

1. ความมุ่งหมาย (Purpose)

ใช้เป็นแนวทางสำหรับผู้ตรวจประเมินและห้องปฏิบัติการสำหรับการตรวจสอบและสอบเทียบเครื่องมือวิทยาศาสตร์เพื่อการรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2017

2. การใช้งาน (Application)

แนวทางการตรวจสอบและสอบเทียบเครื่องมือวิทยาศาสตร์เพื่อการรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2017 ใช้สำหรับการรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2017

3. เอกสารอ้างอิง (References)

- 3.1 ISO/IEC 17025: 2017 General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
- 3.2 ILAC-G24:2022/OIML D 10:2022 (E) Guidelines for the determination of recalibration intervals of measuring instrument.
- 3.3 ILAC-P10:07/2020 ILAC Policy on Metrological Traceability of Measurement Results
- 3.4 ILAC-P14:09/2020 ILAC Policy for Measurement Uncertainty in Calibration
- 3.5 R 07 15 001: นโยบาย ข้อกำหนดและเงื่อนไขการรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการด้านการแพทย์และสาธารณสุข
- 3.6 N 07 15 001: นโยบายและหลักเกณฑ์กำหนดการพิจารณาผลการสอบเทียบเครื่องมือวิทยาศาสตร์
- 3.7 แนวทางการตรวจสอบและสอบเทียบเครื่องมือวิทยาศาสตร์เพื่อการรับรองห้องปฏิบัติการทดสอบตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2005 สำนักมาตรฐานห้องปฏิบัติการ กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ISBN -978-616-11-1977-5 มกราคม 2557

4. นิยามและคำย่อ (Definition and Abbreviation)

4.1 การสอบเทียบ (Calibration) หมายถึง การดำเนินการเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างค่าที่เครื่องมือวัดบอกหรือระบบการวัด หรือค่าที่แสดงโดยเครื่องวัดกับค่าจริงที่ยอมรับร่วมกัน (Conventional True Value) ว่าคลาดเคลื่อนไปมากเท่าใด โดยเริ่มจากการสอบเทียบเครื่องมือกับเครื่องมือมาตรฐานที่คลาดเคลื่อนน้อยกว่า รวมถึงการสอบเทียบเครื่องมือที่มาตรฐานสูงกว่า จนถึงการสอบเทียบเครื่องมือมาตรฐานสูงสุดกับมาตรฐานแห่งชาติหรือมาตรฐานระหว่างประเทศ เมื่อเสร็จสิ้นการสอบเทียบจะมีการออกใบรายงานผลการสอบเทียบที่รายงานค่าป้ายเบนหรือค่าแก้พร้อมค่าความไม่แน่นอนของการวัด

4.2 การตรวจสอบ (Check) หมายถึง การตรวจสอบและการวัด โดยใช้เครื่องมืออ้างอิงที่เหมาะสมในสถานที่ใดๆ เพื่อแสดงความเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด

4.3 ความสามารถในการทวนซ้ำ (Repeatability) หมายถึง ความสามารถในการทวนซ้ำของเครื่องมือวัด ซึ่งแสดงถึงระดับความถูกต้องใกล้เคียงกันของผลการวัดที่ได้จากการวัดหลายๆ ครั้งในช่วงเวลาใกล้เคียงกันโดยการวัดทั้งหมดต้องอยู่ภายใต้วิธีการวัด ผู้ทำการวัด และสภาวะแวดล้อมเดียวกัน

4.4 ความสามารถในการทำซ้ำ (Reproducibility) หมายถึง ระดับความใกล้เคียงกันของค่าที่อ่านได้จากเครื่องมือวัดในเวลาที่แตกต่างกัน หรือค่าความสามารถในการแสดงค่าซ้ำ โดยการวัดครั้งหนึ่งๆ สามารถเปลี่ยนแปลงเงื่อนไขดังต่อไปนี้ได้ เช่น วิธีการวัด ผู้วัด รวมถึงสภาวะแวดล้อม ซึ่งค่า Reproducibility เกี่ยวข้องกับค่าความเที่ยงตรงของเครื่องมือวัด และแสดงความสัมพันธ์กับคุณลักษณะการเลื่อน (Drift) ของเครื่องมือวัด

