นสิ่งสำคัญสำหรับขั้นตอนการประกันคุณภาพขั้นตอนหนึ่งด้วย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
สารบัญ	ii
สารบัญตาราง	iii
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 คำนำ	1
1.2 ความเป็นมาของปัญหา	1
1.3 วัตถุประสงค์	2
1.4 ขอบเขตการศึกษา	2
1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ	2
1.6 ระยะเวลาดำเนินการ	2
1.7 ขั้นตอนการดำเนินการ	3
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์	4
บทที่ 3 วัสดุ อุปกรณ์และวิธีดำเนินการ	
3.1 ตัวอย่าง	12
3.2 เครื่องมือ วัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี	12
2.3 วิธีดำเนินการ	18
บทที่ 4 ผลการดำเนินงาน	22
บทที่ 5 วิจารณ์	26
บทที่ 5 สรุป	28
กิตติกรรมประกาศ	30
เอกสารอ้างอิง	31
ภาคผนวก	
ภาคผนวก 1: ผลการเปรียบเทียบการทดสอบทั้ง 2 วิธี	33
ภาคผนวก 2 : ข้อมูลดิบในการทดสอบหาปริมาณซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสี ของโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองและตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสม	38
ภาคผนวก 3 : เอกสารมาตรฐานวิธีดำเนินการทดสอบและเอกสารที่เกี่ยวข้อง	42
ภาคผนวก 4 : ผลการเข้าร่วมกิจกรรมการทดสอบความชำนาญ	64
ภาคผนวก 5 : ใบรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการ	82

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	การจัดกลุ่มโลหะผสมของอะลูมิเนียมประเภทขึ้นรูปเย็น ซึ่งจำแนกตามธาตุอัลลอยด์หลักที่เติมลงไป	7
2	แสดงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน และสภาวะที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของธาตุเหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสี ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	15
3	เกณฑ์การยอมรับของค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ	19
4	ช่วงรับรองของโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง หมายเลข WB-3003 Y	20
5	การเปรียบเทียบผลการทดสอบปริมาณซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสี ในโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง หมายเลข WB-3003 Y โดยวิธีการวิเคราะห์ กับค่าที่ได้จากใบรับรอง	34
6	การเปรียบเทียบผลการทดสอบปริมาณซิลิคอน ในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003	35
7	การเปรียบเทียบผลการทดสอบปริมาณเหล็ก ในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003	35
8	การเปรียบเทียบผลการทดสอบปริมาณทองแดง ในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003	36
9	การเปรียบเทียบผลการทดสอบปริมาณแมงกานีส ในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003	36
10	การเปรียบเทียบผลการทดสอบปริมาณสังกะสี ในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003	37

บทที่ 1
บทนำ

1.1 คำนำ

การวิเคราะห์ ทดสอบเป็นปัจจัยสำคัญอย่างหนึ่งในการค้าขายระหว่างประเทศ ทุกประเทศในโลกต่างต้องการให้มีระบบการวิเคราะห์ ทดสอบที่มีประสิทธิภาพ เพื่อการยอมรับซึ่งกันและกันในผลของการวิเคราะห์ ทดสอบนั้น ซึ่งจะช่วยขจัดปัญหาทางวิชาการในการกีดกันทางการค้าได้ ดังนั้นเพื่อเป็นการเพิ่มขีดความสามารถในการแข่งขันทางการค้า ในฐานะที่กรมวิทยาศาสตร์บริการเป็นห้องปฏิบัติการกลางทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีของประเทศ และเป็นหน่วยงานหนึ่งในภาครัฐที่มีบทบาทสำคัญในการให้บริการวิเคราะห์ ทดสอบ สอบเทียบและวิจัยพัฒนาทางวิทยาศาสตร์ ได้เห็นความสำคัญในการพัฒนาขีดความสามารถของห้องปฏิบัติการ จึงมีนโยบายให้แต่ละกองจัดทำระบบคุณภาพของห้องปฏิบัติการขึ้น เพื่อเป็นการสนองนโยบายดังกล่าว กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 กองเคมี จึงได้ริเริ่มทำระบบคุณภาพของห้องปฏิบัติการขึ้น เพื่อขอรับการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบ โดยดำเนินการตามข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและสอบเทียบ มอก. 17025-2543

เรื่องที่กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 กองเคมี เลือกมาเพื่อจัดทำระบบคุณภาพของห้องปฏิบัติการ คือการทดสอบแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 [4] เนื่องจากกลุ่มงานฯบริการการทดสอบตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมให้แก่ส่วนราชการและเอกชนทั่วไป ซึ่งประกอบด้วยผู้ผลิต ผู้จัดจำหน่าย และผู้ใช้งาน เพื่อนำผลการทดสอบไปใช้ตามวัตถุประสงค์ที่ต้องการ

1.2 ความเป็นมาของปัญหา

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 เป็นผู้วิเคราะห์ทดสอบตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 เพื่อวัตถุประสงค์ในการซื้อขาย ตรวจรับและจัดคุณภาพ การทดสอบหาปริมาณซิลิคอน แมงกานีส ทองแดง เหล็ก และสังกะสีในตัวอย่างเป็นไปตาม มอก.331-2523 ต้องทำการทดสอบธาตุแต่ละชนิดดังนี้ การหาปริมาณซิลิคอนทดสอบโดยวิธีตกตะกอน โดยการตกซิลิคอนในรูปของซิลิซิกแอซิด (silicic acid) กรอง เผาและฟูม (fume) ด้วยกรดกัดแก้ว

ส่วนแมงกานีส ทองแดง เหล็กและสังกะสีทดสอบโดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic absorption spectrophotometer) โดยการเปรียบเทียบข้อมูลระหว่างชุดข้อมูลระหว่างชุดข้อมูลของสารละลายตัวอย่าง กับชุดข้อมูลของสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่างๆ

การทดสอบหาปริมาณธาตุทั้ง 5 ชนิดที่กล่าวมานี้ จะเห็นว่าขั้นตอนในการทดสอบธาตุแต่ละชนิดแตกต่างกันไปและต้องทดสอบทีละธาตุ ทำให้ต้องใช้เวลาในการทดสอบนาน สิ้นเปลืองสารเคมีมากและทำให้เกิดมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม

ปัจจุบันจึงปรับเปลี่ยนการทดสอบธาตุเหล่านี้โดยใช้เครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์[3] (Spark emission spectrometer) ซึ่งเป็นวิธีที่สามารถทดสอบธาตุเหล่านี้ได้ในเวลาเดียวกัน ทำให้เพิ่มประสิทธิภาพในการทดสอบมากขึ้น การทดสอบด้วยวิธีนี้จึงจำเป็นต้องมีการประกันคุณภาพวิธีทดสอบเพื่อยืนยันถึงความแม่นและความเที่ยงของผลการทดสอบนี้

1.3 วัตถุประสงค์

เพื่อให้ห้องปฏิบัติการของกลุ่มงานนอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 มีระบบการประกันคุณภาพการทดสอบแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003

1.4 ขอบเขตการศึกษา

1.4.1 เปรียบเทียบผลการทดสอบ โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์และวิธีตกตะกอน กับวิธีทดสอบด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์

1.4.2 จัดทำคู่มือการทดสอบและการควบคุมคุณภาพ

1.4.3 เข้าร่วมกิจกรรมการทดสอบความชำนาญ (Proficiency Testing Programm)

1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.5.1 ห้องปฏิบัติการ ได้รับการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบตามระบบมาตรฐาน มอก. 17025-2543

1.5.2 เพื่อให้ได้มาซึ่งความเชื่อมั่นในผลการทดสอบที่มีความแม่นและความเที่ยงเป็นที่น่าเชื่อถือ สามารถตรวจสอบผลการทดสอบได้

1.5.3 ให้คำแนะนำและเผยแพร่ความรู้ในด้านการประกันคุณภาพวิธีทดสอบให้กับห้องปฏิบัติการของทางราชการ เอกชน และสถาบันการศึกษาต่างๆ

1.5.4 เกิดแรงผลักดันให้ผู้วิเคราะห์มีการควบคุมคุณภาพอย่างสม่ำเสมอ

1.6 ระยะเวลาดำเนินการ

ม.ค. 2542 - ธ.ค.2543

1.7 ขั้นตอนการดำเนินการ

1.7.1 ทดสอบหาปริมาณธาตุซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสีด้วยวิธีทดสอบทางเคมี และวิธีทดสอบด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ ในตัวอย่าง

- วัสดุอ้างอิงรับรอง
- ตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 จำนวน 5 ตัวอย่าง

1.7.2 เปรียบเทียบความแม่นและความเที่ยงของวิธีทดสอบทั้ง 2 วิธี โดยใช้วิธีทางสถิติ

1.7.3 เลือกวิธีที่เหมาะสมเพื่อใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการ

1.7.4 จัดทำเอกสารการทดสอบและเอกสารที่เกี่ยวข้อง

บทที่ 2
วารสารปริทัศน์

ข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและห้องปฏิบัติการสอบเทียบ [13]

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ได้จัดทำ มอก.17025 ขึ้นในปี 2543 โดยนำรูปแบบและเนื้อหาของมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ซึ่งเป็นมาตรฐานที่นานาประเทศยอมรับและปฏิบัติตาม มาใช้เป็นข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและห้องปฏิบัติการสอบเทียบ และเป็นเกณฑ์ในการจัดระบบของห้องปฏิบัติการ เพื่อขอรับการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการในระบบคุณภาพ

ข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและห้องปฏิบัติการสอบเทียบประกอบด้วยหัวข้อใหญ่ 2 ข้อ คือ

- ข้อกำหนดด้านการบริหาร (Management Requirements)
- ข้อกำหนดด้านวิชาการ (Technical Requirements)

ซึ่งข้อกำหนดแต่ละด้านมีรายละเอียดดังนี้

ข้อกำหนดด้านการบริหาร (Management Requirements) แบ่งเป็น

1. การจัดองค์กร (Organization)
2. ระบบคุณภาพ (Quality system)
3. การควบคุมเอกสาร (Document control)
4. การทบทวนคำขอ ข้อเสนอการประมูลและข้อสัญญา (Review of requests, tenders and contracts)
5. การจ้างเหมาช่วงงานทดสอบและสอบเทียบ (Subcontracting of tests and calibrations)
6. การจัดซื้อสินค้าและบริการ (Purchasing services and supplies)
7. การให้บริการลูกค้า (Service to the client)
8. ข้อร้องเรียน (Complaints)
9. การควบคุมการทดสอบ และ/หรือสอบเทียบ ที่ไม่เป็นไปตามที่กำหนด (Control of nonconforming testing and/or calibration work)
10. การปฏิบัติการแก้ไข (Corrective action)

11. การปฏิบัติการป้องกัน (Preventive action)
12. การควบคุมบันทึก (Control of records)
13. การตรวจติดตามคุณภาพภายใน (Internal audits)
14. การทบทวนการบริหาร (Management reviews)

ข้อกำหนดด้านวิชาการ (Technical Requirements)

1. บุคลากร (Personnel)
2. สถานที่และภาวะแวดล้อม (Accommodation and environmental conditions)
3. วิธีทดสอบ/สอบเทียบและการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Test and calibration methods and method validation)
4. เครื่องมือ (Equipment)
5. ความสอบกลับได้ของการวัด (Measurement traceability)
6. การชักตัวอย่าง (Sampling)
7. การจัดการตัวอย่างทดสอบและสอบเทียบ (Handling of test and calibration items)
8. การประกันคุณภาพผลการทดสอบและสอบเทียบ (Assuring the quality of test and calibration results)
9. การรายงานผล (Reporting the results)

ความหมายของอะลูมิเนียม [1]

คุณสมบัติของอะลูมิเนียม เป็นโลหะที่มีน้ำหนักเบา มีความต้านทานต่อการเป็นสนิม มีความแข็งแรงปานกลาง แต่มีความเหนียวสูง สามารถนำไปใช้ในงานวิศวกรรมและอุตสาหกรรมได้กว้างขวางเพื่อทดแทนเหล็กและทองแดง อะลูมิเนียมมีจุดหลอมเหลวต่ำ หล่อหลอมได้ง่าย สามารถรวมตัวกับโลหะอื่นๆเป็นโลหะผสมได้ มีสภาพการไหลตัว (fluidity) อยู่ในเกณฑ์สูง แต่อะลูมิเนียมก็มีข้อจำกัดด้านการยืดหยุ่น (elastic limit) ซึ่งทำให้การนำมาใช้งานถูกจำกัดขอบเขตลง

อะลูมิเนียมจัดเป็นธาตุที่พบมากชนิดหนึ่งบนผิวโลก คือประมาณ 8% ซึ่งจะพบกระจัดกระจายอยู่ทั่วไป ส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปออกไซด์ (Al_2O_3) ซึ่งจะปะปนอยู่กับออกไซด์ของซิลิคอนและเหล็ก แร่อะลูมิเนียมที่สามารถนำมาถลุงเพื่อผลิตโลหะอะลูมิเนียม ควรเป็นแร่ที่มีปริมาณซิลิคอนไดออกไซด์หรือซิลิกาต่ำ ได้แก่แร่บอกไซต์ (Bauxite) และแร่คาโอลิไนต์ (Kaolinite) นอกจากนี้ยังมีแร่เนฟฟีลีน(Nepheline) และอะลูไนต์ (Alunite) ซึ่งเป็นแร่ที่มีปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ต่ำ มีซิลิคอน โพแทสเซียมและโซเดียม

ปนอยู่ด้วย ปัจจุบันแหล่งแร่บอกไซต์มีปริมาณลดลง แร่ที่มีปริมาณอะลูมิเนียมออกไซด์ต่ำกว่าจึงถูกนำมาผสมเพื่อผลิตโลหะอะลูมิเนียมมากขึ้น แร่บอกไซต์มีลักษณะเหมือนดินลูกรัง คือ มีสีน้ำตาลแดงประกอบด้วย อะลูมินา (Al_2O_3) 30-50% เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) 3-25% ซิลิกา(SiO_2) 3-13% ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) 10-18% และที่เหลือเป็นน้ำ

<u>การผลิตอะลูมิเนียม</u> [2]

การผลิตอะลูมิเนียมมีขั้นตอนดังนี้

1. นำแร่บอกไซต์มาทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ร้อน เพื่อให้อะลูมิเนียมในแร่กลายเป็นโซเดียมอะลูมิเนต (sodium aluminate) หลังจากแยกเอาวัสดุที่ไม่ละลาย ซึ่งได้แก่เหล็กออกไซด์ ซิลิกา และอื่นๆออกโดยการกรอง ปล่อยให้สารละลายที่กรองแล้วได้เย็นลง อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จะตกตะกอนลงมา กรองและนำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ 1100-1200°ซ (calcination) จะได้อะลูมินาหรืออะลูมิเนียมออกไซด์ซึ่งเป็นผงสีขาว

2. การถลุงแร่เพื่อแยกอะลูมิเนียมออกมาด้วยขบวนการทางไฟฟ้า นำอะลูมิเนียมออกไซด์มาละลายในคลีโอไลต์ที่หลอมเหลว แล้วอีเล็กโทรไลต์ด้วยอีเล็กโทรไลติกเซลที่ใช้คาร์บอนเป็นอะโนดและคะโทด โลหะอะลูมิเนียมจะแยกตัวและจมลงสู่ส่วนล่างของเซลเป็นระยะๆ อะลูมิเนียมที่ได้ออกมาจะมีความบริสุทธิ์ 99.5-99.9% สารปนเปื้อนจะเป็นเหล็กและซิลิคอน

3. อะลูมิเนียมที่ได้จะถูกนำมาทำให้บริสุทธิ์ในเตาเผาขนาดใหญ่ก่อนนำไปหล่อ ธาตุที่ใช้ผสมซึ่งเรียกว่า ธาตุอัลลอยด์ (alloying element) อาจถูกหลอมและผสมรวมเข้าไปด้วยในขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์นี้ โดยโลหะหรือธาตุที่หลอมเหลวจะถูกเติมเข้าไปพร้อมกับก๊าซคลอรีนเพื่อกำจัดก๊าซไฮโดรเจนที่ละลายอยู่ และจะมีการกวาด (skimming) เอาโลหะเหลวที่ผิวหน้าออกเพื่อกำจัดโลหะที่ถูกออกซิไดซ์ หลังจากนั้นอะลูมิเนียมโลหะผสมจะถูกกรองและหล่อเป็นชิ้น (ingot) เพื่อนำไปขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ต่อไป

<u>การจำแนกประเภทของอะลูมิเนียมโลหะผสม</u> [2]

จำแนกออกได้เป็น 2 ประเภทที่สำคัญ

1. โลหะผสมประเภทหล่อหลอม (castable) เป็นอะลูมิเนียมโลหะผสมที่มีคุณสมบัติในการไหลดี ช่วยให้การหล่อเป็นรูปพรรณทำได้ง่าย โลหะผสมประเภทนี้ส่วนใหญ่สามารถอบชุบแข็งด้วยความร้อนได้ ธาตุอัลลอยด์ที่สำคัญได้แก่ ซิลิคอน

2. โลหะผสมประเภทขึ้นรูปเย็น (wrought) เป็นโลหะผสมที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการอัดขึ้นรูปออกมาเป็นแผ่นหรือเป็นแท่งโลหะผสมทั้งสองประเภทยังแยกเป็นประเภทย่อยอีก โดยการจำแนกประเภทตาม

อัลลอยด์หลักที่มีอยู่ในโลหะผสมนั้น ๆใช้ระบบตัวเลข 4 ตัว ตัวเลขหลักที่หนึ่งจะบอกถึงกลุ่มโลหะผสมที่ประกอบด้วยธาตุอัลลอยด์เฉพาะ และตัวเลขสองตัวหลังบอกถึงความบริสุทธิ์ของโลหะผสมของอะลูมิเนียมนั้นๆ ส่วนตัวเลขหลักที่สองจะบอกถึงการปรับปรุงโลหะผสมเดิม ดังแสดงในตารางที่ 1

<u>ตารางที่ 1</u> การจัดกลุ่มโลหะผสมของอะลูมิเนียมประเภทขึ้นรูปเย็น ซึ่งจำแนกตามธาตุอัลลอยด์หลักที่เติมลงไป

ชนิดของโลหะผสม	Alloy code
อะลูมิเนียม อย่างน้อย 99%	1XXX
ทองแดง เป็นธาตุอัลลอยด์หลัก	2XXX
แมงกานีส เป็นธาตุอัลลอยด์หลัก	3XXX
ซิลิคอน เป็นธาตุอัลลอยด์หลัก	4XXX
แมกนีเซียม เป็นธาตุอัลลอยด์หลัก	5XXX
แมกนีเซียมและซิลิคอน เป็นธาตุอัลลอยด์หลัก	6XXX
สังกะสี เป็นธาตุอัลลอยด์หลัก	7XXX
ธาตุอื่นๆ เป็นธาตุอัลลอยด์หลัก	8XXX

ในที่นี้จะขอกล่าวถึงรายละเอียดของโลหะผสมของอะลูมิเนียมประเภทขึ้นรูปเย็นเท่านั้น ซึ่งสามารถจำแนกออกเป็น 2 กลุ่ม คือ พวกที่สามารถอบชุบแข็งด้วยความร้อนได้ (heat-treatable) และอบชุบแข็งด้วยความร้อนไม่ได้ (non-heat-treatable)

โลหะผสมพวกที่อบชุบแข็งด้วยความร้อนได้ ได้แก่

1. โลหะผสม 2XXX ธาตุอัลลอยด์หลักในกลุ่มนี้ คือ ทองแดง แต่แมกนีเซียมอาจถูกเติมลงไปด้วย นอกจากนี้ยังมีธาตุอื่นๆบางชนิดถูกเติมลงไปในปริมาณเล็กน้อย โลหะผสมที่สำคัญในกลุ่มนี้คือ 2024 ซึ่งประกอบด้วยทองแดง 4.5% แมกนีเซียม 1.5% และแมงกานีส 0.6% โลหะผสมนี้มักถูกนำมาใช้ทำโครงสร้างเครื่องบิน

2. โลหะผสม 6XXX แมกนีเซียมและซิลิคอนเป็นธาตุอัลลอยด์หลักของโลหะผสมกลุ่มนี้ แมกนีเซียมและซิลิคอนจะรวมตัวกันเกิดสารประกอบ intermetallic Mg_2Si ซึ่งเป็นตะกอนที่จะทำให้โลหะมี

ความแข็งแรงมากขึ้น โลหะผสมที่สำคัญที่สุดในกลุ่มนี้คือ โลหะผสม 6061 ซึ่งประกอบด้วยแมกนีเซียม 1.0% ซิลิคอน 0.6% ทองแดง 0.3% และโครเมียม 0.2% ซึ่งนำมาใช้ในงานโครงสร้างทั่วๆไป

3. โลหะผสม 7XXX ธาตุอัลลอยด์หลักในโลหะผสมกลุ่มนี้ คือ สังกะสี แมกนีเซียม และทองแดง โดยที่สังกะสีและแมกนีเซียมจะรวมตัวเกิดสารประกอบ intermetallic $MgZn_2$ โลหะผสมที่สำคัญมักจะประกอบด้วยสังกะสี 5.6% แมกนีเซียม 2.5% ทองแดง 1.6% และโครเมียม 0.5% ซึ่งนำมาใช้เป็นโครงสร้างของเครื่องบิน

โลหะพวกที่อบชุบแข็งด้วยความร้อนไม่ได้ ได้แก่

1. โลหะผสม 1XXX โลหะผสมชนิดนี้ประกอบด้วยอะลูมิเนียมอย่างน้อย 99.0% มีเหล็กและซิลิคอนเป็นสิ่งเจือปน ถ้ามีการเติมทองแดง 0.12% จะทำให้โลหะผสมชนิดนี้มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นเป็นพิเศษ โดยทั่วไปมักนำโลหะผสมกลุ่มนี้มาทำเป็นโลหะแผ่น

2. โลหะผสม 3XXX แมงกานีสเป็นธาตุอัลลอยด์หลักในโลหะผสมกลุ่มนี้ โลหะผสมที่สำคัญในกลุ่มนี้ ได้แก่ 3003 ซึ่งเป็นโลหะผสม 1100 ที่ถูกเติมแมงกานีส 1.25% เพื่อนำมาใช้ในงานทั่วไป

3. โลหะผสม 5XXX เป็นโลหะที่มีแมกนีเซียมเป็นธาตุอัลลอยด์หลัก ซึ่งการเติมแมกนีเซียมลงไปจะทำให้โลหะผสมมีความแข็งแรงขึ้น โลหะผสมในกลุ่มนี้ที่มีความสำคัญในอุตสาหกรรม คือ 5052 ซึ่งประกอบด้วยแมกนีเซียม 2.5% โครเมียม 0.2% และนำมาใช้ในอุตสาหกรรมรถยนต์ รถบรรทุก และเรือ

ส่วนประกอบของธาตุต่างๆที่มีผลต่อคุณสมบัติของอะลูมิเนียม

ธาตุต่างๆที่พบในอะลูมิเนียมโลหะผสมนั้น บางชนิดเป็นธาตุเจือปน บางชนิดเป็นธาตุอัลลอยด์ซึ่งถูกเติมลงไปในกระบวนการผลิต (alloying elements) ธาตุเจือปนที่พบมากในอะลูมิเนียมโลหะผสมเป็นอันดับแรกและอันดับรองลงมา ได้แก่ เหล็กและซิลิคอน เนื่องจากเป็นธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสินแร่ที่นำมาผลิตอะลูมิเนียม ธาตุเหล่านี้มีผลต่อโลหะผสมของอะลูมิเนียมดังต่อไปนี้

ซิลิคอน (Si)

เป็นตัวเพิ่มความแข็งให้กับงานหล่อ ช่วยปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านการหล่อให้ดีขึ้น คุณสมบัติเหล่านี้ ได้แก่ การไหลตัว การป้อนโลหะเหลวเข้าแบบ และความทนทานต่อการฉีกขาดจากสภาพร้อน (hot tear resistance) ถ้ามีปริมาณซิลิคอนเพิ่มขึ้นจะช่วยลดปัญหาทางด้านการหดตัว (shrinkage)ลง ความทนทานต่อแรงอัดเพิ่มขึ้น แต่จะทำให้ต่อการขยายตัวเมื่อถูกความร้อนและความอ่อนเหนียวของงานหล่อลดลง

เหล็ก (Fe)

เพิ่มความทนทานต่อการฉีกขาดในสภาพร้อนที่อุณหภูมิสูงได้ดีเนื่องจากการหดตัวลดลง ถ้ามีเหล็ก 0.9-1.3 % คุณสมบัติทางเชื่อมประสานด้วยการบัดกรี (soldering) จะลดลง ถ้ามีเหล็กปริมาณสูงจะมีผลเช่น

เดียวกับการที่มีส่วนผสมของแมงกานีสกับโครเมียมปะปนอยู่คุณสมบัติทางด้านการหล่อหลอมจะลดลง นอกจากนี้เหล็กยังลดความต้านทานต่อแรงกระแทก ความอ่อนเหนียว (ductile) และการตบแต่งด้วยเครื่องจักรลง

ทองแดง(Cu)

ช่วยปรับปรุงความแข็งแรง ความแข็งแรงของงานหล่อ และงานหล่อที่ชุบแข็ง เพิ่มประสิทธิภาพในการตบแต่งด้วยเครื่องจักร (machinability) และความสามารถในการเป็นตัวนำความร้อน ประสิทธิภาพที่ได้จากชุบแข็งสูงสุดถ้าผสมทองแดง 4% ถึง 6% แต่จะทำให้ความสามารถในการทนทานต่อการผุกร่อน ที่เกิดจากแรงอัดลดลง สภาพความอ่อนเหนียวและทนทานต่อการฉีกขาดเนื่องจากความร้อนลดลง

แมงกานีส (Mn)

ในปริมาณที่สูงกว่า 0.5% แมงกานีสช่วยปรับปรุงงานหล่อให้ได้เนื้อแน่น สามารถใช้กับงานตบแต่งด้วยเคมี เช่นการ anodizing, coating ได้ดีขึ้น เพิ่มคุณสมบัติในทางการใช้งานร้อนที่ต้องการความแข็งแรงดีขึ้น แมงกานีสยังเป็นตัวควบคุมการก่อตัวของโครงสร้างที่เกิดจากการรวมตัวของเหล็กในอัลลอยด์ ช่วยรักษาสภาพความอ่อนเหนียว ปรับปรุงคุณสมบัติทางการหดตัวดีขึ้น กล่าวคือ ลดการหดตัว และลดแนวโน้มทางด้านการอ่อนตัว

สังกะสี (Zn)

เมื่อเปรียบเทียบกับการผสมทองแดงและแมกนีเซียมแล้ว สังกะสีจะให้ผลต่อคุณสมบัติทางการอบชุบแข็งด้วยความร้อน และการปล่อยให้เย็นเร็วในสภาพบรรยากาศปกติ (aging) แบบธรรมชาติ และถ้ามีปริมาณผสมของสังกะสีเพิ่มขึ้น คุณสมบัติทางการไหลตัวของอัลลอยด์จะดีขึ้น แต่จะมีปัญหาการหดตัวตามมา นอกจากนี้สังกะสียังมีผลต่อคุณสมบัติทางการตบแต่งด้วยเครื่องจักรสูงกว่าทองแดง

แมกนีเซียม (Mg)

ตามมาตรฐานของ American International Standard Institute (AISI) อัลลอยด์ที่มีแมกนีเซียมผสมอยู่ในรูป Mg_2Si 0.252-0.5% ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการชุบแข็งแบบเย็นเร็ว (precipitation) ให้ความแข็งกระจายตัวสม่ำเสมอ หรือให้คุณสมบัติทาง mechanical properties สม่ำเสมอ โดยทั่วไปแมกนีเซียมที่ผสมอยู่ในอะลูมิเนียมโลหะผสมจะทำให้ผิวโลหะมีความเงามากเมื่อผ่านการตบแต่งด้วยเครื่องจักร และทนทานต่อการผุกร่อนได้สูง แมกนีเซียมที่ผสมอยู่ในอะลูมิเนียมที่กำลังหลอมจะเป็นตัวออกซิไดซ์ทำให้เกิดการสูญเสียเนื้ออะลูมิเนียม อะลูมิเนียมที่ใช้กับงานประเภทหล่อหลอมจึงต้องควบคุมปริมาณแมกนีเซียมให้ต่ำเพื่อป้องกันการแตกร้าว เนื่องจากใช้แรงอัดสูง

ตะกั่ว (Pb)

เป็นตัวช่วยปรับปรุงคุณสมบัติทางการตบแต่งด้วยเครื่องจักรให้ดีขึ้น โดยทำหน้าที่เป็นตัว chip breaker ช่วยให้ขี้กลึง ไส กัด ขาดเป็นช่วง ไม่ออกเป็นเส้นใยต่อเนื่อง

นิกเกิล (Ni)

ให้ความแข็งแรงทางด้านการใช้งานในช่วงอุณหภูมิต่างๆ ได้สูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการผสมทองแดงในอัลลอยด์ นิกเกิลทำให้สัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนลดลง และปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านการรักษาขนาดให้คงที่

บิสมัท (Bi)

ถ้ามีอยู่ในอัลลอยด์เกินกว่า 0.1% จะเพิ่มคุณสมบัติทางการตบแต่งด้วยเครื่องจักรให้ดีขึ้น

โครเมียม (Cr)

ช่วยเพิ่มความทนทานต่อการผุกร่อน และในลักษณะใช้งานแบบจุ่มแช่ โครเมียมช่วยลดการเติบโตของโครงสร้าง grain growth ข้อเสียคือ โครเมียมมักจะเกิดการรวมตัวกับเหล็กหรือแมงกานีส เกิดเป็นของเสียหรือสิ่งสกปรก

ดีบุก (Sn)

เป็นตัวปรับปรุงทำให้ความฝืดลดลง (anti-friction) และคุณสมบัติทางการตบแต่งด้วยเครื่องจักร และช่วยเพิ่มคุณสมบัติในการชุบแข็งให้ดีขึ้นสำหรับอัลลอยด์บางตัว เช่น LM 2, LM 24 ที่มีดีบุก 0.2% เหมาะกับงานหล่อหลอมที่ความดันสูง (high pressure die casting) ดีมาก เพราะมีคุณสมบัติในการไหลตัวดี การใช้ดีบุกจะทำให้ความแข็งลดลง แต่คุณสมบัติในการขึ้นรูปขณะร้อนดีขึ้น

ไททาเนียม (Ti)

ใช้เป็นตัวปรับเนื้อโครงสร้างอัลลอยด์ (Grainrefinement) ให้ละเอียด โดยใช้ร่วมกับโบรอน ปริมาณผสมในการใช้งาน จะใช้ไทเทเนียมมากกว่าโบรอน จึงจะได้ผลดี

วาเนเดียม (V)

ปกติมักจะพบวาเนเดียม 10-200 ส่วนในล้านส่วนในอะลูมิเนียมที่ใช้ในการค้า วาเนเดียมทำให้การนำไฟฟ้าของอะลูมิเนียมลดลง ช่วยทำให้การปรับโครงสร้างอัลลอยด์ได้ผลแต่น้อยกว่าไทเทเนียม วาเนเดียมทำให้อุณหภูมิที่ใช้ในการตกผลึกอะลิเนียมสูงขึ้น

โบรอน (B)

ใช้งานในรูปของไทเทเนียมโบไรด์ เพื่อปรับสภาพการเกิดของนิวเคลียสให้คงที่จากการทำการปรับเนื้อโครงสร้างของอัลลอยด์ด้วยไทเทเนียมไตรอะลูมิไนด์ ($TiAl_3$) ในกรณีที่ต้องการเพิ่มคุณสมบัติในการเป็นตัวนำไฟฟ้าให้กับอัลลอยด์ จะใช้โบรอนผสมกับไทเทเนียม วาเนเดียม และธาตุที่เหมาะสมอื่น ๆ เติมลง

ไป แต่หากมีปริมาณโบรอนสูงมากเกินไปจะมีผลเสียต่ออัลลอยด์ คือ จะทำให้คุณสมบัติทางกล การตบแต่งด้วยเครื่องจักร และ ความอ่อนเหนียวลดลง โบรอนจะถูกจับเข้าไปในโครงผลึก ซึ่งจะเกิดในน้ำโลหะในลักษณะคลุกเคล้าปะปนอยู่ ทำให้ค่อนข้างยุ่งยากในการแยกออก

เบริลเลียม(Be)

ถ้ามีเบริลเลียมผสมอยู่ในปริมาณเกินกว่า 0.04 % จะเพิ่มคุณสมบัติทางความแข็งแรงและความอ่อนเหนียวดีขึ้น ถ้าผสมเข้าไปในอัลลอยด์ที่มีแมกนีเซียมเป็นส่วนผสมอยู่ จะทำให้เกิดการสูญเสียเบริลเลียมประมาณ 0.005% เนื่องจากการออกซิเดชันและเกิดเป็นขี้โลหะ(dross)มาก เบริลเลียมเป็นธาตุที่ก่อให้เกิดมะเร็ง ดังนั้น จึงควรระมัดระวังในขณะทำการเชื่อมประสานชิ้นโลหะ

บทที่ 3
วัสดุ อุปกรณ์และวิธีดำเนินการ

3.1 ตัวอย่าง

3.1.1 ตัวอย่าง หมายถึงแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 จำนวน 5 ตัวอย่าง หมายเลขปฏิบัติการที่ TY.17 TY.183 TY.189 TY.385 TY.389 และโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองหมายเลข WB-3003 Y

3.1.2 วิธีเตรียมตัวอย่าง

3.1.2.1 วิธีที่ 1 เตรียมโดยเจาะเป็นชิ้นเล็กๆ

3.1.2.2 วิธีที่ 2 เตรียมโดยตัดเป็นแผ่น ผิวเรียบ มีพื้นที่หน้าตัดไม่ต่ำกว่า 1 ตารางเซนติเมตร ความหนาไม่ต่ำกว่า 0.8 เซนติเมตร

3.2 เครื่องมือ วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมี

3.2.1 วิธีที่ 1

3.2.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ รุ่น 880 ยี่ห้อ Varian ประเทศออสเตรเลีย
- เครื่องชั่ง (Analytical balance) รุ่น AC 210 S ยี่ห้อ Satorious ประเทศเยอรมนี
- หลอดกำเนิดแสง (Hollow cathod lamp) เหล็ก ทองแดง แมงกานีส และสังกะสี ยี่ห้อ Varian ประเทศออสเตรเลีย
- เตาเผา (Muffle furnace)
- แท่นให้ความร้อน (Hotplate)
- แพลทินัมครูซิเบิล (Platinum crucible)
- เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ
- เดซิกเคเตอร์ (Desiccator)
- ตะเกียงบุนเสน
- ก๊าซอะเซทิลีน
- กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 6 และเบอร์ 41

3.2.1.2 สารเคมีและสารละลาย

สารเคมีและสารละลายมาตรฐานทุกชนิดที่ใช้ เป็นของบริษัท E.Merck

- สารละลายมาตรฐานเหล็ก (Iron working standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร

- สารละลายมาตรฐานทองแดง (Copper working standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร
- สารละลายมาตรฐานแมงกานีส (Manganese working standard solution) 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร
- สารละลายมาตรฐานสังกะสี (Zinc working standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร
- กรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น (Hydrochloric acid) ชนิด AR grade
- กรดไฮโดรคลอริคความเข้มข้น 1:1 โดยปริมาตร
- กรดไฮโดรคลอริคความเข้มข้น 1:19 โดยปริมาตร
- กรดไนตริกเข้มข้น (Nitric acid) ชนิด AR grade
- กรดกัดแก้ว (Hydrofluoric acid) ชนิด AR grade
- กรดซัลฟิวริคเข้มข้น (Sulphuric acid) ชนิด AR grade
- กรดไนโตรซัลฟิวริค(Nitrosulphuric acid) เตรียมโดยให้มีส่วนผสมของน้ำกลั่น 600 มิลลิลิตร กรดไนตริกเข้มข้น 180 มิลลิลิตร และกรดซัลฟิวริคเข้มข้น 160 มิลลิลิตร
- น้ำ DI. เตรียมโดยนำน้ำกลั่นผ่านเครื่อง Deionizer เพื่อกำจัดแอนไอออนและแคตไอออน

3.2.2 วิธีที่ 2

3.2.2.1 เครื่องมือ วัสดุและอุปกรณ์

- เครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ รุ่น 1000 DV-4 ยี่ห้อ Baird ประเทศสหรัฐอเมริกา
- เครื่องกลึงและอุปกรณ์ประกอบ รุ่น JN 280 ประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีน
- เครื่องวัดอุณหภูมิและความชื้น รุ่น DT 600 ประเทศออสเตรเลีย
- เครื่องเก็บสารไฟฟ้า รุ่น DRY-125 S ประเทศไต้หวัน
- เครื่องดูดความชื้น รุ่น AHNB 16 WAM ประเทศไทย
- เดซิกเคเตอร์
- โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material) บริษัท Alcoa Specialty Metals ประเทศอังกฤษ
- โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิง (Reference Material) บริษัท MBH Analytical Limited ประเทศอังกฤษ
- ก๊าซอาร์กอน ชนิดความบริสุทธิ์ไม่ต่ำกว่า 99.997

3.2.3 วิธีทดลอง

แบ่งเป็น 2 วิธี

3.2.3.1 วิธีที่ 1

1) ใช้ตัวอย่างจากข้อ 3.1.2.1

การวิเคราะห์หาปริมาณซิลิคอน [8]

ชั่งตัวอย่างมาประมาณ 2 กรัม ให้ได้น้ำหนักแน่นอนในบีเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมกรดไนโตรซัลฟิวริค 100 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจกนาฬิกา นำบีเกอร์ตั้งบนแท่นให้ความร้อนจนตัวอย่างละลายหมด เปิดกระจกนาฬิกาเล็กน้อยเพื่อให้สารละลายที่อยู่ในบีเกอร์ระเหย ฟูมจนแห้ง ไล่จนหมดควันขาว ยกลงจากแท่นให้ความร้อน ปล่อยให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร และกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจกนาฬิกาแล้วให้ความร้อนจนเกลือของตัวอย่างละลายหมด ยกเว้นตะกอนคล้ายๆวุ้นของซิลิซิกแอซิด ปล่อยให้เย็น กรองตะกอนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 ล้างตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริคความเข้มข้น 1:19 หลายๆครั้งแล้วล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นที่ร้อนจนหมดคลอไรด์

นำตะกอนใส่ในแพลทินัมครูซิเบิล และนำไปเผาด้วยไฟอ่อนๆ โดยใช้ตะเกียงบุนเสน ค่อยๆเพิ่มความร้อน รอให้คาร์บอนในกระดาษกรองถูกเผาหมดที่อุณหภูมิต่ำๆก่อน แล้วจึงเผาต่อในเตาเผาที่ 1000°ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นในเดซิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักรวมของแพลทินัมครูซิเบิลและตะกอน (ซิลิคอนไดออกไซด์, SiO_2) เติมกรดซัลฟิวริคความเข้มข้น 1:1 ลงในแพลทินัมครูซิเบิลเล็กน้อย เติมกรดกัดแก้วลงไปจนท่วมตะกอน ตั้งแพลทินัมครูซิเบิลบนแท่นให้ความร้อนในตู้ควัน ระเหยไล่กรดกัดแก้วจนแห้งหมด นำแพลทินัมครูซิเบิลไปเผาที่ 1000°ซ ในเตาเผา 5 นาที ปล่อยให้เย็นในเดซิกเคเตอร์แล้วชั่งน้ำหนัก คำนวณ % ซิลิคอนโดยใช้สูตร

$$\text{ซิลิคอน, \%} = \frac{(A - B) \times 0.4672 \times 100}{S}$$

เมื่อ A = น้ำหนักของแพลทินัมครูซิเบิลและตะกอน ก่อนฟูมด้วยกรดกัดแก้ว (กรัม)

B = น้ำหนักของแพลทินัมครูซิเบิลและตะกอน หลังฟูมด้วยกรดกัดแก้ว (กรัม)

S = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก ทองแดง แมงกานีส และสังกะสี [4]