4.5 ความไม่แน่นอนของการวัด (Uncertainty of Measurement) คือ สิ่งที่บ่งบอกความไม่สมบูรณ์ของปริมาณที่ถูกรวัด จากขั้นตอนการสอบกลับ ซึ่งจะมีค่ามากขึ้นเรื่อย ๆ จะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับความสามารถในการวัดของแต่ละห้องปฏิบัติการเป็นสิ่งที่บ่งบอกคุณภาพของการวัดว่าน่าเชื่อถือได้ดีเพียงใด การรายงานความไม่แน่นอนของการวัดจะต้องรายงานพร้อมกับผลของการวัดเสมอ เพื่อให้เปรียบเทียบค่าที่ได้จากการวัดกับเกณฑ์มาตรฐานที่ยอมรับ

4.6 ความสามารถสอบกลับได้ (Traceability) หมายถึง สมบัติของผลการวัดที่สามารถโยงกับมาตรฐานแห่งชาติอันเป็นที่ยอมรับโดยการเปรียบเทียบอย่างต่อเนื่อง และจะต้องรายงานค่าความไม่แน่นอนของการวัดด้วยหรือกระบวนการย้อนกลับของการสอบเทียบ จากมาตรฐานสากล มาตรฐานแห่งชาติจนถึงเครื่องมือของผู้ใช้งาน

4.7 มาตรฐานปฐมภูมิ (Primary Standard) หมายถึง มาตรฐานที่ได้กำหนดไว้ หรือเป็นที่ยอมรับอย่างกว้างขวางว่ามีคุณสมบัติทางมาตรวิทยาส่งสุด และมีค่าเป็นที่ยอมรับโดยปราศจากการอ้างอิงถึงมาตรฐานอื่นที่เป็นปริมาณเดียวกัน

4.8 มาตรฐานทุติยภูมิ (Secondary Standard) หมายถึง มาตรฐานที่ได้ค่ามาจากการเปรียบเทียบกับมาตรฐานปฐมภูมิของปริมาณเดียวกัน

4.9 มาตรฐานการวัดระหว่างชาติ (International Measurement Standards) หมายถึง มาตรฐานที่เป็นที่ยอมรับโดยความตกลงกันระหว่างประเทศ เพื่อเป็นฐานในการกำหนดค่าของมาตรฐานอื่นของปริมาณที่เกี่ยวข้อง

4.10 มาตรฐานอ้างอิง (Reference standard) หมายถึง มาตรฐานที่โดยทั่วไปมีคุณสมบัติทางมาตรวิทยาส่งสุดที่สามารถมีได้ ณ จุดใช้งาน หรือในหน่วยงาน ซึ่งการวัดที่กระทำในหน่วยงานได้มาจากมาตรฐานนี้

4.11 มาตรฐานชั้นใช้งาน (Working Standard) หมายถึง มาตรฐานที่ใช้สำหรับการสอบเทียบ หรือการตรวจสอบกับวัสดุ เครื่องมือวัด หรือวัสดุอ้างอิง โดยปกติมาตรฐานชั้นใช้งานจะสอบเทียบกับมาตรฐานอ้างอิงเสมอ และมาตรฐานชั้นใช้งานนี้อาจใช้สำหรับงานประจำ เพื่อให้มั่นใจว่าการวัดที่กระทำเป็นไปอย่างถูกต้อง บางครั้งจึงมีการเรียกมาตรฐานชั้นใช้งานนี้ว่า มาตรฐานสำหรับตรวจสอบ (Check Standard)

4.12 วัสดุอ้างอิง (Reference Material) หมายถึง วัสดุหรือสารที่มีสมบัติหนึ่งอย่างหรือหลายอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ภายใต้การผลิตที่มีคุณภาพมาตรฐาน และสามารถสอบกลับได้ ไปยังหน่วยการวัดระดับสากลหรือระดับชาติโดยไม่ขาดห่วงโซ่ของการสอบกลับได้ ใช้สำหรับการสอบเทียบเครื่องมือวัด ประเมินวิธีทดสอบ หรือใช้ในการกำหนดค่าของวัสดุต่างๆ

5. เอกสารที่เกี่ยวข้อง (Associated document)

6. วิธีดำเนินการ (Procedures)

แนวทางการตรวจสอบและสอบเทียบเครื่องมือวิทยาศาสตร์

6.1 การตรวจสอบและสอบเทียบเครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่มีเทคโนโลยีระดับสูง

1. High Performance Liquid Chromatograph

High Performance Liquid Chromatography (HPLC) เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับแยกสารที่สนใจซึ่งละลายอยู่ในสารละลายผสม กระบวนการแยกสารจะเกิดขึ้นระหว่างเฟส 2 เฟส คือ เฟสอยู่กับที่ (column) กับเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) สารจะถูกแยกออกมาในเวลาต่างๆ กัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความสามารถในการเข้ากัน