ชั่งตัวอย่างมาประมาณ 1 กรัม ให้ได้น้ำหนักแน่นอนในบีเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริคความเข้มข้น 1:1 20 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจกนาฬิกา รอจนปฏิกิริยาการละลายลดลง

ค่อยๆเติมกรดไนตริกเข้มข้นลงไปจนครบ 5 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่างระเหยบนแท่นให้ความร้อนจนเกือบแห้ง ปล่อยให้เย็น

เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร และกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ตั้งบีเกอร์บนแท่นให้ความร้อนจนได้สารละลายใส ทิ้งให้เย็น ถ่ายสารละลายตัวอย่างลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร กรองสารละลายด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6

เตรียมสารละลายแบลงค์ โดยใช้น้ำกลั่นแทนตัวอย่าง

เตรียมสารละลายมาตรฐานของธาตุทั้ง 4 ชนิด โดยการเจือจางจากสารละลายมาตรฐาน 1000 มิลลิกรัม/ลิตร นำสารละลายมาวัดค่าการดูดกลืนแสงของแต่ละจุดความเข้มข้น ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เครื่องจะเก็บข้อมูลทั้งหมดมาสร้างกราฟมาตรฐาน ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน และสภาวะที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของแต่ละธาตุ แสดงในตารางที่ 2

<u>ตารางที่ 2</u> แสดงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน และสภาวะที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของธาตุทั้ง 4 ชนิด ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ [14]

	Iron	**Copper**	**Manganese**	**Zinc**
Concentration of standard solution, mg/L	2, 5, 7, 10	1, 2, 3, 5	1, 2, 3, 5	0.2, 0.5, 0.7, 1.0
Lamp current, mA	5	4	5	5
Flame type	Air/Acetylene	Air/Acetylene	Air/Acetylene	Air/Acetylene
Flame stoichiometry	Oxidizing	Oxidizing	Oxidizing	Oxidizing
Wavelength, nm	248.3	324.7	279.5	213.9
Slit width, nm	0.2	0.5	0.2	1.0

คำนวณหาปริมาณธาตุโดยใช้สูตร

$$\text{ธาตุ},\% = \frac{A \times V \times D \times 10^{-4}}{S}$$

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เมื่อ A = ความเข้มข้น(มิลลิกรัม/ลิตร) ที่วัดได้ของสารละลายตัวอย่างลบด้วยสารละลายแบลงค์

V = ปริมาตรเริ่มต้น (มิลลิลิตร)

D = สัมประสิทธิ์การเจือจาง

S = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

3.2.3.2 วิธีที่ 2 [7,10]

1) ใช้ตัวอย่างจากข้อ 3.1.2.1

2) ห้องทดสอบต้องมีอุณหภูมิ 22 ± 2.8 °ซ และมีความชื้นสัมพัทธ์ไม่เกิน 60%

3) เตรียมตัวอย่างอะลูมิเนียมอ้างอิงและอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง โดยการกลึงผิวหน้าให้เรียบด้วยเครื่องกลึง

4) เปิดสวิสซ์ทุกส่วนของเครื่องมือ

5) โปรไฟล์หลอดปรอท (profile mercury lamp) เพื่อปรับลำแสงให้ตรงช่องแสง

6) ทำสแตนดาร์ดไดเซชัน (standardization) ด้วยโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงและโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง หมายเลข WA-1199 AL, WD-1000 M, WA-3004 AB, WB-3003 Y,WB-1000 AB,SS-6201 G, SS-6061 FY, G 3000B4 และ 9438

โดยวางก้อนโลหะลงบนฐานรองรับภายในเครื่อง ปล่อยกระแสไฟฟ้าเพื่อกระตุ้นอะตอมของธาตุที่อยู่ในก้อนโลหะ อะตอมจะปล่อย (emit) พลังงานออกมาในรูปของพลังงานแสง เครื่องจะตรวจจับพลังงานแสงที่ถูกปล่อยออกมานี้ด้วยหลอดโฟโตมัลติไพเออร์ (Photomultiplier tube) และเปลี่ยนพลังงานแสงไปเป็นค่าทางไฟฟ้าที่สามารถอ่านค่าออกมาเป็นตัวเลขที่แสดงความเข้มแสง (intensity) ซึ่งจะแปรตามปริมาณธาตุที่มีอยู่

การทำสแตนดาร์ดไดเซชัน นี้ทำเพื่อหาค่าแฟคเตอร์ (Factor) ไปคูณกับค่าความเข้มแสง ซึ่งเป็นที่อ่านได้ในวันที่ทำการทดลอง เพื่อปรับความความเอียง (slope) ของกราฟที่ได้ ให้เท่ากับความเอียงของกราฟมาตรฐานที่ถูกสร้างไว้ในโปรแกรมการทดสอบแล้ว

7) ทดสอบตัวอย่าง

3.2.4 การใช้วิธีทางสถิติวิเคราะห์ข้อมูล [9]

3.2.4.1 เปรียบเทียบความแม่นของผลการทดสอบปริมาณธาตุทั้ง 5 ชนิด ในโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองหมายเลข WB-3003 Y ซึ่งทดสอบโดยวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีกับค่าที่ได้จากใบรับรองโดยใช้ t-test ซึ่งคำนวณโดย

$$t = \frac{|\bar{x} - \mu|\sqrt{n}}{s}$$

เมื่อ $\bar{x}$ = ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง (%)

μ = ค่าที่ได้จากใบรับรอง (%)

n = จำนวนครั้งของการทดสอบซ้ำ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 7

s = ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)

3.2.4.2 เปรียบเทียบความเที่ยงของผลการทดสอบปริมาณธาตุทั้ง 5 ชนิดในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 จำนวน 5 ตัวอย่าง เพื่อดูว่าวิธีทดสอบทั้ง 2 วิธี ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญโดยใช้ F-test

$$F = \frac{s_1^2}{s_2^2} \quad \text{หรือ} \quad F = \frac{s_2^2}{s_1^2}$$

โดย s_1 และ s_2 = ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานของวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 (%)

s_1^2 และ s_2^2 = ค่าความแปรปรวนของผลการทดสอบวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2

และกำหนดให้ ค่า F ต้องมีค่า ≥ 1 เสมอ

ถ้า $F_{\text{คำนวณ}}$ มีค่าน้อยกว่า $F_{\text{จากตาราง}}$ แสดงว่าความแปรปรวนของผลการวิเคราะห์ทั้ง 2วิธี ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นที่กำหนด

3.2.4.3 การเปรียบเทียบความแม่นของวิธีที่ 2 กับวิธีที่ 1 ทำโดยใช้ t-test

- คำนวณ pooled estimate of standard deviation

$$s^2_{pooled} = \frac{\{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2\}}{(n_1 + n_2 - 2)}$$

- คำนวณ t จากสูตร

$$t = \left| \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{s_{pooled}\sqrt{1/n_1 + 1/n_2}} \right| \text{ , degree of freedom } = (n_1 + n_2 - 2)$$

เมื่อ $\bar{x}_1$ และ $\bar{x}_2$ = ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลองโดย วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 (%)

ถ้า $t_{คำนวณ}$ มีค่าน้อยกว่า $t_{จากตาราง}$ แสดงว่าวิธีที่ 2 และวิธีที่ 1 มีความแม่นไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ กล่าวคือ วิธีทั้งสองให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกัน

3.3 วิธีดำเนินการ

3.3.1 เปรียบเทียบผลการทดสอบแมงกานีส ทองแดง เหล็ก ซิลิคอนและสังกะสีในอะลูมิเนียมประเภท 3003 โดยวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 เพื่อเลือกวิธีที่ 2 มาใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการ

3.3.1.1 ทดสอบหาปริมาณธาตุต่างๆ ในโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง หมายเลข WB-3003 Y และแผ่นอะลูมิเนียม 5 ตัวอย่างโดยวิธีก่อนการปรับปรุง ซึ่งคือวิธีที่ 1 โดย

- วิเคราะห์หาปริมาณซิลิคอน โดยวิธีตกตะกอน
- วิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก ทองแดง แมงกานีส และสังกะสี โดยใช้เครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.3.1.2 ทดสอบหาปริมาณธาตุต่างๆในโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง หมายเลข WB-3003 Y และแผ่นอะลูมิเนียม 5 ตัวอย่าง ด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ คือวิธีที่ 2

3.3.1.3 นำผลการศึกษาที่ได้มาเปรียบเทียบและประเมินผลทางสถิติเพื่อดูความแม่นและความเที่ยงของ 2 วิธี

3.3.1.4 สรุปผลการทดลอง

3.3.2 การจัดทำเอกสารมาตรฐานวิธีดำเนินการวิเคราะห์ (Standard Operation Procedure)

เอกสารมาตรฐานวิธีดำเนินการวิเคราะห์ที่จัดทำขึ้นนี้ ต้องให้สอดคล้องกับเอกสารคุณภาพหลักของกองเคมี คือเอกสารคู่มือคุณภาพ (Quality Manual) และเอกสารวิธีดำเนินการด้านระบบคุณภาพ (Quality System Procedure) ซึ่งเอกสารคุณภาพหลักของกองเคมี ประกอบด้วยเนื้อหาเป็นไปตามข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและห้องปฏิบัติการสอบเทียบ มอก.17025-2543 เอกสารต่างๆ ที่ทางกลุ่มงานฯ จัดทำ ประกอบด้วย

3.3.2.1 วิธีวิเคราะห์ทดสอบ [5,6]

โดยทั่วไปถ้าเป็นไปได้ ห้องปฏิบัติการจะเลือกใช้วิธีการที่เป็นมาตรฐานและวิธีดำเนินงานที่เหมาะสม สำหรับทุกการทดสอบในขอบข่ายที่กำหนดไว้ สำหรับการทดสอบแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 นี้ เป็นวิธีที่จัดทำขึ้นเอง (Inhouse Method) โดยใช้เอกสาร

มาตรฐาน ASTM E 1251-94 (Reapproved 1999) เป็นเอกสารอ้างอิง เนื่องจากกลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 ไม่สามารถดำเนินการทดสอบตามวิธีทดสอบมาตรฐานใน ASTM ได้ทุกขั้นตอน เช่น การสอบเทียบเครื่องมือ นอกจากนี้ยังมีข้อจำกัดเกี่ยวกับการใช้โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง และโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิง ซึ่งใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ไม่ครอบคลุมขอบข่ายตามวิธีมาตรฐาน

วิธีทดสอบประกอบด้วย

(1) การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ (Method Vadiation)

ถ้ากรณีที่เรานำวิธีมาตรฐานระดับระหว่างประเทศ ระดับภูมิภาคหรือระดับประเทศมาใช้ หรือเอกสารสิ่งตีพิมพ์ขององค์กรทางวิชาการที่มีชื่อเสียงและเป็นที่ยอมรับโดยทั่วไปมาใช้งาน ก็ไม่จำเป็นต้องตรวจสอบความใช้ได้อีก แต่จะต้องทำการทวนสอบวิธีดังกล่าวก่อน เนื่องจากสภาพแวดล้อม เครื่องมือและบุคลากรที่ปฏิบัติงานแตกต่างกัน โดยใช้ค่าที่ยอมรับของวัสดุอ้างอิงรับรองหรือสารมาตรฐานมาวิเคราะห์เปรียบเทียบ

ส่วนวิธีที่ห้องปฏิบัติการจัดทำขึ้นเองโดยอ้างอิงวิธีมาตรฐานนั้น จะต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี ห้องปฏิบัติการได้นำพารามิเตอร์ต่างๆ ที่จำเป็นมาใช้ ซึ่งได้แก่

- ค่าความแม่น (Accuracy) โดยการเปรียบเทียบค่าที่วิเคราะห์ได้จากวัสดุอ้างอิงและวัสดุอ้างอิงรับรองกับช่วงที่ยอมรับจากใบรับรองของวัสดุอ้างอิงนั้นๆ แต่ถ้าไม่มีกับช่วงที่ยอมรับจากใบรับรอง จะใช้วิธีคำนวณจากความแม่นสัมพัทธ์ (Relative Accuracy) โดยกำหนดช่วงไม่เกินร้อยละ +/- 20
- ค่าความเที่ยง (Precision) คำนวณจากส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Deviation, RSD) การกำหนดค่าการยอมรับของ RSD ซึ่งขึ้นกับปริมาณของธาตุที่เป็นส่วนประกอบในตัวอย่าง ตามตารางที่ 3

<u>ตารางที่ 3</u> เกณฑ์การยอมรับของค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ

ปริมาณร้อยละ	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์, ร้อยละ
น้อยกว่า 0.005	15.0
0.005-0.0099	10.0
0.01-0.1	5.0
มากกว่า 0.1	3.0

(2) การทวนสอบความน่าเชื่อถือของวิธี (Verification)

- ค่าความแม่น โดยใช้โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง หมายเลข WB-3003 Y ทดสอบเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน ปริมาณธาตุต่างๆ ที่ทดสอบได้ต้องอยู่ในช่วงรับรองตามใบรับรอง (Certificate) ดังตารางที่ 4

<u>ตารางที่ 4</u> ช่วงรับรองของโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง หมายเลข WB-3003 Y

ธาตุ	ปริมาณร้อยละ
ซิลิคอน	0.144-0.156
เหล็ก	0.30-0.32
ทองแดง	0.192-0.208
แมงกานีส	1.50-1.58
สังกะสี	0.021-0.023

- ค่าความเที่ยงต้องเป็นไปตามส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ตามตารางที่ 3 ในข้อ 3.3.2.1. (1)

(3) การควบคุมคุณภาพ (Quality Control)

- ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของความเข้มข้นของแสง (Intensities) ที่คำนวณจากธาตุทุกธาตุในการใช้โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิง และโลหะอะลูมิเนียมรับรอง ในการทำสแตนดาร์ดไดเซชัน (Standardzation) ของทั้ง 5 ธาตุต้องไม่เกินร้อยละ 2.0 (โลหะอะลูมิเนียมที่ใช้สแตนดาร์ดไดเซชัน ประกอบด้วย WA-1199 AL, WD-1000 M, WA-3004 AB, WB-3003 Y, WB-1000 AB, SS-6201 G, SS-6061 FY, G 3000B4 และ 9438)
- ผลการทวนสอบความแม่นและความเที่ยงโดยโลหะอะลูมิเนียมรับรอง WB-3003 Y ใช้เป็นตัวควบคุมคุณภาพภายในของวิธีการนี้ด้วย
- ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของปริมาณธาตุต่างๆ ในตัวอย่างต้องเป็นไปตามตารางที่ 3 ในข้อ 3.3.2.1. (1)

3.3.2.2 จัดทำเอกสารอื่นๆที่เกี่ยวข้อง เช่น ขั้นตอนการรับส่งตัวอย่าง การจัดเก็บ ขนย้ายตัวอย่าง การเตรียมตัวอย่าง การบำรุงรักษาเครื่องมือทุกเครื่องที่เกี่ยวข้อง

โปรแกรมการสอบเทียบเครื่องมือ คำแนะนำในการใช้เครื่องมือ โปรแกรมการทดสอบความสามารถของผู้ทำการวิเคราะห์เพื่อตรวจสอบให้มีประสิทธิภาพที่ดีอย่างสม่ำเสมอ ฯลฯ

3.3.2.3 จัดทำแบบฟอร์ม (Work Sheet) ใบรายงานผล (Test Report) และใบบันทึกข้อมูลระหว่างทำการวิเคราะห์

3.3.2.4 การรายงานผลต้องชัดเจนและมีข้อบ่งชี้ลักษณะตัวอย่างให้ถูกต้อง เป็นไปตามความต้องการของลูกค้าและต้องสอดคล้องตามข้อกำหนดด้วย

3.3.3 การทดสอบความชำนาญ

เข้าร่วมกิจกรรมทดสอบความชำนาญ (Proficiency Testing) กับNATA (National Association of Testing Authorities,Australia) ซึ่งเป็นองค์กรแห่งชาติของประเทศออสเตรเลีย การเข้าร่วมในกิจกรรมทดสอบความชำนาญ เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพและความแม่นของผู้วิเคราะห์ วิธีวิเคราะห์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ แล้วนำผลที่ได้จากการเข้าร่วมทดสอบความชำนาญมาปรับปรุงคุณภาพของการวิเคราะห์ให้มีคุณภาพดียิ่งขึ้น

ขั้นตอนในการเข้าร่วมในกิจกรรมทดสอบความชำนาญ

- แจ้งความประสงค์เข้าร่วมการทดสอบ
- ทำการวิเคราะห์ภายในระยะเวลาที่กำหนด
- ส่งผลการวิเคราะห์กลับไปยัง NATA
- NATA รายงานผลการทดสอบกลับมาพร้อมกับสรุปผลและข้อแนะนำ

บทที่ 4
ผลการดำเนินงาน

4.1 ผลการเปรียบเทียบวิธีทดสอบทั้ง 2 วิธี

การเปรียบเทียบด้วยหลักทางสถิติ โดยใช้ t-test และ F-test พบว่าผลการทดสอบไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ข้อมูลของผลการเปรียบเทียบวิธีทดสอบตามภาคผนวก 1

4.2 ผลการจัดทำคู่มือการวิเคราะห์และการควบคุมคุณภาพ

การดำเนินการควบคุมคุณภาพการทดสอบในห้องปฏิบัติการมี 3 ขั้นตอนคือ

- การส่งตัวอย่างอะลูมิเนียม
- ขั้นตอนการทดสอบในห้องปฏิบัติการ
- การควบคุมคุณภาพการทดสอบ

4.2.1.การส่งตัวอย่างอะลูมิเนียม

4.2.1.1 ห้องปฏิบัติการกำหนดให้ผู้ใช้บริการส่งตัวอย่างอะลูมิเนียมประเภท 3003 โดยกำหนดให้ชิ้นตัวอย่างแต่ละชิ้นมีพื้นที่ตัวอย่างไม่ต่ำกว่า 25 ตารางเซนติเมตร ด้านใดด้านหนึ่งต้องไม่ต่ำกว่า 1 เซนติเมตร

4.2.1.2 ผู้ใช้บริการนำตัวอย่างมาส่งที่ธุรการ กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ พร้อมกรอกรายละเอียดในแบบฟอร์มคำร้องการส่งตัวอย่าง

4.2.1.3 งานธุรการ ให้ลำดับหมายเลขของตัวอย่างของกอง (CD/...) พร้อมระบุลักษณะตัวอย่างและติดฉลาก CD/... ที่บนแผ่นตัวอย่าง ลงวันที่และเวลาที่รับตัวอย่างในสมุดรับตัวอย่าง แล้วนำตัวอย่างส่งให้ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานอนินทรีย์วิเคราะห์ 1 ภายใน 24 ชั่วโมงเมื่อห้องปฏิบัติการรับตัวอย่างแล้ว จะลงวันที่และเวลาที่รับตัวอย่างจากธุรการกองแล้วนำไปเก็บในที่วางตัวอย่าง

4.2.1.4 นักวิทยาศาสตร์ผู้ทดสอบนำตัวอย่างให้เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเตรียมชิ้นงานโดยการกลึง แล้วเก็บในเดซิเคเตอร์ เพื่อรอการทดสอบ

4.2.2 ขั้นตอนการทดสอบในห้องปฏิบัติการ

4.2.2.1 วัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้

- โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง หมายเลข WA-1199-AL, WD-1000-M, WA-3004 AB, WB-3003 Y, WB-1000 AB, SS-6201-G และ SS-6061 FY บริษัท Alcoa Specialty Metals ประเทศ อังกฤษ

- โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงหมายเลข G3000B4บริษัทMBH AnalyticalLimited ประเทศอังกฤษ และ 9438 บริษัท Pechiney ประเทศฝรั่งเศส
- ตัวอย่าง
- ก๊าซอาร์กอน ชนิดความบริสุทธิ์ไม่ต่ำกว่า 99.997

4.2.2.2 เครื่องมือ

- เครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ (Spark Emission Spectrometer) รุ่น DV 4 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- เครื่องกลึงและอุปกรณ์ประกอบ (Lathe) รุ่น JN 280 ประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีน
- เครื่องวัดอุณหภูมิและความชื้น (Temperature & Humidity Recorder) รุ่น DT 600 ประเทศออสเตรเลีย
- เครื่องดูดความชื้น (Dehumidifier) รุ่น AHNB 16 WAM ประเทศไทย
- เครื่องเก็บสารไฟฟ้า (Electronic Dry Cabinet) รุ่น DRY-125 S ประเทศไต้หวัน
- เดซิกเกเตอร์