ได้ของสารนั้นกับเฟสเคลื่อนที่หรือเฟสอยู่กับที่ สารตัวที่สามารถเข้ากันได้ดีกับเฟสที่เคลื่อนที่จะแยกออกมาก่อน ส่วนสารที่เข้ากันได้ไม่ดีกับเฟสที่เคลื่อนที่ หรือเข้ากันได้ดีกับเฟสอยู่กับที่ ก็จะแยกออกมาทีหลัง และสารที่แยกออกมาจะตรวจวัดสัญญาณด้วยตัวตรวจวัดชนิดต่างๆ แล้วจะแปรผลในรูปแบบกราฟที่เรียกว่า chromatogram การสอบเทียบเครื่อง HPLC เป็นการตรวจสอบประสิทธิภาพความถูกต้องและความแม่นยำในการทำงานของเครื่อง เพื่อเป็นข้อมูลยืนยันว่าเครื่องมือสามารถนำไปใช้ทำงานวิเคราะห์ตามวัตถุประสงค์และให้ผลที่เชื่อถือได้ วิธีการทำโดยตรวจสอบความถูกต้องและความสม่ำเสมอของการทำงานของส่วนประกอบของเครื่องมือแต่ละส่วน เช่น Pump, Autosampler, Detector และการทำงานของเครื่องมือทั้งระบบ เนื่องจากการทำงานของเครื่องมือแต่ละส่วนมีผลต่อความถูกต้องของผลวิเคราะห์หลักการตรวจสอบความถูกต้องทำโดยเปรียบเทียบค่าที่วัดได้จากการทำงานของเครื่องกับค่าที่ตั้งไว้เพื่อหา correct result (accuracy) และประเมินความแตกต่างทางสถิติ เพื่อหา precision หรือ reproducibility เช่น

- ตรวจสอบการทำงานของ Pump โดยตรวจสอบความถูกต้องของอัตราการไหลจริงและตรวจสอบความถูกต้องของการผสม mobile phase ก่อนผ่านคอลัมน์
- ตรวจสอบการทำงานของ Autosampler โดยตรวจสอบความถูกต้องของปริมาตรที่ฉีดปริมาตรต่างๆ และฉีดซ้ำๆ จากนั้นวัดผลการตรวจสอบโดยการชั่งน้ำหนักที่หายไป หรือตามวิธีของผู้ผลิตแต่ละยี่ห้อ
- การตรวจสอบ Oven หรือ Cooling device โดยตรวจสอบอุณหภูมิตามที่กำหนดตรวจสอบการทำงานของ Detector ขึ้นกับชนิดของ Detector
- ตรวจสอบการทำงานของเครื่องมือทั้งระบบในการทำงานวิเคราะห์เมื่อต่อส่วนต่างๆ ของเครื่องในสภาวะการใช้งานปกติ โดยเลือกใช้ chromatographic condition ที่เหมาะสมและฉีดด้วยสารละลายมาตรฐานที่ทราบค่าความเข้มข้น ตรวจสอบผลที่ได้เพื่อหา systemic error และบันทึกเป็นประวัติเพื่อตรวจสอบเมื่อมีปัญหา
- การประเมินผลความถูกต้องของการทำงานของเครื่องมือตัดสินโดยเกณฑ์กำหนดของเครื่องมือตามมาตรฐานสากลหรือข้อกำหนดของผู้ผลิตเครื่องมือ นั้น หากไม่เป็นไปตามข้อกำหนดให้ปรึกษาช่างเทคนิคที่ได้รับใบรับรองผลการฝึกอบรม เพื่อเปรียบเทียบเครื่องมือ นั้นให้ทำงานได้อย่างถูกต้องตามคุณลักษณะเฉพาะของเครื่องแล้วจึงสอบเทียบใหม่อีกครั้ง

1.1 ตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่ที่ใช้	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. การรั่วซึมของฟิตติ้ง (fitting)	ไม่มีการรั่วซึมของเฟสเคลื่อนที่ หรือคราบเกลือติดอยู่ตามข้อต่างๆ	ทุกครั้งที่ใช้	<ul style="list-style-type: none"> - เปิดเครื่องทำงานตามวิธีการใช้เครื่องมือ และทำการ flow ให้ mobile phase ผ่านระบบ - สังเกตการณ์รั่วซึมของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) โดยอาจมีคราบเกลือบริเวณข้อต่อ หรือใช้กระดาษกรองดูดซับตะขี้ต่อต่างๆ ดูว่ากระดาษกรองเปียกชื้นหรือไม่ หากพบการรั่วซึมทำการแก้ไขและทดสอบซ้ำจนมั่นใจว่าไม่มีการรั่วซึม