4.2.2.3 วิธีปฏิบัติ

1) ตัดชิ้นตัวอย่าง ขนาดประมาณ 2.5x2.5 ซม. กลึงผิวหน้าตัวอย่างให้เรียบด้วยเครื่องกลึง ชิ้นงานที่เตรียมแล้วถ้าเป็นตัวอย่างเก็บในเดซิเกเตอร์ ส่วนโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองและโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิง กลึงผิวหน้าชิ้นงานเช่นเดียวกันแล้วเก็บในเครื่องเก็บไฟฟ้า
2) การใช้เครื่องมือ
   - เปิดสวิทต์ทุกส่วนของเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์
   - อุ่นเครื่องอย่างน้อย 4 ชั่วโมง
   - ควบคุมสภาวะแวดล้อม ความชื้นไม่เกิน 60 %RH และอุณหภูมิ 22 +/- 2.8 ^{o}C
     - โปรไฟล์หลอดปรอท (Profile mercury lamp) เป็นการปรับลำแสงให้ตรงช่องรับแสงโดยปรับสลิตขาเข้า (entrance slit) เพื่อให้สลิตขาออก (exit slit) ได้รับความเข้มแสงจากหลอดปรอทสูงสุด
     - ทำสแตนดาร์ดไดเซชัน(standardization) [10,11] โดยใช้โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองและโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิง ดังนี้ WA-1199-AL, WD-1000-M, WA-3004 AB, WB-3003 Y, WB-1000 AB, SS-6201-G, 9438, SS-6061 FY และ G3000B4 การสปาร์ก ให้สปาร์ก

4 ค่า แล้วตัดค่าแรกออก ผลการทดสอบใช้ผลเฉลี่ยจาก 3 ค่าที่เหลือ

- การทวนสอบกราฟมาตรฐาน โดยใช้โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง WB-3003 Y เป็นตัวทวนสอบเพื่อดูความแม่นและความเที่ยงของการวิเคราะห์
- ทดสอบตัวอย่างควบคุม โดยใช้โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง WB-3003 Y เป็นตัวควบคุมการวิเคราะห์ด้วย
- ทดสอบตัวอย่าง
- การวิเคราะห์ผลทดสอบ
- บันทึกและรายงานผล

4.2.3 การทดสอบตัวอย่างควบคุมคุณภาพ

นำผลการทดสอบโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง WB-3003 Y เปรียบเทียบกับค่าในใบรับรอง สามารถประเมินผลได้ดังนี้

- ถ้าผลการวิเคราะห์ ซิลิคอน เหล็ก แมงกานีส ทองแดงและสังกะสี อยู่ในช่วงค่ารับรอง คืออยู่ในระหว่างค่าที่แท้จริง +/- ค่าความไม่แน่นอน แสดงว่าผลการควบคุมคุณภาพอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ
- ถ้าผลการวิเคราะห์ ซิลิคอน เหล็ก แมงกานีส ทองแดงและสังกะสี ไม่อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ จะต้องทบทวนขั้นตอนการวิเคราะห์ใหม่ โดยเริ่ม Standardization ใหม่

รายละเอียดของเอกสารวิธีดำเนินงานการวิเคราะห์และเอกสารที่เกี่ยวข้อง ตามภาคผนวก 3

4.3 ผลการเข้าร่วมกิจกรรมการทดสอบความชำนาญ

ได้เข้าร่วมโปรแกรมเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ โดยเข้าร่วมกิจกรรมการทดสอบความชำนาญของ NATA ในโปรแกรมการ APLAC T 005 (Aluminium Alloy Proficiency Testing Program) โดยได้ Lab Code 17 ผ่านทางสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 เห็นเป็นโอกาสที่จะได้ทดสอบสมรรถนะของเครื่องมือและประสิทธิภาพการใช้งาน รวมถึงการปรับปรุงคุณภาพงาน จึงได้เข้าร่วมโครงการนี้

ซึ่งทางกลุ่มงานฯ ได้ส่งรายงานผลการทดสอบจำนวน 2 ฉบับ ฉบับแรก ทดสอบปริมาณซิลิคอนโดยวิธีการตกตะกอน ส่วนปริมาณเหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสีทดสอบโดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ส่วนฉบับหลัง ปริมาณซิลิคอนทดสอบโดยวิธีการตกตะกอนเช่นเดียวกัน แต่ปริมาณเหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสีทดสอบโดยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์

จากการรายงานผลการทดสอบของโปรแกรมนี้ ปรากฏว่ารายงานฉบับแรก ผลการทดสอบทั้ง 5 ธาตุอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ ส่วนรายงานฉบับหลังผลการทดสอบธาตุ ซิลิคอน เหล็ก แมงกานีสและ

สังกะสี อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ ส่วนทองแดงไม่อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ ซึ่งทางห้องปฏิบัติการได้หาสาเหตุ ซึ่งพบว่าความผิดพลาดเนื่องจากไม่มีโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงและโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองครอบคลุมช่วงปริมาณของตัวอย่าง ทางห้องปฏิบัติการจึงได้จัดซื้อโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองเพิ่ม

ดังนั้นในการประกันคุณภาพการวิเคราะห์อะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 กลุ่มงานจึงต้องคำนึงถึงข้อจำกัดของโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองและโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิง ซึ่งต้องนำมาใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐานเป็นเกณฑ์ เพื่อให้ผลการวิเคราะห์มีความแม่นและความเที่ยง และมีประสิทธิภาพเป็นที่ยอมรับตามขอบข่ายที่จะขอรับการรับรองตามมาตรฐานสากล

ผลการเข้าร่วมกิจกรรมการทดสอบความชำนาญ ตามภาคผนวก 4

บทที่ 5
วิจารณ์

เนื่องจากวิธีทดสอบตัวอย่างด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ มีประสิทธิภาพในการทดสอบดีกว่า คือได้ผลการทดสอบที่รวดเร็ว มีความเที่ยงมากกว่าและไม่ก่อมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม ทางกลุ่มงานฯ จึงปรับเปลี่ยนวิธีการทดสอบจากวิธีทดสอบทางเคมีมาเป็นวิธีทดสอบด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ โดยได้จัดเตรียมเอกสารขั้นตอนการทดสอบและเอกสารที่เกี่ยวข้อง และจัดให้มีวิธีประกันคุณภาพของการทดสอบตัวอย่างอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 ด้วย

การประกันคุณภาพ (Quality Assurance, QA) เป็นหลักการปฏิบัติที่ห้องปฏิบัติการใช้เพื่อให้เกิดความมั่นใจแก่ผู้ใช้บริการ บุคคล หรือหน่วยงานภายนอก ว่าเป็นห้องปฏิบัติการที่ผลิตแต่ข้อมูลที่มีคุณภาพ เป็นที่ยอมรับและใช้ระงับข้อโต้แย้งข้อมูลเกี่ยวกับผลทดสอบได้ นั่นคือความแม่นของผลการทดสอบ สามารถนำไปชี้แจงได้ด้วยความมั่นใจ ด้วยเหตุนี้จึงสามารถเพิ่มความน่าเชื่อถือของกระบวนการวิเคราะห์ได้ เป็นชุดของการดำเนินการหลักที่ต้องปฏิบัติตามอย่างเข้มงวดในระหว่างการรับตัวอย่าง จนกระทั่งการวิเคราะห์ตัวอย่าง การประกันคุณภาพจะครอบคลุมถึงการควบคุมคุณภาพ (Quality Control, QC) และการประเมินผลการควบคุมคุณภาพ (Quality Assessment) สำหรับแผนการควบคุมคุณภาพ ที่ดีต้องประกอบด้วย การควบคุมคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการทดสอบ และการควบคุมคุณภาพภายนอกห้องปฏิบัติการทดสอบ

การควบคุมคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการทดสอบ ได้วางแผนการจัดทำเอกสารให้เป็นระบบก่อน เพื่อแสดงให้เห็นว่ามีการดำเนินการควบคุมคุณภาพ เช่น จัดทำเอกสารการทดสอบมาตรฐาน (Standard Operation Procedure, SOP) และเอกสารควบคุม (Document Control) ทดสอบ การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ (Method Validation) การรับรองความสามารถของผู้ทดสอบ (Certification of Operator Competence) การวิเคราะห์ซ้ำ (analysis of replicates)

ส่วนการประเมินคุณภาพ เป็นกระบวนการควบคุมคุณภาพภายนอก เพื่อหาคุณภาพของข้อมูลจากการวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ โดยการประเมินประสิทธิภาพการทดสอบ การตรวจสอบประสิทธิภาพ การเปรียบเทียบผลการทดสอบกับวัสดุอ้างอิงหรือวัสดุอ้างอิงรับรอง และการเข้าร่วมในกิจกรรมการทดสอบความชำนาญ (Proficiency Testing) ซึ่งเป็นการตรวจสมรรถนะในการทดสอบหรือการสอบเทียบของห้องปฏิบัติการ โดยใช้วิธีเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ (interlabaratory comparison) ซึ่งการเข้าร่วมในกิจกรรมทดสอบความชำนาญของห้องปฏิบัติการในการทดสอบอะลูมิเนียมนี้ ทำให้สามารถแก้ไขข้อบกพร่อง ปรับปรุงการทดสอบให้ดีขึ้น เกิด

ความมั่นใจในการทดสอบและผลที่ได้มากขึ้น ทำให้ผู้ใช้บริการเกิดความมั่นใจในผลการทดสอบ ขจัดข้อขัดแย้งให้หมดไป

จากการดำเนินการในเรื่องการประกันคุณภาพวิธีการทดสอบซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสี ในตัวอย่างอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 ของกลุ่มงานอนินทรีย์เคมี วิเคราะห์ 1 กองเคมี ตามข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและห้องปฏิบัติการสอบเทียบ (มอก. 17025-2543) และการได้เข้าร่วมทำกิจกรรมทดสอบความชำนาญกับองค์กร NATA ซึ่งได้รับผลสำเร็จทำให้เกิดผลดีต่อหน่วยงาน เกิดความเชื่อถือของผู้ใช้บริการ สร้างความมั่นใจแก่ผู้วิเคราะห์ เนื่องจากมีขั้นตอนการวิเคราะห์ มีระบบการเก็บรวบรวมข้อมูล และสามารถตรวจสอบติดตามได้

ส่วนการจัดทำคู่มือการวิเคราะห์ และการควบคุมคุณภาพมีความสำคัญ นอกจากจะเป็นประโยชน์แก่ผู้วิเคราะห์ในแง่ของการยืนยันระดับความเชื่อมั่น และความแม่นในการวิเคราะห์แล้ว ยังเป็นประโยชน์ต่อห้องปฏิบัติการอื่นๆ ที่จะใช้เป็นแนวทางในการจัดทำคู่มือการวิเคราะห์ทดสอบให้มีคุณภาพ เพื่อขอรับการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและห้องปฏิบัติการสอบเทียบ ตามข้อกำหนดของมอก. 17025-2543 ดังเช่นห้องปฏิบัติการของกลุ่มงานอนินทรีย์เคมี วิเคราะห์ 1 ซึ่งได้รับการรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบแล้ว และเป็นที่ยอมรับในระดับมาตรฐานสากล

บทที่ 6
สรุป

การประกันคุณภาพวิธีทดสอบเป็นสิ่งจำเป็นมากสำหรับห้องปฏิบัติการ เพื่อให้การปฏิบัติงานมีคุณภาพและเป็นที่ยอมรับตามหลักการของมาตรฐานสากล สำหรับการประกันคุณภาพวิธีการทดสอบปริมาณซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสี ซึ่งเป็นธาตุประกอบที่สำคัญในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 สรุปได้ดังนี้

5.1 การทดสอบหาปริมาณซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสีในตัวอย่างอะลูมิเนียมของห้องปฏิบัติการกลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 เลือกใช้วิธีที่จัดทำขึ้นเอง (Inhouse method) โดยอ้างอิงกับวิธีมาตรฐานใน ASTM E 1251 –94 (Reapproved 1999) เพราะเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว และมีความแม่นและมีความเที่ยง

5.2 การควบคุมคุณภาพในการทดสอบหาปริมาณซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีสและสังกะสีในตัวอย่างอะลูมิเนียมใช้โลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองเป็นตัวควบคุมคุณภาพภายใน วิเคราะห์ควบคู่กับการวิเคราะห์ตัวอย่างทุกครั้ง

5.3 มีการจัดทำคู่มือการทดสอบ และการควบคุมคุณภาพของห้องปฏิบัติการกลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1

5.4 การเข้าร่วมในกิจกรรมทดสอบคนวามชำนาญ (Proficiency Testing Program) กับ NATA ประเทศออสเตรเลีย และประสบผลสำเร็จในการวิเคราะห์ เป็นสิ่งยืนยันในความถูกต้องของผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทมิเตอร์

5.5 บุคลากรมีความรู้ ความเข้าใจดียิ่งขึ้น ทำให้เพิ่มประสิทธิภาพในการทำงานของนักวิทยาศาสตร์ และเพิ่มความระวัง (awareness) ในการวิเคราะห์ ทดสอบซึ่งเป็นหัวใจสำคัญของการวิเคราะห์ ทดสอบเพื่อให้ได้มาซึ่งผลการทดสอบที่มีความแม่นและความเที่ยง และรวดเร็วยิ่งขึ้น

5.6 เผยแพร่ความรู้ในด้านการระบบคุณภาพให้แก่ห้องปฏิบัติการอื่นๆทั้งภาครัฐ และเอกชน

5.7 กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิ เคราะห์ 1 ได้กำหนดกิจกรรมจัดเป็นแผนงานที่ต้องดำเนินการเพื่อรักษาระดับคุณภาพของห้องปฏิบัติการ ดังนี้

- มีกิจกรรมในการทดสอบความชำนาญ (Proficiency Testing Program) อย่างสม่ำเสมอ
- จัดโปรแกรมทดสอบความสามารถ (Competent) ของผู้วิเคราะห์อย่างน้อยปีละ 2 ครั้ง

5.8 ขอบข่ายที่กลุ่มงานฯ ได้รับการรับรองความสามารถของห้องปฏิการทดสอบ

ISO/IEC 17025 สำหรับผลิตภัณฑ์แผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 ตามภาคผนวก 5 ซึ่งสรุปได้ดังนี้

ธาตุ	ขอบข่ายการได้รับการรับรอง (%)
ซิลิคอน	0.0035-0.76
เหล็ก	0.004-0.88
ทองแดง	0.036-0.24
แมงกานีส	1.02-1.54
สังกะสี	0.004-0.09

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณ คุณส่องแสง เลี่ยวชวลิต ผู้อำนวยการโครงการเคมี คุณสุจินต์ ศรีคงศรี ผู้อำนวยการสำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ คุณเกษม พิฤทธิ์บูรณะ หัวหน้ากลุ่มกำกับดูแลมาตรฐานห้องปฏิบัติการ คุณเรณู ตามไท ผู้ได้รับมอบหมายให้ควบคุมดูแลห้องปฏิบัติการวิเคราะห์แร่ โลหะและสารปริมาณน้อย ที่กรุณาให้คำแนะนำและตรวจแก้ไขผลงานฉบับนี้ และขอบคุณผู้ร่วมงานทุกท่าน ที่ช่วยเหลือและเป็นกำลังใจ ทำให้ผลงานฉบับนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

1. มนัส สถิรจินดา. โลหะนอกกลุ่มเหล็ก. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2536
2. แม้น อมรสิทธิ์ และ สมชัย อัครทิวา. วัสดุวิศวกรรม. กรุงเทพฯ. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร. 2540
3. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. กรุงเทพฯ. โรงพิมพ์ชวนพิมพ์. 2534.
4. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มอก.331-2523 : มาตรฐานผลิตภัณฑ์ ผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม อะลูมิเนียมแผ่นหนาและแผ่นบาง กรุงเทพ : คุรุสภาลาดพร้าว,2530
5. American Society for Testing and Materials. Standard Test Method for Optical Emission Spectrometric Analysis of Aluminium and Aluminium Alloys by the Point- to-Plan Technique, In Annual Book of ASTM Standard E 227-90 (Reapproved 1996) : Analytical Chemistry for Metals, Ores, and Related Materials. West Conshohocken, PA : ASTM, 1996
6. American Society for Testing and Materials. Standard Test Method for Optical Emission Spectrometric Analysis of Aluminium and Aluminium Alloys by the Argon Atmosphere, Point- to-Plan, Unipolar Selt- Initiating Capacitor Discharge. In Annual Book of ASTM standard E 1251-94 (Reapproved 1999) : Analytical Chemistry for Metals, Ores, and Related Materials. West Conshohocken, PA : ASTM, 1999
7. Baird Arc / Spark Software Manual. Division of Thermo Instruments Systems. Baird Thermo Jarrell Ash Corporation, 1995
8. Jeffery, G.H., Bassette, J., Mendham, J. and Denney, R.C. Vogel's Textbook of Qualitative Chemical Analysis. 5th ed. London : Wiley, 1989
9. Miller, J.C. and Miller, J.N. Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry. 4th ed. London : Pearson Education Limited, 2000
10. Spectrochemical Equipment division, Baird Corporation. Spectrovac (Model DV-4) Direct Reading Optical Emission Spectrometer. Baird Corporation. Massachusetts. 1984

11. Standard Association of Australia. Analysis of Metals-Procedures for the Setting up, Calibration and standardization Using Arc / Spark Discharge, AS 2883. 1986.

12. Standard Association of Australia. Recommended Practice for Atomic Emission Spectrometric Analysis. Part 1 : Principles and Techniques. AS 3641.1. 1989

13. The International Organization for Standardization / The International Electrotecnical commission. General Requirements for the Competence of Testing and calibration Laboratories. ISO/IEC 17025. 1999

14. The Variance Australia Pty Ltd. Flame Atomic Absorption Spectrometry, Analytical Methods 1989

ภาคผนวก

ภาคผนวก 1

ผลการเปรียบเทียบการทดสอบทั้ง 2 วิธี

<u>ตารางที่ 5</u> การเปรียบเทียบผลทดสอบหาปริมาณซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีส และสังกะสี ในโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรองหมายเลข WB-3003 Y โดยทั้ง 2 วิธีกับค่าที่ได้จากใบรับรอง

ธาตุ	ค่าจากใบรับรอง (%)	วิธีที่ 1			วิธีที่ 2			$F_{1,2}$
		ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)	$t_{คำนวณ}$	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)	$t_{คำนวณ}$	
ซิลิคอน	0.15	0.1508	0.0021	-0.97	0.1517	0.0020	-2.28	1.64
เหล็ก	0.31	0.3129	0.0083	-0.93	0.3137	0.0064	-1.54	1.70
ทองแดง	0.20	0.1979	0.0025	2.21	0.1986	0.0019	1.99	1.78
แมงกานีส	1.54	1.5495	0.0158	-1.59	1.5457	0.0077	-1.94	4.16
สังกะสี	0.022	0.0225	0.0010	-1.21	0.0220	0.0007	0.06	2.23

<u>หมายเหตุ</u> 1. ข้อมูลดิบในการทดสอบหาปริมาณธาตุทั้ง 5 ชนิดโดยวิธีทั้ง 2 วิธีอยู่ในภาคผนวก 2

2. ค่าเฉลี่ยและค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน คำนวณจากการทำการทดลองซ้ำ 7 ครั้ง

3. ค่า $t_{จากตาราง}$ = 2.45 (n =6) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

4. ค่า $F_{จากตาราง}$ = 5.820 (n_1,n_2 = 6,6 , two-tailed test) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

ผลการวิเคราะห์ธาตุต่างๆ ทั้ง 5 ธาตุ เมื่อเปรียบเทียบกับค่าที่ระบุในใบรับรองของ WB-3003 Y โดยใช้ t-test พบว่า $t_{คำนวณ}$ ทุกข้อมูลมีค่าน้อยกว่า $t_{จากตาราง}$ (2.45) ซึ่งแสดงว่า ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการวิเคราะห์วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ไม่แตกต่างจากใบรับรองอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

ผลการเปรียบเทียบความแปรปรวนของทั้ง 2 วิธี โดยใช้ F-test พบว่าผลการเปรียบเทียบ ($F_{1,2}$) ทุกข้อมูลมีค่าน้อยกว่า $F_{จากตาราง}$ (5.820) ซึ่งแสดงว่าความเที่ยงของการวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

ตารางที่ 6 การเปรียบเทียบผลการทดสอบหาปริมาณซิลิคอนในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 โดยวิธีทดสอบทั้ง 2 วิธี

หมายเลขปฏิบัติการ	วิธีที่ 1		วิธีที่ 2		$F_{คำนวณ}$	$t_{คำนวณ}$
	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)		
TY.17	0.0912	0.0034	0.0926	0.0017	4.22	-0.45
TY.183	0.1200	0.0008	0.1212	0.0004	3.57	-1.73
TY.189	0.2689	0.0076	0.2827	0.0034	4.99	-2.17
TY.385	0.1202	0.0031	0.1217	0.0013	5.69	-0.61
TY.389	0.1123	0.0049	0.1112	0.0022	4.96	0.25

หมายเหตุ ข้อมูลดิบในการทดสอบปริมาณซิลิคอนโดยวิธีทั้ง 2 วิธี อยู่ในภาคผนวก 2

ตารางที่ 7 เปรียบเทียบผลการทดสอบหาปริมาณเหล็กในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 โดยวิธีทดสอบทั้ง 2 วิธี

หมายเลขปฏิบัติการ	วิธีที่ 1		วิธีที่ 2		$F_{คำนวณ}$	$t_{คำนวณ}$
	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)		
TY.17	0.4999	0.0070	0.5124	0.0035	3.86	-2.09
TY.183	0.6881	0.0089	0.6893	0.0043	4.27	-0.17
TY.189	0.6356	0.0091	0.6481	0.0042	4.59	-1.63
TY.385	0.6581	0.0068	0.6760	0.0042	2.57	-2.11
TY.389	0.5595	0.0036	0.5602	0.0020	3.14	-0.22

หมายเหตุ ข้อมูลดิบในการทดสอบปริมาณเหล็กโดยวิธีทั้ง 2 วิธี อยู่ในในภาคผนวก 2

ตารางที่ 8 เปรียบเทียบผลการทดสอบหาปริมาณทองแดงในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสม ประเภท 3003 โดยวิธีทดสอบทั้ง 2 วิธี

หมายเลขปฏิบัติการ	วิธีที่ 1		วิธีที่ 2		$F_{คำนวณ}$	$t_{คำนวณ}$
	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)		
TY.17	0.1197	0.0051	0.1242	0.0029	3.00	-1.01
TY.183	0.1508	0.0053	0.1504	0.0027	3.88	0.08
TY.189	0.1440	0.0045	0.1500	0.0024	3.53	-1.55
TY.385	0.1482	0.0029	0.1540	0.0015	3.71	-2.14
TY.389	0.1291	0.0052	0.1349	0.0029	3.13	-1.28

หมายเหตุ ข้อมูลดิบในการทดสอบปริมาณทองแดงโดยวิธีทั้ง 2 วิธี อยู่ในภาคผนวก 2

ตารางที่ 9 การเปรียบเทียบผลการทดสอบหาปริมาณแมงกานีสในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสม ประเภท 3003 โดยวิธีวิทดสอบทั้ง 2 วิธี

หมายเลขปฏิบัติการ	วิธีที่ 1		วิธีที่ 2		$F_{คำนวณ}$	$t_{คำนวณ}$
	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)		
TY.17	1.3246	0.0112	1.3471	0.0047	5.59	-1.88
TY.183	1.3577	0.0106	1.3661	0.0070	2.29	-0.87
TY.189	1.4686	0.0248	1.5025	0.0127	3.82	-1.59
TY.385	1.2814	0.0129	1.3047	0.0056	5.33	-2.17
TY.389	1.2536	0.0044	1.2620	0.0025	3.21	-2.20

หมายเหตุ ข้อมูลดิบในการวิเคราะห์ปริมาณแมงกานีสโดยวิธีทั้ง 2 วิธี อยู่ในภาคผนวก 1

<u>ตารางที่ 10</u> การเปรียบเทียบผลการทดสอบหาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 โดยวิธีทดสอบทั้ง 2 วิธี

หมายเลขปฏิบัติการ	วิธีที่ 1		วิธีที่ 2		$F_{คำนวณ}$	$t_{คำนวณ}$
	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)	ค่าเฉลี่ย (%)	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%)		
TY.17	0.0036	0.0004	0.0036	0.0003	1.74	-0.12
TY.183	0.0050	0.0006	0.0049	0.0002	5.74	0.17
TY.189	0.0021	0.0003	0.0025	0.0002	2.65	-1.71
TY.385	0.0046	0.0005	0.0048	0.0005	0.94	-0.45
TY.389	0.0052	0.0005	0.0056	0.0004	1.79	-0.86

<u>หมายเหตุ</u> 1. ข้อมูลดิบในการวิเคราะห์ปริมาณสังกะสีโดยวิธีทั้ง 2 วิธี อยู่ในภาคผนวก 2

2. จากตารางที่ 6-10 ค่า $t_{จากตาราง}$ = 2.18 (n_1+n_2-2 = 12) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

3. จากตารางที่ 6-10 ค่า $F_{จากตาราง}$ = 5.820 (n_1,n_2 = 6,6 , two-tailed test) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

จากการวิเคราะห์ตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 ทั้ง 5 ตัวอย่างด้วยวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธี ตามข้อมูลจากตารางที่ 6-10 สรุปได้ดังนี้

- การเปรียบเทียบความแปรปรวนของทั้ง 2 วิธี โดยใช้ F-test พบว่า ค่า $F_{คำนวณ}$ ของทุกธาตุและทุกตัวอย่าง มีค่าน้อยกว่า $F_{จากตาราง}$ (5.820) แสดงว่าค่าความเที่ยงที่ได้จากการทดสอบทั้ง 2 วิธี ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

- การเปรียบเทียบความแม่นของทั้ง 2 วิธีโดยใช้ t-test พบว่าค่า $t_{คำนวณ}$ ของทุกธาตุและทุกตัวอย่าง มีค่าน้อยกว่า $t_{จากตาราง}$ (2.18) แสดงว่าค่าความแม่นที่ได้จากการทดสอบทั้ง 2 วิธี ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

- ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานของทุกธาตุและทุกตัวอย่าง ที่ทดสอบด้วยวิธีที่ 2 มีค่าน้อยกว่าวิธี 1 ซึ่งแสดงว่าการทดสอบด้วยวิธีที่ 2 มีความเที่ยงมากกว่าวิธีที่ 1

ภาคผนวก 2

ข้อมูลดิบในการทดสอบหาปริมาณซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีส และสังกะสี ของโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง WB-3003 Y และตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 จำนวน 5 ตัวอย่าง ซึ่งทดสอบด้วยวิธีทางเคมี และทดสอบด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์

ผลการทดสอบปริมาณซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีส และสังกะสี ในโลหะอะลูมิเนียมอ้างอิงรับรอง หมายเลข WB-3003 Y โดยวิธีทั้ง 2 วิธี

วิธีที่	ธาตุ	ผลการวิเคราะห์ (%)								
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7	ค่าเฉลี่ย	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	ซิลิคอน	0.1533	0.1503	0.1533	0.1489	0.1478	0.1499	0.152	0.1508	0.0021
	เหล็ก	0.3028	0.3215	0.3111	0.3056	0.3248	0.3168	0.3078	0.3129	0.0083
	ทองแดง	0.1989	0.1995	0.2001	0.1938	0.1956	0.2005	0.1968	0.1979	0.0025
	แมงกานีส	1.5268	1.5514	1.5348	1.5496	1.5648	1.5723	1.5468	1.5495	0.0158
	สังกะสี	0.0236	0.0231	0.0234	0.0216	0.022	0.0209	0.0226	0.0225	0.0010
2	ซิลิคอน	0.1485	0.1513	0.1523	0.1527	0.1533	0.1542	0.1498	0.1517	0.0020
	เหล็ก	0.3123	0.3243	0.3139	0.3149	0.3025	0.313	0.3151	0.3137	0.0064
	ทองแดง	0.2003	0.1989	0.1976	0.1959	0.1967	0.1996	0.201	0.1986	0.0019
	แมงกานีส	1.5428	1.5432	1.5574	1.5362	1.5548	1.5398	1.5455	1.5457	0.0077
	สังกะสี	0.0213	0.0231	0.0221	0.0214	0.0226	0.0219	0.0215	0.0220	0.0007

ผลการทดสอบปริมาณซิลิคอนในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 โดยวิธีทั้ง 2วิธี

วิธีที่	หมายเลขปฏิบัติการ	ผลการวิเคราะห์(%)								
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7	ค่าเฉลี่ย	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	TY.17	0.0932	0.0928	0.0896	0.0965	0.0901	0.0855	0.091	0.0912	0.0034
	TY.183	0.1203	0.1212	0.1199	0.1191	0.1198	0.1189	0.1206	0.1200	0.0008
	TY.189	0.2658	0.2703	0.2734	0.2689	0.2698	0.2796	0.2548	0.2689	0.0076
	TY.385	0.1196	0.1258	0.1195	0.1189	0.1156	0.1213	0.1206	0.1202	0.0031
	TY.389	0.1099	0.1188	0.1156	0.1168	0.1055	0.1087	0.1106	0.1123	0.0049
2	TY.17	0.0915	0.0923	0.0945	0.0898	0.092	0.0941	0.0938	0.0926	0.0017
	TY.183	0.1205	0.1213	0.1216	0.1208	0.121	0.1215	0.1216	0.1212	0.0004
	TY.189	0.2871	0.2826	0.2799	0.2879	0.2796	0.2812	0.2806	0.2827	0.0034
	TY.385	0.1209	0.1216	0.1209	0.1232	0.1199	0.1234	0.1222	0.1217	0.0013
	TY.389	0.1098	0.1101	0.1132	0.1126	0.1099	0.1086	0.1145	0.1112	0.0022

ผลการทดสอบปริมาณเหล็กในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 โดยวิธีทั้ง 2วิธี

วิธีที่	หมายเลขปฏิบัติการ	ผลการวิเคราะห์ (%)								
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7	ค่าเฉลี่ย	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	TY.17	0.5025	0.4899	0.4936	0.5101	0.4986	0.506	0.4986	0.4999	0.0070
	TY.183	0.6879	0.6858	0.6939	0.699	0.6899	0.6704	0.6895	0.6881	0.0089
	TY.189	0.6215	0.6483	0.6259	0.6398	0.6385	0.6358	0.6394	0.6356	0.0091
	TY.385	0.6549	0.6637	0.6701	0.6512	0.6538	0.6532	0.6597	0.6581	0.0068
	TY.389	0.5647	0.5569	0.5543	0.5601	0.5599	0.5632	0.5573	0.5595	0.0036
2	TY.17	0.5126	0.5088	0.5133	0.5106	0.5099	0.5196	0.5118	0.5124	0.0035
	TY.183	0.6861	0.6835	0.6916	0.6884	0.6935	0.6954	0.6867	0.6893	0.0043
	TY.189	0.6405	0.6478	0.6464	0.6468	0.6512	0.6538	0.6499	0.6481	0.0042
	TY.385	0.6709	0.672	0.6735	0.6801	0.6799	0.6611	0.6746	0.6732	0.0064
	TY.389	0.5608	0.5598	0.5579	0.5601	0.5643	0.5599	0.5587	0.5602	0.0020

ผลการทดสอบปริมาณทองแดงในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 โดยวิธีทั้ง 2วิธี

วิธีที่	หมายเลขปฏิบัติการ	ผลการวิเคราะห์ (%)								
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7	ค่าเฉลี่ย	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	TY.17	0.1198	0.1166	0.1266	0.1258	0.1126	0.12	0.1166	0.1197	0.0051
	TY.183	0.1501	0.153	0.1545	0.1425	0.1499	0.1586	0.1467	0.1508	0.0053
	TY.189	0.1403	0.1387	0.1394	0.1501	0.1469	0.1456	0.1472	0.1440	0.0045
	TY.385	0.1458	0.1505	0.1519	0.1488	0.1499	0.1439	0.1465	0.1482	0.0029
	TY.389	0.1269	0.1348	0.1256	0.1312	0.1366	0.1234	0.1249	0.1291	0.0052
2	TY.17	0.1216	0.121	0.123	0.1281	0.1256	0.1278	0.1225	0.1242	0.0029
	TY.183	0.1491	0.1506	0.151	0.1469	0.1531	0.1542	0.1478	0.1504	0.0027
	TY.189	0.1531	0.1526	0.1479	0.1496	0.1465	0.1496	0.151	0.1500	0.0024
	TY.385	0.1529	0.1541	0.1538	0.1520	0.1516	0.1563	0.154	0.1535	0.0016
	TY.389	0.1345	0.1364	0.1368	0.1371	0.1376	0.1312	0.1305	0.1349	0.0029

ผลการทดสอบปริมาณแมงกานีสในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 โดยวิธีทั้ง 2วิธี

วิธีที่	หมายเลขปฏิบัติการ	ผลการวิเคราะห์ (%)								
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7	ค่าเฉลี่ย	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	TY.17	1.322	1.3162	1.3429	1.3234	1.3356	1.3099	1.3222	1.3246	0.0112
	TY.183	1.3428	1.3648	1.3515	1.3701	1.3489	1.3689	1.3567	1.3577	0.0106
	TY.189	1.4558	1.4488	1.4989	1.5001	1.4618	1.4358	1.4787	1.4686	0.0248
	TY.385	1.2666	1.2978	1.2689	1.283	1.2716	1.2966	1.2856	1.2814	0.0129
	TY.389	1.2589	1.2501	1.2536	1.2531	1.2602	1.2494	1.2499	1.2536	0.0044
2	TY.17	1.3493	1.3423	1.3448	1.34	1.3301	1.353	1.3499	1.3442	0.0077
	TY.183	1.3656	1.3563	1.3762	1.3648	1.3712	1.3589	1.3698	1.3661	0.0070
	TY.189	1.4918	1.493	1.4993	1.4902	1.5056	1.5128	1.5245	1.5025	0.0127
	TY.385	1.2966	1.3036	1.3033	1.3066	1.312	1.3108	1.2999	1.3047	0.0056
	TY.389	1.2608	1.2616	1.2638	1.2658	1.2587	1.2635	1.2601	1.2620	0.0025

ผลการทดสอบปริมาณสังกะสีในตัวอย่างแผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมประเภท 3003 โดยวิธีทั้ง 2วิธี

วิธีที่	หมายเลขปฏิบัติการ	ผลการวิเคราะห์ (%)								
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7	ค่าเฉลี่ย	ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	TY.17	0.0032	0.004	0.0039	0.0035	0.003	0.0036	0.0038	0.0036	0.0004
	TY.183	0.0045	0.0049	0.0056	0.0043	0.006	0.0048	0.005	0.0050	0.0006
	TY.189	0.002	0.0019	0.0025	0.0024	0.0018	0.0019	0.0023	0.0021	0.0003
	TY.385	0.0039	0.0045	0.005	0.0052	0.0047	0.0049	0.004	0.0046	0.0005
	TY.389	0.0051	0.006	0.0048	0.0046	0.0052	0.0056	0.0051	0.0052	0.0005
2	TY.17	0.0033	0.004	0.0034	0.0035	0.0038	0.0039	0.0034	0.0036	0.0003
	TY.183	0.0048	0.0045	0.0053	0.0049	0.0051	0.0049	0.005	0.0049	0.0002
	TY.189	0.0023	0.0027	0.0026	0.0025	0.0028	0.0024	0.0025	0.0025	0.0002
	TY.385	0.0045	0.004	0.0052	0.0046	0.0052	0.0055	0.0049	0.0048	0.0005
	TY.389	0.0058	0.005	0.006	0.0053	0.0059	0.0056	0.0055	0.0056	0.0004

ภาคผนวก 3

เอกสารมาตรฐานวิธีดำเนินการทดสอบและเอกสารที่เกี่ยวข้อง

DETERMINATION OF SILICON, IRON, COPPER MANGANESE AND ZINC IN ALUMINIUM NO 3003 BY SPARK EMISSION SPECTROMETER

Warning and safety precaution

- The Spark Emission Spectrometer utilizes electrical voltages and currents which can be harmful, precaution must be taken. The RF ground is strongly recommended. Connect the ground to the spectrometer ground stud with copper wire rod.

- Containers of argon gas should be secured to the building structure.

0. Introduction

One kind of non-heat treatable wrought aluminium alloys is aluminium alloy No 3003. It has been produced by addition of manganese to high pure grade alloy, No 1100, for using in general purposes. The specification of this alloy, according to TIS 331-1980, is shown below.

Manganese, %		1.00-1.50
Copper, %		0.05-0.20
Iron, %	maximum	0.70
Silicon, %	maximum	0.60
Zinc, %	maximum	0.10

Other elements i.e. lead, bismuth, vanadium, beryllium, boron and tin.

Each element, %	maximum	0.05
Summation of these 6 elements, %	maximum	0.15
Aluminium		remainder

The first 11 elements including magnesium, nickel, chromium and titanium are simultaneously determined by using Spark Emission Spectrometer, whereas the amount of aluminium is achieved on percentage by subtraction the amount of 15 elements from 100.

1.0 Scope and field of application

1.1 This method is applicable to the simultaneous determination of 5 elements such as manganese, copper, iron, silicon, and zinc in aluminium alloy No 3003 by using Spark Emission Spectrometer.

1.2 The analytical range of this method is

Silicon, %	0.0035 - 0.76
Iron, %	0.004 - 0.88
Zinc, %	0.004 - 0.09
Manganese, %	1.02 - 1.54
Copper, %	0.036 - 0.24

1.3 This method covers analysis of specimens having smooth flat surface with the dimensions, width x length, not less than 1 x 1 cm and thickness not less than 0.08 cm.

2.0 References

2.1 ASTM E 1251-1994 (Reapproved 1999): Standard Test Method for Optical Emission Spectrometric Analysis of Aluminum Alloys by the Argon Atmosphere, Point-to-Plan, Unipolar Self-Initiating Capacitor Discharge.

2.2 ASTM E 227-1990 (Reapproved 1996) : Standard Test Method for Optical Emission Spectrometric Analysis of Aluminum and Aluminum Alloys by the Point-to-Plan Technique.

3.0 Definitions

3.1 Profile : To align the image of the entrance slit to achieve maximum intensity at the exit slits by using mercury lamp.

3.2 Spark : A series of electrical discharges, each of which is oscillatory and has a comparatively high maximum instantaneous current resulting from the breakdown of the analytical gap or the auxiliary gap, or both, by electrical energy stored at high voltage in capacitors. Each discharge is self-initiated and is extinguished when the voltage across the gap, or gaps, is no longer sufficient to maintain it.

3.3 Calibrant : A reference material used for a calibration

3.4 Standardant : A reference material used for standardization

3.5 Verifier : A certified reference material used to determine whether standardization is required.

3.6 Standardization : The procedure used to verify or adjust instrumental response to conform to the analytical curve established during calibration. There are two types of standardization.

3.6.1 Two point standardization : Adjustment of a gain control of a channel for an individual spectral line in a manner that reproduces the readings that the high and low standardants displayed during the collection of calibration data. In computer applications, correction is done mathematically by applying a slope and intercept correction, that is a multiplication to correct the amount of difference between the high and low standardant readings followed by the addition or subtraction of a constant to finally restore readings to expected values.

3.6.2 Single point standardization : Adjustment of a channel for an individual spectra line using a single standardant. Usually the single standardant is a high reference material used to set the gain. If the analytical interest is just in low concentrations near the detection limit, a low standardant is used and either a gain or a background control may be adjusted.

4.0 Principle

The atoms of element are excited in the gap between a pair of electrodes, passage of electricity from the electrodes through the gap provides the necessary energy to atomize the sample and excite the resulting atoms to higher electronic states. When the excited atoms return to the ground states, the electromagnetic radiation is emitted. This radiation is dispersed by a grating. It emerges as a light spectrum having a pattern determination by the structure of the atoms that have been excited. By this reason, each element can be identified by its characteristic spectrum.