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
2. System suitability	<ul style="list-style-type: none"> - Peak area precision: RSD $\leq 2.0\%$ - Retention time precision: RSD $\pm 5\%$ - Resolution: > 1 - Tailing Factor: 0.8-1.2 - Carry-over: $\leq 0.2\%$ - Signal/Noise ratio: ≥ 3 - ตามข้อกำหนดของแต่ละวิธีทดสอบ 	ทุกครั้งที่ใช้งาน	<p>วัสดุอ้างอิง: สารมาตรฐานวิธีทดสอบที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ:</p> <ul style="list-style-type: none"> - ฉีดสารมาตรฐานตามวิธีทดสอบกำหนด จำนวน 5 ครั้ง ยกเว้นมีข้อกำหนดอื่น คำนวณค่า Peak area precision และ Retention time precision - Resolution คำนวณจาก chromatogram ของสารที่ใช้ทดสอบในแต่ละวิธีทดสอบ - Carry-over ทำการเปรียบเทียบ peak area สารมาตรฐานกับ blank ในการฉีดติดต่อกัน - Signal/Noise ratio ดำเนินการในกรณีที่มี ความเข้มข้นต่ำหรือ related substance

1.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Solvent delivery system			
- Flow rate	Deviation: $\pm 5\%$	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: Volume metric flask (10 ml), Stopwatch หรือ Flow meter ที่มีใบรับรองการสอบเทียบ</p> <p>วิธีดำเนินการ: ทำการวัดอัตราการไหลโดยใช้ Volumetric flask นาฬิกาจับเวลา หรือ Flow meter ที่ผ่านการสอบเทียบ ใช้ degassed water เป็น mobile phase และปรับอัตราการไหลในช่วงการใช้งาน (0.5 – 3.0 ml/min) คำนวณอัตราการไหล เปรียบเทียบกับค่าที่กำหนด ทำการวัดโดยไม่ต่อ column กรณีผู้ผลิตระบุที่มี backpressure ให้ต่อ backpressure restriction device ตรงทางออกของปั๊มด้วย</p>
- Proportioning accuracy and precision (gradient test)	Absolute deviation: $\pm 2\%$ of the adjusted value	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: Volume metric flask (10 ml), Stopwatch หรือ Flow meter ที่มีใบรับรองการสอบเทียบ</p> <p>วิธีดำเนินการ: ตรวจสอบการทำงานของ Proportioning Valve โดยทดสอบ valve ทีละคู่ โดยใช้ degassed water และ degassed water ที่มี acetone 0.5% เป็น mobile phase ปรับอัตราการไหล 1 ml/min และใช้ Stainless steel capillary</p>

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
			ขนาด 200 x 0.12 mm แทน column โดยใช้ gradient program ขึ้นกับ Solvent channel ของเครื่อง และตรวจวัดโดย UV-Detector ที่ความยาวคลื่น 265 nm คำนวณสัดส่วนของ solvent เปรียบเทียบความแตกต่างกัน
2. Injector			
- Volume precision	RSD ≤ 1.0 %		วัสดุอ้างอิง: Methylparaben ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน methylparaben ใน mobile phase (methanol : water = 60 : 40) ความเข้มข้น 0.015 mg/ml จำนวน 6 ซ้ำ คำนวณค่า relative standard deviation ของ peak area หมายเหตุ สภาวะของเครื่องปฏิบัติตามการทดสอบ carry over
- Carry-over	% peak area ของ mobile phase (3) < 0.5 %	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Methylparaben ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลาย blank ตามด้วยสารละลายมาตรฐาน methylparaben ใน mobile phase (methanol : water = 60 : 40) ความเข้มข้น 0.15 mg/ml และฉีดสารละลาย blank คำนวณค่า response ตรงตำแหน่งของ peak ของ methylparaben สภาวะของเครื่อง <ul style="list-style-type: none"> - Mobile phase: methanol:water = 60:40 - Column: Lichrospher 100 RP8, 5 μm, 125 x 4 mm, without pre-column - Flow rate: 1.0 mL/min - Detection: 254 nm - injection volume: 20 μl
3. Autosampler			
- Temperature accuracy	± 3°C	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Temperature probe ที่มีใบรับรองการสอบเทียบ วิธีดำเนินการ: วัดอุณหภูมิในช่วงใช้งานโดยใช้ Temperature probe เปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่กำหนด ในการวัดดังกล่าวต้องดำเนินการในสภาวะที่อุณหภูมิของ autosampler คงที่