In quantitative analysis, line brightness represents element concentration in the specimen. It is converted from radiant energy into electrical current by a suitable photodetector. The electrical signal at the output of the detector is processed and displayed on a readout device.

5.0 Materials

- Certified Reference Materials (CRMs) No SS-6061 FY, SS-6201-G, WA-1000 AB, WA-1199-AL, WA-3004 AB, WB-1000 AB, WB-3003 Y and WD-1000-M.

- Reference Materials (RMs) No G3000 B1, G3000 B2, G3000 B3, G3000 B4, G3000 B5, G05 H1 and 9438.

- Argon gas, purity 99.997% min

6.0 Apparatus

6.1 Spark Emission Spectrometer (Model DV 4)

6.2 Lathe

6.3 Temperature & Humidity Recorder

6.4 Electronic Dry Cabinet

6.5 GE Dehumidifier

7.0 Samples

The sample(s) should be free from voids and pits, having smooth flat surface with the dimensions, width x length, not less than 1 x 1 cm and thickness not less than 0.08 cm.

8.0 Procedure

8.1 Prepare CRMs, RMs and samples (see instruction manual of lathe).

8.2 Instrument operation (see CD.I1.IM.AE.01)

8.2.1 Switch on all the parts of the system in correct orders.

8.2.2 Warm up the system for at least 4 hours.

8.2.3 Check whether that the environment of the instrument is in required condition.

8.2.3.1 Maximum relative humidity of 60 % RH

8.2.3.2 Temperature at 22 $\pm$ 2.8 ^{o}C

8.3 Profile the mercury lamp (see CD.I1.IM.AE.01).

8.4 Standardization (see CD.I1.IM.AE.01)

In this method, two point standardization is used.

8.4.1 Standardization is run by using these standardants : WA-1199-AL, WD-1000-M, WA-3004 AB, WB-3003 Y, WB-1000 AB, SS-6201-G, 9438, SS-6061 FY and G-3000 B4, respectively.

8.4.2 Burn these specimens at least 4 times each, reject the first one in order to make sure that the system is saturated with argon gas.

8.4.3 The result of analysis should be the average of 3 burns determination. A burn produces a really abnormal internal standard count or a bad burn that having a silvery rather than a blackish ring surrounding the pitted area should be eliminated. When a burn is rejected, it may be replaced with another burn in order to maintain the normal number of burns to be averaged.8.4.4 Print the results directly from computer readout.

The standardization must be done before analysis of sample.

8.5 Verify the calibration curve

8.5.1 Run the verifier, CRM No WB-3003 Y, in the same manner as steps 8.4.2 to 8.4.4.

The verification must be done after standardization and every 10 samples.

8.6 Analyze the sample(s).

8.6.1 The sample(s) is analyzed in the same manner as steps 8.4.2 to 8.4.4.

NOTE : The analysed samples shall be kept for 6 months, after that they shall be put in the recycle bin of the public service.

9.0 Expression of results

9.1 Calculation

The results are printed directly from computer readout.

9.2 Estimation of uncertainty

The uncertainty can be quantified by following step

9.2.1 Specify measurand

$$\% \text{ concentration} = B(IR)^2 + C(IR) + D$$

Where B, C and D are fitted constants and IR is the intensity ratio of the line for the element to the line for the matrix element.

9.2.2 Identify uncertainty sources

Typical sources of uncertainty are

9.2.2.1 Repeatability; U_r

9.2.2.2 The estimation uncertainty from analysis certificate of calibrants; U_{cert}

9.2.2.3 Calculation of the analyte concentration or calibration uncertainty; U_{cal}

9.2.3 Quantify uncetainty components

All the components of uncertainty that are expected to have a signification are then quantified.

9.2.3.1 Repeatability; U_r

The standard deviation of mean of 3 burns determination is used.

$$\text{So} \quad U_r = \frac{\text{standard deviation}}{\sqrt{3}}$$

Standard deviation is printed directly from computer readout.

9.2.3.2 The estimation uncertainty from analysis certificate of calibrants; U_{cert}

When the calibration graph has been established the analyte concentration in any test sample can be obtained by interpolation. The result lies between two adjacent calibrants of the calibration curve, uncertainty of a calibrant, which is greater, is taken into this account. If the result lies between two calibrants which uncertainties did not express on analysis certificate, uncertainty of next calibration is used (See Annex 4).

9.2.3.3 Calculation of the analyte concentration or calibration uncertainty; U_{cal}

The standard deviation of the vertical distances of the points from the line is calculated by

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\Sigma(y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

When $S_{y/x}$ is the standard deviation of the vertical distances of the points from the line or standard deviation of residue

y_i	=	real value
$\hat{y}_i$	=	the point on the calculated regression line (calculated value)
or $y_i - \hat{y}_i$	=	y- residue
n	=	the number of measurements for the calibration

$S_{y/x}$ is adopted for U_{cal} (See annex 4)

9.2.4 Calculation of combined standard uncertainty

The standard uncertainties from 9.2.3 are combined by

$$u_c = \sqrt{U_r^2 + U_{cert}^2 + U_{cal}^2}$$

9.2.5 Calculation of the expanded uncertainty

This step provides a confidence interval within which the value of measurand is expected to lie. The expanded uncertainty is obtained by multiplying the combined standard uncertainty by a coverage factor, k, which assumes that the normal distribution of the measurement result. However, since the combined standard uncertainty is obtained by combining different types of distribution, it is more correct to use the t tabulated value for the confidence level chosen and the effective degree of freedom, V_{eff}, is calculated by

$$V_{eff} = \frac{u_c^4}{\frac{U_r^4}{2} + \frac{U_{cert}^4}{\infty} + \frac{U_{cal}^4}{\infty}} = \frac{2u_C^4}{U_r^4}$$

Having obtained a value for V_{eff}, the t-distribution table is used to find a value of t (see Annex 5). This yields the value for k. The expanded uncertainties are calculated at 95% confidence level.

9.3 Method validation

9.3.1 Accuracy and precision

The following standard materials listed below are the low, medium and high concentration calibrants (LCC, MCC and HCC) for each element. These calibrants are used as samples to check accuracy and precision.

Element	**Calibrants**		
	Low	**Medium**	**High**
Silicon	WD-1000-M	G3000 B3	SS-6201-G
Iron	WD-1000-M	WB-3003 Y	G3000 B4
Copper	WB-1000 AB	WB-3003 Y	G3000 B1
Manganese	WA-3004 AB	G3000 B1	WB-3003 Y
Zinc	WD-1000-M	WB-1000 AB	G3000 B1

The average and the relative standard deviation (RSD) of concentration of each element in these specimens are calculated from 10 burn replicates.

9.3.1.1 Accuracy

The average result of any interested element must be fall within the certified interval of the analysis certificate, if available. If the certificate is not stated uncertainty, calculate relative accuracy. Relative accuracy must be 100 ± 20% (see Annex 1-3).

$$\text{Relative accuracy, \%} = \frac{\text{experimental value}}{\text{certified value}} \times 100$$

9.3.1.2 Precision

The RSD of concentration of each element in these calibrants should not exceed the recommended RSD which are shown below (see Annex 1).

Concentration range, %	**Relative standard deviation (RSD), %**
Less than 0.005	15.0
0.005 – 0.0099	10.0
0.01 - 0.1	5.0
More than 0.1	3.0

9.4 Verification

9.4.1 Accuracy

9.4.1.1 The average result of any interested element is reliable when it falls within the certified interval of the analysis certificate of verifier. The certified intervals of the analysis certificates of CRM No WB-3003 Y are shown below.

Element	**Certified interval, %**	
	Lower	**Higher**
Silicon	0.144	0.156
Iron	0.30	0.32
Copper	0.192	0.208
Manganese	1.50	1.58
Zinc	0.021	0.023

9.4.1.2 If any result falls outside the certified intervals, determine why the instrument is malfunctioning and run the verifier again. If the result is still outside the certified interval, run another standardization.

9.4.2 Precision

The RSD of concentration of each element in the verifier should not exceed the accepted RSD which are shown below.

Concentration range, %	Relative standard deviation (RSD), %
0.01 - 0.1	5.0
More than 0.1	3.0

9.5 Quality control

9.5.1 Repeatability of the instrument

The RSD of intensities of each element in each standardant should not exceed 2.0 %.

9.5.2 Internal quality control

The verifier is also used in internal quality control.

9.5.3 Analysis of replicate

The RSD of concentration of each element in sample should not exceed the recommended RSD which are shown in 9.3.1.2.

10.0 Test report

10.1 The results are expressed as percentage of elements as follow.

Concentration range, %	Decimal place
0.003 – 0.099	3
More than 0.099	2

10.2 Estimation of the uncertainty is reported if clients requested. The expanded uncertainties are reported at 95% confidence limit with one more decimal place than the results (10.1).

11.0 Bibliography

11.1 Baird Arc/Spark Software Manual. Divisions of Thermo Instruments Systems, Baird Themo Jarrell Ash Corporation., 1995.

11.2 Spectrovac (model DV-4) Direct Reading Optical Emission Spectrometer. Revision A. Spectrochemical Equipment Division, Baird Corporation., 1984.

11.3 AS 3641.1-1989 : Recommended Practice for Atomic Emission Spectrometric Analysis.

11.4 TIS 331-1980 : Standard for Aluminium and Aluminium Alloy Plates and Sheets.

11.5 EURACHEM/CITAC Guide. **Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement**. 2nd ed. QUAM:2000.P1.

11.6 TRAC special issue on : Metrology in Chemistry Vol 18,1999

11.7 Miller, J. C. and Miller, J. N. **Statistic for Analytical Chemistry**. Chichester : Ellis Horwood, 4 th ed. 2000.

Annex 1. Raw data of method validation

Spark No	Si, %			Fe, %			Cu, %			Mn, %			Zn, %		
	WD-1000-M (LCC)	G3000 B3 (MCC)	SS-6201-G (HCC)	WD-1000-M (LCC)	WB-3003 Y (MCC)	G3000 B4 (HCC)	WB-1000 AB (LCC)	WB-3003 Y(MCC)	G3000 B1 (HCC)	WA-3004 AB (LCC)	G3000 B1(MCC)	WB-3003 Y (HCC)	WD-1000-M (LCC)	WB-1000 AB (MCC)	G3000 B1 (HCC)
1	0.0032	0.2733	0.7586	0.0037	0.3168	0.8981	0.0361	0.1933	0.2430	1.0168	1.3258	1.5708	0.0040	0.0383	0.0909
2	0.0033	0.2719	0.7528	0.0038	0.3163	0.8696	0.0364	0.1938	0.2399	1.0196	1.3280	1.5655	0.0039	0.0381	0.0892
3	0.0032	0.2681	0.7514	0.0039	0.3187	0.9112	0.0363	0.1939	0.2429	1.0171	1.3288	1.5727	0.0040	0.0376	0.0898
4	0.0034	0.2754	0.7553	0.0039	0.3145	0.9016	0.0360	0.1941	0.2382	1.0204	1.3194	1.5528	0.0039	0.0382	0.0890
5	0.0033	0.2717	0.7586	0.0041	0.3167	0.9032	0.0363	0.1968	0.2355	1.0344	1.3166	1.5686	0.0004	0.0379	0.0885
6	0.0031	0.2749	0.7584	0.0037	0.3171	0.8872	0.0363	0.1961	0.2359	1.0158	1.3315	1.5728	0.0036	0.0377	0.0891
7	0.0031	0.2696	0.7574	0.0039	0.3158	0.9023	0.0359	0.1971	0.2361	1.0194	1.3065	1.5578	0.0039	0.0379	0.0885
8	0.0033	0.2747	0.7551	0.0041	0.3115	0.8907	0.0362	0.1935	0.2398	1.0141	1.3282	1.5412	0.0039	0.0382	0.0890
9	0.0033	0.2703	0.7555	0.0039	0.3137	0.8883	0.0362	0.1936	0.2393	1.0166	1.3253	1.5632	0.0037	0.0379	0.0904
10	0.0032	0.2725	0.7531	0.0039	0.3117	0.9053	0.0360	0.1937	0.2412	1.0245	1.3326	1.5460	0.0038	0.0377	0.0896
mean	0.0032	0.2722	0.7556	0.0039	0.3153	0.8957	0.0362	0.1946	0.2392	1.0199	1.3243	1.5611	0.0039	0.0379	0.0894
SD	0.0001	0.00241	0.0026	0.00013	0.00239	0.01205	0.00015	0.00148	0.00274	0.00588	0.00798	0.01129	0.00015	0.00025	0.00079
%RSD	**3.1**	**0.9**	**0.3**	**3.3**	**0.8**	**1.3**	**0.4**	**0.8**	**1.1**	**0.6**	**0.6**	**0.7**	**4.0**	**0.7**	**0.9**

Annex 2. Relative accuracy

Element	CRM/RM No	Certified value	Experimental value	Relative accuracy, %
Silicon	WD-1000-M (LCC)	0.0035	0.0032	91.43
	G3000 B3 (MCC)	0.27	0.2722	100.81
	SS-6201-G (HCC)	0.76	0.7556	99.42
Iron	WD-1000-M (LCC)	0.004	0.0039	97.50
	WB-3003 Y (MCC)	0.31	0.3153	101.71
	G3000 B4 (HCC)	0.88	0.8957	101.78
Copper	WB-1000 AB(LCC)	0.036	0.0362	100.56
	WB-3003Y(MCC)	0.20	0.1946	97.30
	G3000 B1 (HCC)	0.24	0.2392	99.67
Manganese	WA-3004 AB (LCC)	1.02	1.0199	99.99
	G3000 B1(MCC)	1.32	1.3243	100.33
	WB-3003 Y (HCC)	1.54	1.5611	101.37
Zinc	WD-1000-M (LCC)	0.004	0.0039	97.50
	WB-1000 AB (MCC)	0.040	0.0379	94.75
	G3000 B1 (HCC)	0.09	0.0894	99.33

Annex 3. Accurate intervals and certified intervals.

Element	CRM/RM No	Accurate intervals,%		Certified intervals,%	
		Lower	Higher	Lower	Higher
Silicon	WD-1000-M (LCC)	0.0028	0.0042	-	-
	G3000 B3 (MCC)	-	-	0.262	0.278
	SS-6201-G (HCC)	0.608	0.912	-	-
Iron	WD-1000-M (LCC)	0.0032	0.0048	-	-
	WB-3003 Y (MCC)	-	-	0.30	0.32
	G3000 B4 (HCC)	-	-	0.849	0.911
Copper	WB-1000 AB(LCC)	-	-	0.034	0.038
	WB-3003Y(MCC)	-	-	0.192	0.208
	G3000 B1 (HCC)	-	-	0.232	0.248
Manganese	WA-3004 AB (LCC)	-	-	0.99	1.05
	G3000 B1(MCC)	-	-	1.291	1.349
	WB-3003 Y (HCC)	-	-	1.50	1.58
Zinc	WD-1000-M (LCC)	0.0032	0.0048	-	-
	WB-1000 AB (MCC)	-	-	0.038	0.042
	G3000 B1 (HCC)	-	-	0.085	0.095

Note : Accurate intervals are ± 20 % from certificate.

Certified intervals are ± 2 standard deviation from certificate.

Annex 4. Calibration uncertainty and estimated uncertainty (k = 2)

Si ; Regression equation : $2.486x10^{-11}(IR)^2 + 1.377x10^{-5}(IR) - 6.974x10^{-3}$						
Calibrant	**Real value (y_i)**	**Calculated value ($\hat{y}_i$)**	**($y_i - \hat{y}_i$)**	**$(y_i - \hat{y}_i)^2$**	**Estimated uncertainty**	**Standard uncertainty**
WA-1199-AL	0.0023	0.0024	-0.0001	0.00000001	-	-
WD-1000-M	0.0035	0.0035	0.0000	0.0000	-	-
WB-1000 AB	0.0980	0.0942	0.0038	0.00001444	0.005	0.0025
WA-1000 AB	0.1000	0.0947	0.0053	0.00002809	-	-
WB-3003 Y	0.1500	0.1538	-0.0038	0.00001444	0.006	0.003
G3000B3	0.2700	0.2781	-0.0081	0.00006561	0.008	0.004
G05 H1	0.6200	0.6105	0.0095	0.00009025	0.048	0.024
SS-6061 FY	0.6400	0.6466	-0.0066	0.00004356	0.02	0.01
SS-6201-G	0.7600	0.7582	0.0018	0.00000324	0.0	0.0
			Sy/x or U_{cal}	**0.00322267**		

Fe ; Regression equation : $6.801x10^{-10}(IR)^2 + 3.807x10^{-5}(IR) - 7.702x10^{-3}$						
Calibrant	**Real value (y_i)**	**Calculated value ($\hat{y}_i$)**	**($y_i - \hat{y}_i$)**	**$(y_i - \hat{y}_i)^2$**	**Estimated uncertainty**	**Standard uncertainty**
WA-1199-AL	0.0015	0.0015	0.0000	0.0000	-	-
WD-1000-M	0.0040	0.0042	-0.0002	0.00000004	-	-
WB-1000 AB	0.1000	0.1023	-0.0023	0.00000529	0.005	0.0025
WA-1000 AB	0.1100	0.1054	0.0046	0.00002116	-	-
SS-6201-G	0.2500	0.2483	0.0017	0.00000289	-	-
WB-3003Y	0.3100	0.3075	0.0025	0.00000625	0.01	0.005
SS-6061 FY	0.3500	0.3562	-0.0062	0.00003844	0.02	0.01
G3000 B2	0.4000	0.4062	-0.0062	0.00003844	0.006	0.003
WA 3004 AB	0.6000	0.5878	0.0122	0.00014884	0.02	0.01
G3000 B4	0.8800	0.8813	-0.0013	0.00000169	0.031	0.0155
			Sy/x or U_{cal}	**0.003065**		

Cu ; Regression equation : $1.667x10^{-9}(IR)^2 + 2.428x10^{-5}(IR) + 6.444x10^{-3}$						
Calibrant	**Real value** (y_i)	**Calculated value** $(\hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$	**Estimated uncertainty**	**Standard uncertainty**
WB-1000 AB	0.0360	0.0359	0.0001	0.00000001	0.002	0.001
G3000 B4	0.1000	0.0990	0.0010	0.000001	0.005	0.0025
WA-3004 AB	0.1000	0.1025	-0.0025	0.00000625	0.005	0.0025
WB -3003 Y	0.2000	0.1946	0.0054	0.00002916	0.008	0.004
G3000 B2	0.2200	0.2216	-0.0016	0.00000256	0.006	0.003
G3000 B1	0.2400	0.2417	-0.0017	0.00000289	0.008	0.004
			Sy/x or U_{cal}	**0.001617676**		

Mn ; Regression equation : $1.405x10^{-9}(IR)^2 + 9.703x10^{-6}(IR) + 5.083x10^{-1}$						
Calibrant	**Real value** (y_i)	**Calculated value** $(\hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$	**Estimated uncertainty**	**Standard uncertainty**
WA 3004 AB	1.0200	1.0023	0.0177	0.00031329	0.030	0.015
G3000 B3	1.0300	1.0635	-0.0335	0.00112225	0.004	0.002
G3000 B5	1.0400	1.0644	-0.0244	0.00059536	0.032	0.016
G3000 B2	1.2500	1.2234	0.0266	0.00070756	0.000	0.000
G3000 B1	1.3200	1.3194	0.0006	0.00000036	0.029	0.0145
WB-3003 Y	1.5400	1.5446	-0.0046	0.00002116	0.040	0.0200
			Sy/x or U_{cal}	**0.01313388**		

Zn ; Regression equation : $-4.234x10^{-9}(IR)^2 + 6.192x10^{-5}(IR) - 2.272x10^{-2}$						
Calibrant	**Real value** (y_i)	**Calculated value** $(\hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$	**Estimated uncertainty**	**Standard uncertainty**
WA-1199-AL	0.0012	0.0010	0.0002	0.00000004	-	-
WD-1000-M	0.0040	0.0046	-0.0006	0.00000036	-	-
G3000 B2	0.0200	0.0202	-0.0002	0.00000004	0.0	0.0
WB-3003 Y	0.0220	0.0217	0.0003	0.00000009	0.001	0.0005
WB-1000 AB	0.0400	0.0390	0.001	0.000001	0.002	0.001
SS-6061 FY	0.0790	0.0796	-0.0006	0.00000036	0.004	0.002
G3000 B1	0.0900	0.0899	0.0001	0.00000001	0.005	0.0025
			Sy/x or U_{cal}	**0.00031623**		

Annex 5. The relationship between V_{eff} and t value at 95 % confidence level

V_{eff}	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Value of t	12.71	4.30	3.18	2.78	2.57	2.45	2.36	2.31	2.26	2.23	2.20	2.18

V_{eff}	14	16	18	20	25	30	35	40	45	50	100	∞
Value of t	2.14	2.12	2.10	2.09	2.06	2.04	2.03	2.02	2.01	2.01	1.98	1.96

LABORATORY WORKSHEET

Determination of manganese, copper, iron, silicon and zinc in

Aluminium Alloy no 3003 by Spark Emission Spectrometer

Date of received : ..... Date of test : .....

Laboratory number : ..... Sample number : .....

Sample name : แผ่นอะลูมิเนียมโลหะผสมเบอร์ 3003 H-18.....

Sample description : แผ่นโลหะสีเงินสีหน้าเรียบขนาด กว้างx ยาว x หนา = ...

Sample remark : .....

TEST RECORDS

Aluminium Alloy Type : 3003 (TIS331-1980)

Actual Temperature (°C) : ..... Actual Humidity, %RH : .....

Verification & Quality Control :

WB-3003 Y	Certified interval	Experimental values	
		Mean	%RSD
Si, %	0.144 - 0.156		
Fe, %	0.30 - 0.32		
Cu, %	0.192 - 0.208		
Mn, %	1.50 - 1.53		
Zn, %	0.021 - 0.023		

Note: The accepted %RSD for Zn is 5.0 meanwhile 3.0 for the others.

Results :

Sample	Mean	%RSD
Si, %		
Fe, %		
Cu, %		
Mn, %		
Zn, %		

Note: The accepted % RSD 15.0, 10.0, 5.0 and 3.0 are used for the element concentration less than 0.005 %, 0.005-0.0099 % , 0.01-0.1% and more than 0.1%, respectively.

Performed by ..... Supervisor .....

Approved by .....

Remark :

ที่ วท 0306/

ถึง

กรมวิทยาศาสตร์บริการขอส่งรายงานการตรวจ วิเคราะห์ ทดสอบ วัตถุตัวอย่าง ตาม หนังสือ

กรมทางหลวง ที่ ลงวันที่

ซึ่งกรมวิทยาศาสตร์ฯ ได้รับเมื่อวันที่

กรมวิทยาศาสตร์บริการ ถนนพระรามที่ 6 เขตราชเทวี กรุงเทพ 10400

โครงการเคมี

โทร. 0 2201 7348-9

LABORATORY ACCREDITATION

TESTING

No.0018

รายงานการตรวจ วิเคราะห์ ทดสอบ

ชื่อวัตถุตัวอย่าง ตามที่ผู้ส่งเรียก	เครื่องหมาย ตรา ฯลฯ ที่ระบุตัวอย่าง	หมายเลข ปฏิบัติการ	ผลการวิเคราะห์
แผ่นอะลูมิเนียม โลหะผสมเบอร์ 3003 H-18			โปรดดูหน้า 2

ห้ามคัดถ่ายใบรับรองหรือรายงานผลแต่เพียงบางส่วน โดยไม่ได้รับอนุญาตจากห้องปฏิบัติการเป็นลายลักษณ์อักษร

รายงานนี้ : - รับรองเฉพาะวัตถุตัวอย่างที่ได้ตรวจ วิเคราะห์ ทดสอบ เท่านั้น

- ไม่รับรองวัตถุหรือสินค้าที่ใช้รายงานนี้ในการโฆษณาหรืออ้างถึง

หมายเลขปฏิบัติการ

* อะลูมิเนียม (Al), %
  ซิลิคอน (Si), %
  เหล็ก (Fe), %
  ทองแดง (Cu), %
  แมงกานีส (Mn), %
  สังกะสี (Zn), %
  ธาตุอื่น ๆ ประกอบด้วย
* ตะกั่ว (Pb), %
* บิสมัท (Bi), %
* ดีบุก (Sn), %
* วาเนเดียม (V), %
* โบรอน (B), %
* เบริลเลียม (Be), %

ลักษณะตัวอย่าง : แผ่นโลหะสีเงิน ผิวหน้าเรียบ ขนาด กว้างxยาวxหนา =

วันที่ทดสอบ

วิธีทดสอบ : มอก.331-2523 ยกเว้นรายการซิลิคอน เหล็ก ทองแดง แมงกานีส และสังกะสี วิเคราะห์ ตาม In-house method No CD.I1.TM.AE.02

หมายเหตุ : ผลการทดสอบที่มีเครื่องหมาย * เป็นผลการทดสอบที่ไม่ใช่ขอบข่ายที่ได้รับการรับรองจาก สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

รับรองโดย :

ห้ามคัดลอกใบรับรองหรือรายงานผลแต่เพียงบางส่วน โดยไม่ได้รับอนุญาตจากห้องปฏิบัติการเป็นลายลักษณ์อักษร

รายงานนี้ : - รับรองเฉพาะวัตถุตัวอย่างที่ได้ตรวจ วิเคราะห์ ทดสอบ เท่านั้น
- ไม่รับรองวัตถุหรือสินค้าที่ใช้รายงานนี้ในการโฆษณาหรืออ้างถึง

ON-THE-JOB TRAINING RECORD

Analysis : Year : Sample :

Item no	Test item	Name	% Accuracy / % recovery P or F	Precision P or F	Worksheet no	Testing date	Approved by

Remark ; P = pass

F = fail

No...../.....

ON-THE-JOB TRAINING WORKSHEET

Determination of manganese, copper, iron, silicon and zinc in Aluminium and Aluminium Alloy No 1100 by Spark Emission Spectrometer

TEST RECORDS

Date of Test : .....

Aluminium Alloy Type : 1100 (TIS.715-1987)

Actual Temperature (°C) : ..... Actual Humidity, %RH : .....

Verification & Quality Control :

WB-1000 AB	Certified interval	Experimental values	
		Mean	%RSD
Si, %	0.093 - 0.103		
Fe, %	0.095 - 0.105		
Cu, %	0.034 - 0.038		
Mn, %	0.034 - 0.038		
Zn, %	0.038 - 0.042		

Test Samples :

Element	SS-6061 FY			WB-3003 Y		
	Certified interval	Experimental values		Certified interval	Experimental values	
		Mean	%RSD		Mean	%RSD
Si, %	0.62 - 0.66			0.144 - 0.156		
Fe, %	0.34 - 0.36			0.30 - 0.32		
Cu, %	-			0.192 - 0.208		
Mn, %	0.048 - 0.054			-		
Zn, %	0.075 - 0.083			0.021 - 0.023		

Note: The accepted % RSD 5.0 and 3.0 are used for the element concentration 0.01-0.1 % and more than 0.1 %, respectively.

Result : % Accuracy (Mean) ☐ Passed ☐ Failed

% Precision (%RSD) ☐ Passed ☐ Failed

Performed by ..... Supervisor .....

Approved by .....

ภาคผนวก 4

ผลการเข้าร่วมกิจกรรมการทดสอบความชำนาญ

APLAC

APLAC - T005

ALUMINIUM ALLOY PROFICIENCY TESTING PROGRAM

INSTRUCTIONS TO PARTICIPANTS

To ensure that results from this program can be analysed properly, participants are asked to adhere carefully to the following instructions.

1. One aluminium alloy sample labelled APLAC has been supplied to each laboratory.

2. Test the percentage composition of the following elements in duplicate:

Silicon	Iron	Copper
Manganese	Magnesium	Titanium
Zinc	Nickel	

   The results are to be recorded on the results sheet. If the analysis of any element is not possible then also note this on the results sheet.

3. Tests for silicon are to be reported as a % to two decimal places. Tests for iron, copper, manganese, magnesium, titanium and zinc are to be reported as a % to three decimal places. Tests for nickel are to be reported as a % to four decimal places. Do not report any values as "<".

4. For this program your laboratory has been allocated the code number shown on the results sheet.. All reference to your laboratory in reports associated with this program will be with this code number, thus ensuring confidentiality of results.

5. For each test note the appropriate technique code no. on the Results Sheet:
   1. *AES -- Arc/Spark (Atomic Emission Spectroscopy - Arc/Spark)*
   2. *AES -- ICP (Atomic Emission Spectroscopy - Inductively Coupled Plasma)*
   3. *AAS (Atomic Absorption Spectrometry)*
   4. *Gravimetric*
   5. *Photometric*
   6. *Other (please specify)*

6. Testing should commence as soon as possible after receiving the samples and results reported NO LATER THAN 11 APRIL 1997. Send the completed results sheet and any supporting documentation to your accreditation body and fax a copy of the results sheet to:

Philip Briggs
National Association of Testing Authorities, Australia
7 Leeds Street
RHODES NSW 2138

Fax: 61 2 9743 6664
Phone: 61 2 9736 8222

APLAC

APLAC - T005

ALUMINIUM ALLOY PROFICIENCY TESTING PROGRAM

RESULTS SHEET

Laboratory Code

TEST (report to %)	APLAC Sample		Technique Code No.
	Result 1	Result 2	
Silicon (0.01%)			
Iron (0.001%)			
Copper (0.001%)			
Manganese (0.001%)			
Magnesium (0.001%)			
Titanium (0.001%)			
Zinc (0.001%)			
Nickel (0.0001%)			

Date _____ Signature: _____

NO LATER THAN 11 APRIL 1997, send the completed results sheet and any supporting documentation to your accreditation body and fax the results sheet to:

Philip Briggs
National Association of Testing Authorities, Australia
7 Leeds Street
Rhodes NSW 2138
AUSTRALIA

Fax: 61 2 9743 6664
Phone: 61 2 9736 8222

ปส.
-9 มิ.ย. 2540

กรมวิทยาศาสตร์บริการ 67
เลขรับที่ 2431
วันที่ -9 มิ.ย. 2540 เวลา 14.10 น.

ที่ อก 0711/ 2922

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
ถนนพระรามที่ 6 กทม. 10400

5 มิถุนายน 2540

เรื่อง รายงาน (INTERIM REPORT) โปรแกรมการทดสอบความชำนาญ AP-T005

เรียน อธิบดีกรมวิทยาศาสตร์บริการ

สิ่งที่ส่งมาด้วย INTERIM REPORT สำหรับ โปรแกรมการทดสอบความชำนาญ AP-T002

ตามที่ ห้องปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ กรมวิทยาศาสตร์บริการ ได้เข้าร่วมทดสอบความชำนาญตามโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ AP-T005 (Aluminium Alloy Proficiency Testing Program) เมื่อเดือนธันวาคม 2539 นั้น

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมได้รับแจ้งรายงาน Interim report ของโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ (AP - T005) สำหรับผลการทดสอบความชำนาญของท่านตามรหัสหมายเลข Lab Code 17 ปรากฏว่าผลการทดสอบของท่านในรายการวิเคราะห์ Copper (0.001%) ใช้วิธีทดสอบ Technique Code No.1 (AES-Arc/Spark (Atomic Emission Spectroscopy – Arc/Spark)) มีค่าแตกต่างจากค่า Median มากกว่า 3 เท่าของค่า Normalised IQR ไม่อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ สำนักงาน ฯ ขอให้ท่านดำเนินการวิเคราะห์หาสาเหตุและแก้ไขแล้วแจ้งให้สำนักงาน ฯ ทราบภายในวันที่ 10 มิถุนายน 2540 เพื่อแจ้งผลการแก้ไขให้ NATA ทราบก่อนจะสรุปรายงานผลในรายงานครั้งสุดท้าย (Final Report) ซึ่งเป็นการสรุปผลที่ได้ของผู้เข้าร่วมโปรแกรมทั้งหมด

จึงเรียนมาเพื่อโปรดพิจารณาวิเคราะห์หาสาเหตุและแก้ไข ผลการทดสอบในรายการดังกล่าวข้างต้น และแจ้งให้สำนักงาน ฯ ทราบ

ขอแสดงความนับถือ

(นายสุรชัย เลลิงโชค)
รองเลขาธิการ ปฏิบัติราชการแทน
เลขาธิการสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

สำนักบริหารมาตรฐาน 4
ส่วนงานรับรองห้องปฏิบัติการทดสอบและสอบเทียบ
โทร. 248-1550
โทรสาร 246-4327

10 มิ.ย. 40

ASIA PACIFIC LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION

APLAC

APLAC T005 - LABORATORY SUMMARY SHEET - JULY 1997

ALUMINIUM ALLOY PROFICIENCY TESTING PROGRAM

Lab Name: Department of Science Service

Location: Thailand

Laboratory Code No. 17

Test	Lab's Result	No. of Results	Median	Normalised IQR	Between-Labs Z-Score
Silicon (0.01%)	5.27 5.27	166	5.550	0.204	- 1.41
Iron (0.001%)	0.520 0.522	168	0.4980	0.0189	1.25
Copper (0.001%)	0.100 0.100	170	0.0790	0.0059	3.78 §
Manganese (0.001%)	0.120 0.119	170	0.1070	0.0059	1.98
Magnesium (0.001%)	0.062 0.063	168	0.0580	0.0044	1.28
Titanium (0.001%)	0.119 0.117	162	0.1110	0.0057	1.26
Zinc (0.001%)	0.091 0.089	170	0.0980	0.0059	- 1.44
Nickel (0.0001%)	0.0594 0.0605	164	0.05010	0.00393	2.42

NOTES: * - indicates no result returned for this sample/test.
Each z-score is for the sample pair (i.e. Result 1 & Result 2).
This summary sheet should be read in conjunction with the final report.

COMMENTS: No. of outliers (i.e. $|z| > 3$) is: 1
Each z-score marked with a § is an outlier and should be investigated.
Laboratories are also encouraged to review results which have an absolute z-score value between two and three (i.e. $2 < |z| < 3$).

ASIA PACIFIC LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION

APLAC T005 • LABORATORY SUMMARY SHEET • JULY 1997

ALUMINIUM ALLOY PROFICIENCY TESTING PROGRAM

Lab Name: Department of Science Service

Location: Thailand

Laboratory Code No. 17

Test	Lab's Result	No. of Results	Median	Normalised IQR	Between-Labs Z-Score
Silicon (0.01%)	5.33 5.37	166	5.550	0.204	- 1.01
Iron (0.001%)	0.504 0.517	168	0.4980	0.0189	0.67
(0.001%)	0.087 0.086	170	0.0790	0.0059	1.35
Manganese (0.001%)	0.101 0.097	170	0.1070	0.0059	- 1.27
Magnesium (0.001%)	0.048 0.048	168	0.0580	0.0044	- 2.84
Titanium (0.001%)	0.114 0.122	162	0.1110	0.0057	1.26
Zinc (0.001%)	0.095 0.101	170	0.0980	0.0059	0.00
Nickel (0.0001%)	0.0435 0.0439	164	0.05010	0.00393	- 1.55

NOTES: * - indicates no result returned for this sample/test.
Each z-score is for the sample pair (i.e. Result 1 & Result 2).
This summary sheet should be read in conjunction with the final report.

COMMENTS: No. of outliers (i.e. $|z| > 3$) is: 0
Each z-score marked with a § is an outlier and should be investigated.
Laboratories are also encouraged to review results which have an absolute z-score value between two and three (i.e. $2 < |z| < 3$).

สำเนา

ที่ วว 0504/ 11486

กรมวิทยาศาสตร์บริการ
ถนนพระราม 6 เขตราชเทวี
กท. 10400

20 มิถุนายน 2540

เรื่อง รายงานโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ AP - T 005

เรียน เลขาธิการ สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

อ้างถึง หนังสือ สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ที่ อก 0711/2922
ลงวันที่ 5 มิถุนายน 2540

ตามหนังสือที่อ้างถึง สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ได้รับแจ้งรายงาน Interim report ของโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ AP - T 005 สำหรับผลการทดสอบความชำนาญของห้องปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ กรมวิทยาศาสตร์บริการ ตามรหัสหมายเลข Lab Code 17 ผลการทดสอบรายการวิเคราะห์ Copper (0.001%) มีค่าแตกต่างจากค่า Median มากกว่า 3 เท่าของค่า Normalised IQR ซึ่งไม่อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ความละเอียดแจ้งแล้ว นั้น

กรมวิทยาศาสตร์ฯ ขอชี้แจงผลการวิเคราะห์ Copper ที่มีปริมาณแตกต่างจากค่า Median มากกว่า 3 เท่า ของค่า Normalised IQR ดังนี้

1. ความเข้มข้นของ std. Copper ที่ใช้อยู่ในห้องปฏิบัติการมีเฉพาะ 0.001 - 0.047% และ 0.200 - 0.220% เท่านั้น

2. เมื่อ Calibrate เครื่องมือแล้ว spark std. Copper 0.200% ผลปรากฏว่าค่าที่อ่านได้เป็น 0.220% แสดงว่าเครื่องมือน่าจะมีความคลาดเคลื่อนที่ความเข้มข้นสูง

กองเคมีจะได้ดำเนินการแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นต่อไป

จึงเรียนมาเพื่อโปรดทราบ

ขอแสดงความนับถือ

(นางรวงทอง ทันทาไพร)
อธิบดีกรมวิทยาศาสตร์บริการ

กองเคมี
โทร. 2458991
โทรสาร 2480290

ผู้ร่าง 17 มิ.ย. 40
ผู้พิมพ์ 17 มิ.ย. 40
ผู้ตรวจ

รายงานโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ AP-T005

เรียน ผอก.กม ผ่าน หก.กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1

ผลการวิเคราะห์ Copper ที่มีปริมาณแตกต่างจากค่า Medianมากกว่า 3 เท่าของค่า Normalised IQR นั้นขอชี้แจงดังนี้

1. ความเข้มข้นของ std.Copper ที่ใช้อยู่ในห้องปฏิบัติการมีเฉพาะ 0.001-0.047 % และ 0.200-0.220 % เท่านั้น

2. เมื่อ Calibrate เครื่องมือแล้ว spark std.Copper 0.200% ผลปรากฏว่าค่าที่อ่านได้เป็น 0.220 % แสดงว่า เครื่องมือน่าจะมีความคลาดเคลื่อนที่ความเข้มข้นสูง

ปัญหาความคลาดเคลื่อนของผลการวิเคราะห์นี้ทางกองเคมีจะได้ดำเนินการแก้ไขต่อไป

16 มิ.ย 40

SILICON (0.01%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
2	5.61	5.63	0.35	5
3	5.60	5.56	0.15	1
4	5.44	5.45	-0.53	5
5	5.65	5.65	0.50	4
6	2.52	2.64	-14.98 §	3
7	5.61	5.61	0.30	1
8	0.667	0.701	-24.54 §	2
9	5.82	5.81	1.34	4
10	5.14	5.17	-1.99	4
12	5.57	5.60	0.18	4&2
13	5.46	5.44	-0.50	1
14	5.15	5.15	-2.02	3
15	5.22	5.23	-1.64	1
16	4.71	4.84	-3.91 §	4
17	5.27	5.27	-1.41	4
17	5.33	5.37	-1.01	4
18	5.80	5.80	1.26	1
19	5.61	5.59	0.25	1
20	5.13	5.08	-2.24	6
23	5.61	5.61	0.30	6
24	9.12	9.03	17.78 §	3
25	6.22	6.15	3.20 §	1
26	5.30	5.30	-1.26	1
27	5.55	5.59	0.10	2
28	4.82	4.88	-3.53 §	2
29	5.60	5.60	0.25	4&1
30	5.87	5.87	1.61	6
31	5.68	5.75	0.83	1
32	5.68	5.69	0.68	1
33	5.31	5.29	-1.26	4
35	5.63	5.63	0.40	1
36	5.48	5.52	-0.25	4
37	5.56	5.56	0.05	5
38	5.47	5.50	-0.33	1
39	4.75	4.76	-4.01 §	6
40	5.53	5.49	-0.20	1
42	5.79	5.79	1.21	1
43	5.57	5.57	0.10	1
44	5.61	5.62	0.33	1
45	5.46	5.47	-0.43	1
46	5.56	5.55	0.03	5
47	5.35	5.32	-1.08	1
48	5.60	5.57	0.18	3
49	5.57	5.55	0.05	1
52	5.58	5.59	0.18	1
53	5.52	5.54	-0.10	1
57	5.62	5.62	0.35	4
58	5.73	5.59	0.55	5
59	5.55	5.53	-0.05	4

SILICON (0.01%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
60	5.34	5.37	-0.98	2
61	5.20	5.24	-1.66	1
62	5.64	5.62	0.40	1
63	5.62	5.60	0.30	1
64	5.44	5.38	-0.71	4
66	5.55	5.57	0.05	1
67	5.19	5.21	-1.77	3
68	5.50	5.53	-0.18	5
70	5.44	5.48	-0.45	1
71	4.55	4.56	-5.02 §	6
72	4.27	4.32	-6.33 §	2
74	5.59	5.58	0.18	1
76	5.54	5.55	-0.03	1
77	5.69	5.69	0.71	1
79	5.62	5.68	0.50	1
80	5.54	5.56	0.00	1
81	5.58	5.57	0.13	1
82	5.62	5.62	0.35	5
83	5.33	5.34	-1.08	3
83	5.47	5.44	-0.48	1
84	5.35	5.35	-1.01	1
87	5.47	5.46	-0.43	1
88	5.51	5.50	-0.23	1
90	5.84	5.63	0.93	2
91	5.40	5.28	-1.06	2
92	5.63	5.59	0.30	1
93	5.22	5.24	-1.61	2
94	5.59	5.62	0.28	5
95	7.50	7.50	9.83 §	4
96	5.01	5.06	-2.60	4
97	5.64	5.65	0.48	4
98	5.51	5.54	-0.13	1
99	5.50	5.52	-0.20	4
100	5.60	5.61	0.28	4

No. of Results	166
Median	5.550
Normalised IQR	0.204
Robust CV	3.7%
Minimum	0.67
Maximum	9.12
Range	8.45

NOTE: § denotes an outlier (i.e. |z-score| > 3).

For technique code description refer to Appendix C1

IRON (0.001%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
2	0.481	0.477	-1.06	2
3	0.517	0.511	0.87	1
4	0.499	0.500	0.07	3
5	0.516	0.514	0.92	2
6	0.588	0.578	4.67 §	3
7	0.557	0.554	3.15 §	1
8	1.288	1.131	39.16 §	2
9	0.525	0.517	1.25	2
10	0.490	0.500	-0.18	3
11	0.460	0.460	-2.11	3
12	0.496	0.494	-0.18	2&3
13	0.425	0.403	-4.64 §	1
14	0.50	0.50	0.10	3
15	0.436	0.435	-3.46 §	1
16	0.378	0.374	-6.73 §	3
17	0.520	0.522	1.25	1
17	0.504	0.517	0.67	3
18	0.645	0.630	7.67 §	1
19	0.478	0.479	-1.09	1
20	0.51	0.51	0.65	6
23	0.506	0.506	0.43	6
24	0.539	0.527	1.91	3
25	0.496	0.492	-0.23	1
26	0.496	0.496	-0.12	1
27	0.495	0.497	-0.12	2
28	0.494	0.486	-0.45	2
29	0.500	0.499	0.07	2
30	0.378	0.378	-6.62 §	3
31	0.498	0.500	0.04	1
32	0.473	0.472	-1.42	1
33	0.499	0.515	0.48	2
35	0.512	0.513	0.78	1
36	0.498	0.498	-0.01	5
37	0.487	0.480	-0.81	2
38	0.497	0.500	0.01	1
39	0.534	0.528	1.80	6
40	0.508	0.501	0.34	1
42	0.575	0.588	4.58 §	1
43	0.500	0.500	0.10	1
44	0.511	0.514	0.78	1
45	0.460	0.461	-2.08	1
47	0.565	0.570	3.81 §	1
49	0.509	0.507	0.54	1
52	0.509	0.510	0.62	1
53	0.494	0.484	-0.51	3
56	0.461	0.460	-2.08	3
57	0.499	0.500	0.07	2
58	0.509	0.504	0.45	3
59	0.491	0.490	-0.43	5

IRON (0.001%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
60	0.492	0.496	-0.23	2
61	0.48	0.48	-1.00	1
62	0.400	0.370	-6.24 §	1
63	0.501	0.500	0.12	1
64	0.495	0.506	0.12	3
66	0.491	0.490	-0.43	1
67	0.493	0.495	-0.23	5
68	0.494	0.488	-0.40	2
70	0.472	0.474	-1.39	1
71	0.432	0.431	-3.68 §	2
72	0.457	0.460	-2.19	2
74	0.484	0.486	-0.73	1
75	0.517	0.526	1.28	2
76	0.496	0.499	-0.04	1
77	0.516	0.519	1.06	1
79	0.488	0.482	-0.73	1
80	0.496	0.496	-0.12	1
81	0.537	0.534	2.05	1
82	0.489	0.488	-0.54	3
83	0.496	0.496	-0.12	3
83	0.462	0.460	-2.05	1
84	0.502	0.517	0.62	1
87	0.490	0.497	-0.26	1
88	0.568	0.563	3.70 §	1
90	0.493	0.475	-0.78	2
91	0.529	0.545	2.13	2
92	0.537	0.538	2.16	1
93	0.509	0.508	0.56	2
94	0.494	0.492	-0.29	5
95	0.510	0.500	0.37	3
96	0.464	0.464	-1.89	3
97	0.503	0.505	0.32	2
98	0.562	0.577	3.92 §	1
99	0.492	0.496	-0.23	2
100	0.482	0.492	-0.62	2

No. of Results	168
Median	0.4980
Normalised IQR	0.0189
Robust CV	3.8%
Minimum	0.370
Maximum	1.288
Range	0.918

NOTE: § denotes an outlier (i.e. |z-score| > 3).

For technique code description refer to Appendix C1

COPPER (0.001%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
2	0.075	0.075	-0.72	2
3	0.076	0.075	-0.63	1
4	0.078	0.079	-0.09	3
5	0.092	0.093	2.43	2
6	0.065	0.065	-2.52	3
7	0.070	0.071	-1.53	1
8	0.062	0.071	-2.25	2
9	0.071	0.070	-1.53	2
10	0.075	0.076	-0.63	2
11	0.081	0.083	0.54	3
12	0.081	0.082	0.45	2&3
13	0.073	0.070	-1.35	1
14	0.087	0.087	1.44	3
15	0.075	0.074	-0.81	1
16	0.128	0.132	9.17 §	3
17	0.100	0.100	3.78 §	1
17	0.087	0.086	1.35	3
18	0.053	0.050	-4.95 §	1
19	0.072	0.073	-1.17	1
20	0.084	0.084	0.90	6
23	0.082	0.096	1.80	6
24	0.069	0.063	-2.34	3
25	0.082	0.082	0.54	1
26	0.079	0.079	0.00	1
27	0.080	0.080	0.18	2
28	0.074	0.071	-1.17	3
29	0.077	0.080	-0.09	2
30	0.0695	0.0695	-1.71	3
31	0.078	0.078	-0.18	1
32	0.082	0.082	0.54	1
33	0.074	0.078	-0.54	2
35	0.080	0.080	0.18	1
36	0.080	0.081	0.27	3
37	0.079	0.079	0.00	2
38	0.077	0.076	-0.45	1
39	0.086	0.084	1.08	6
40	0.080	0.078	0.00	1
42	0.096	0.107	4.05 §	1
43	0.078	0.078	-0.18	1
44	0.081	0.082	0.45	1
45	0.080	0.080	0.18	1
46	0.081	0.082	0.45	3
47	0.095	0.100	3.33 §	1
49	0.082	0.082	0.54	1
52	0.080	0.082	0.36	1
53	0.079	0.079	0.00	3
56	0.717	0.718	114.84 §	3
57	0.072	0.072	-1.26	2
58	0.079	0.079	0.00	3

COPPER (0.001%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
59	0.080	0.078	0.00	3
60	0.082	0.083	0.63	2
61	0.07	0.07	-1.62	1
62	0.080	0.080	0.18	1
63	0.081	0.081	0.36	1
64	0.071	0.070	-1.53	3
66	0.079	0.079	0.00	1
67	0.079	0.078	-0.09	3
68	0.080	0.076	-0.18	3&2
70	0.070	0.071	-1.53	1
71	0.076	0.077	-0.45	2
72	0.074	0.073	-0.99	3
74	0.076	0.075	-0.63	1
75	0.082	0.084	0.72	2
76	0.077	0.078	-0.27	1
77	0.082	0.082	0.54	1
79	0.073	0.073	-1.08	1
80	0.092	0.092	2.34	1
81	0.088	0.087	1.53	1
82	0.076	0.075	-0.63	3
83	0.075	0.074	-0.81	3
83	0.087	0.086	1.35	1
84	0.062	0.061	-3.15 §	1
87	0.081	0.081	0.36	1
88	0.101	0.097	3.60 §	1
90	0.074	0.072	-1.08	2
91	0.085	0.083	0.90	2
92	0.085	0.085	1.08	1
93	0.081	0.081	0.36	2
94	0.079	0.079	0.00	2
95	0.080	0.078	0.00	3
96	0.067	0.070	-1.89	3
97	0.077	0.077	-0.36	2
98	0.077	0.080	-0.09	1
99	0.073	0.074	-0.99	2
100	0.073	0.074	-0.99	2

No. of Results	170
Median	0.0790
Normalised IQR	0.0059
Robust CV	7.5%
Minimum	0.050
Maximum	0.718
Range	0.668

NOTE: § denotes an outlier (i.e. |z-score| > 3).

For technique code description refer to Appendix C1

MANGANESE (0.001%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
2	0.107	0.104	-0.24	2
3	0.119	0.118	1.83	1
4	0.107	0.107	0.00	3
5	0.106	0.106	-0.16	2
6	0.091	0.092	-2.46	3
7	0.121	0.122	2.30	1
8	0.098	0.095	-1.67	2
9	0.116	0.114	1.27	2
10	0.100	0.110	-0.32	2
11	0.101	0.104	-0.71	3
12	0.106	0.106	-0.16	2&3
13	0.094	0.096	-1.90	1
14	0.11	0.11	0.48	3
15	0.110	0.110	0.48	1
16	0.096	0.104	-1.11	3
17	0.120	0.119	1.98	1
17	0.101	0.097	-1.27	3
18	0.089	0.087	-3.02 §	1
19	0.102	0.103	-0.71	1
20	0.104	0.104	-0.48	6
23	0.135	0.111	2.54	6
24	0.038	0.039	-10.87 §	3
25	0.108	0.108	0.16	1
26	0.111	0.111	0.63	1
27	0.108	0.108	0.16	2
28	0.109	0.109	0.32	2
29	0.108	0.108	0.16	2
30	0.098	0.098	-1.43	3
31	0.103	0.103	-0.63	1
32	0.103	0.102	-0.71	1
33	0.105	0.110	0.08	2
35	0.107	0.107	0.00	1
36	0.106	0.106	-0.16	3
37	0.109	0.107	0.16	2
38	0.103	0.101	-0.79	1
39	0.126	0.127	3.09 §	6
40	0.113	0.109	0.63	1
42	0.106	0.099	-0.71	1
43	0.101	0.101	-0.95	1
44	0.107	0.107	0.00	1
45	0.102	0.102	-0.79	1
47	0.117	0.115	1.43	1
48	0.112	0.109	0.56	3
49	0.115	0.114	1.19	1
52	0.111	0.111	0.63	1
53	0.108	0.110	0.32	3
56	0.102	0.101	-0.87	3
57	0.112	0.112	0.79	2
58	0.129	0.130	3.57 §	3

MANGANESE (0.001%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
59	0.106	0.104	-0.32	3
60	0.108	0.109	0.24	2
61	0.11	0.11	0.48	1
62	0.090	0.090	-2.70	1
63	0.112	0.112	0.79	1
64	0.098	0.098	-1.43	3
66	0.110	0.109	0.40	1
67	0.102	0.104	-0.63	3
68	0.103	0.105	-0.48	2
70	0.103	0.104	-0.56	1
71	0.113	0.112	0.87	2
72	0.094	0.098	-1.75	2
74	0.108	0.108	0.16	1
75	0.112	0.114	0.95	2
76	0.104	0.105	-0.40	1
77	0.108	0.109	0.24	1
79	0.104	0.104	-0.48	1
80	0.101	0.101	-0.95	1
81	0.113	0.112	0.87	1
82	0.104	0.111	0.08	5
83	0.104	0.104	-0.48	3
83	0.095	0.095	-1.90	1
84	0.114	0.114	1.11	1
87	0.115	0.116	1.35	1
88	0.116	0.114	1.27	1
90	0.107	0.102	-0.40	2
91	0.117	0.118	1.67	2
92	0.132	0.131	3.89 §	1
93	0.109	0.109	0.32	2
94	0.107	0.107	0.00	2
95	0.106	0.107	-0.08	3
96	0.100	0.103	-0.87	3
97	0.107	0.107	0.00	2
98	0.103	0.100	-0.87	1
99	0.109	0.110	0.40	1
100	0.103	0.104	-0.56	2

No. of Results	170
Median	0.1070
Normalised IQR	0.0059
Robust CV	5.5%
Minimum	0.038
Maximum	0.135
Range	0.097

NOTE: § denotes an outlier (i.e. |z-score| > 3).

For technique code description refer to Appendix C1

ZINC (0.001%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
2	0.096	0.096	-0.36	2
3	0.091	0.090	-1.35	1
4	0.098	0.098	0.00	3
5	0.092	0.097	-0.63	2
6	0.162	0.179	13.04 §	3
7	0.099	0.100	0.27	1
8	0.086	0.086	-2.16	2
9	0.097	0.095	-0.36	2
10	0.097	0.098	-0.09	2
11	0.092	0.093	-0.99	3
12	0.106	0.105	1.35	2&3
13	0.064	0.062	-6.30 §	1
14	0.098	0.098	0.00	3
15	0.080	0.080	-3.24 §	1
16	0.162	0.155	10.88 §	3
17	0.091	0.089	-1.44	1
17	0.095	0.101	0.00	3
18	0.084	0.077	-3.15 §	1
19	0.091	0.091	-1.26	1
20	0.12	0.12	3.96 §	6
23	0.096	0.103	0.27	6
24	0.122	0.113	3.51 §	3
25	0.098	0.096	-0.18	1
26	0.098	0.098	0.00	1
27	0.096	0.097	-0.27	2
28	0.107	0.104	1.35	3
29	0.100	0.097	0.09	2
30	0.091	0.091	-1.26	3
31	0.102	0.103	0.81	1
32	0.102	0.102	0.72	1
33	0.125	0.103	2.88	2
35	0.093	0.092	-0.99	1
36	0.098	0.099	0.09	3
37	0.099	0.100	0.27	2
38	0.090	0.092	-1.26	1
39	0.104	0.104	1.08	6
40	0.097	0.097	-0.18	1
42	0.089	0.089	-1.62	1
43	0.095	0.095	-0.54	1
44	0.098	0.098	0.00	1
45	0.096	0.096	-0.36	1
47	0.079	0.078	-3.51 §	1
48	0.098	0.097	-0.09	3
49	0.100	0.100	0.36	1
52	0.107	0.107	1.62	1
53	0.105	0.107	1.44	3
56	0.095	0.096	-0.45	3
57	0.102	0.101	0.63	2
58	0.101	0.100	0.45	3

ZINC (0.001%)

Lab Code	APLAC Result 1	APLAC Result 2	Between Laboratories Z-Score	Technique Code No.
59	0.095	0.096	-0.45	3
60	0.105	0.110	1.71	2
61	0.09	0.10	-0.54	1
62	0.110	0.110	2.16	1
63	0.103	0.103	0.90	1
64	0.093	0.090	-1.17	3
66	0.099	0.099	0.18	1
67	0.106	0.107	1.53	3
68	0.096	0.098	-0.18	3&2
70	0.101	0.101	0.54	1
71	0.112	0.113	2.61	2
72	0.099	0.100	0.27	2
74	0.098	0.099	0.09	1
75	0.105	0.108	1.53	2
76	0.097	0.098	-0.09	1
77	0.104	0.104	1.08	1
79	0.093	0.094	-0.81	1
80	0.100	0.100	0.36	1
81	0.093	0.092	-0.99	1
82	0.099	0.098	0.09	3
83	0.097	0.097	-0.18	3
83	0.096	0.095	-0.45	1
84	0.096	0.096	-0.36	1
87	0.103	0.103	0.90	1
88	0.096	0.090	-0.90	1
90	0.100	0.100	0.36	2
91	0.111	0.114	2.61	2
92	0.092	0.093	-0.99	1
93	0.103	0.104	0.99	2
94	0.099	0.097	0.00	2
95	0.116	0.112	2.88	3
96	0.954	0.954	153.96 §	3
97	0.096	0.100	0.00	2
98	0.192	0.198	17.45 §	1
99	0.098	0.100	0.18	2
100	0.100	0.102	0.54	2

No. of Results	170
Median	0.0980
Normalised IQR	0.0059
Robust CV	6.1%
Minimum	0.062
Maximum	0.954
Range	0.892

NOTE: § denotes an outlier (i.e. |z-score| > 3).

For technique code description refer to Appendix C1

ภาคผนวก 5

ใบรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการ

ที่ : 03T007/0216

ใบรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการ

ใบรับรองฉบับนี้ให้ไว้เพื่อแสดงว่า

ห้องปฏิบัติการทดสอบ

โครงการเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เลขที่ 75/7 ถนนพระรามที่ 6 แขวงทุ่งพญาไท เขตราชเทวี กรุงเทพมหานคร

ได้ผ่านการประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบ

ภายใต้ระบบการรับรองห้องปฏิบัติการ ของ สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

ตามมาตรฐานข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและห้องปฏิบัติการสอบเทียบ

มอก. 17025 - 2543

ISO/IEC 17025 : 1999

หมายเลขการรับรองที่ ทดสอบ 0018

รายละเอียดการรับรองดังขอบข่ายการรับรองแนบท้าย

ออกให้ ณ วันที่ : 6 มิถุนายน 2546

สิ้นอายุ วันที่ : 14 ตุลาคม 2547

ลงชื่อ :

(นายสมราย หะวิณสุต)

รองปลัดกระทรวงอุตสาหกรรม

หัวหน้ากลุ่มภารกิจด้านส่งเสริมอุตสาหกรรมและผู้ประกอบการ

ประธานกรรมการมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

ออกให้ครั้งแรกเมื่อ 23 ธันวาคม 2540

การรับรองห้องปฏิบัติการ สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม

ขอบข่ายการรับรองห้องปฏิบัติการทดสอบ

ชื่อห้องปฏิบัติการ : ห้องปฏิบัติการทดสอบ
โครงการเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

สถานที่ตั้ง : เลขที่ 75/7 ถนนพระรามที่ 6 แขวงทุ่งพญาไท เขตราชเทวี กรุงเทพมหานคร

หมายเลขการรับรองที่ : ทดสอบ 0018

สถานะของห้องปฏิบัติการ : ☑ ถาวร ☐ นอกสถานที่ ☐ ชั่วคราว ☐ เคลื่อนที่

วัสดุ /ผลิตภัณฑ์ที่ทดสอบ	รายการที่ทดสอบ/ช่วงของการวัด	มาตรฐาน/วิธีทดสอบ/เทคนิคที่ใช้
6. อะลูมิเนียมอัลลอย เบอร์ 3003	- แมงกานีส ร้อยละ 1.02 ถึง 1.54 โดยน้ำหนัก - ทองแดง ร้อยละ 0.036 ถึง 0.24 โดยน้ำหนัก - เหล็ก ร้อยละ 0.004 ถึง 0.88 โดยน้ำหนัก - ซิลิกอน ร้อยละ 0.003 5 ถึง 0.76 โดยน้ำหนัก - สังกะสี ร้อยละ 0.004 ถึง 0.09 โดยน้ำหนัก	- In - house method : CD.I1.TM.AE.02 based on ASTM E 1251 - 94 (Reapproved 1999) and ASTM E 227 - 90 (Reapproved 1996)