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
4. Oven or cooling device			
- Temperature accuracy	$\pm 2^{\circ}\text{C}$	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: Temperature probe ที่มีใบรับรองการสอบเทียบ</p> <p>วิธีดำเนินการ: ตั้งอุณหภูมิของ column oven ที่ 40°C รอให้อุณหภูมิคงที่ 30 นาที จึงวัดอุณหภูมิ โดยใช้ Temperature probe เปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่กำหนด</p>
5. UV/DAD detector			
- Linearity	$R^2 \geq 0.999$	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: Caffeine ที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน caffeine ใน methanol ความเข้มข้น $0.5 \mu\text{g/ml}$, $1.0 \mu\text{g/ml}$, $5.0 \mu\text{g/ml}$, $25.0 \mu\text{g/ml}$, $50.0 \mu\text{g/ml}$</p> <p>คำนวณค่าสหสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับ peak area สภาพของเครื่อง HPLC</p> <ul style="list-style-type: none"> - Column: RP-18 $5 \mu\text{m}$ $30\text{-}50 \times 2,1\text{-}4.6 \text{ mm}$ or capillary $2000 \text{ mm} \times 0.12 \text{ mm ID}$ - Mobile phase: methanol HPLC Grade - Oven temperature: 40°C - Flow rate: 1.0 ml/min (adjusted by using 100% methanol) - Detection: 273 nm - Injection volume: $20 \mu\text{l}$
- Wavelength accuracy	$\pm 2 \text{ nm}$	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: Caffeine, Anthracene ที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ:</p> <ul style="list-style-type: none"> - สำหรับ DAD ฉีดสารละลายมาตรฐาน caffeine ความเข้มข้น $50.0 \mu\text{g/ml}$ ปริมาตร $20 \mu\text{l}$ บันทึกค่าดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นสูงสุดที่ 272 nm และความยาวคลื่นต่ำสุดที่ 244 nm - สำหรับ UV/VIS ใช้สารละลายมาตรฐาน anthracene ในน้ำความเข้มข้น $1.0 \mu\text{g/ml}$ บันทึกค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นตั้งแต่ 248 nm ถึง 254 nm โดยเปลี่ยนความยาวคลื่นครั้งละ 1 nm ค่าดูดกลืนแสงที่สูงสุดที่ 251 nm

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
- Wavelength accuracy	± 2 nm	1 ครั้ง/ปี	สถานะของเครื่อง HPLC <ul style="list-style-type: none"> - Mobile phase: 15% acetonitrile in water - Column: RP18, 5 μm 30-50 x 2, 1-4.6 mm or capillary 2.0 m x 0.12 mm ID - Oven temperature: 40°C - Flow rate: 1.0 ml/min (adjusted by using 15% acetonitrile in water) - Detection: scan from 230 nm to 290 nm (DAD) - Injection volume: 20 μl
6. Fluorescence detector			
- Wavelength accuracy excitation	± 3 nm	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: - วิธีดำเนินการ: ล้าง cell 1 โดยการ Rinse ด้วย de-ionized water จำนวน 2 – 3 ครั้ง จากนั้นเติม de-ionized water ให้เต็ม cell จากนั้นปรับตั้งค่า Excitation wavelength ที่ 350 nm และบันทึกค่า Emission และหักลบค่า 397 nm (theoretical value)
- Wavelength accuracy emission	± 3 nm	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: - วิธีดำเนินการ: ล้าง cell โดยการ Rinse ด้วย de-ionized water จำนวน 2-3 ครั้ง จากนั้นเติม de-ionized water ให้เต็ม cell จากนั้นปรับตั้งค่า Emission wavelength ที่ 397 nm และบันทึกค่า Excitation และหักลบค่า 350 nm (theoretical value)
- Sensitivity	≤ 0.5 ppb	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Quinine HCL 2H ₂ O ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ : <ul style="list-style-type: none"> - ฉีดสารละลายมาตรฐาน Quinine HCl 2H₂O ความเข้มข้น 0.015 μg/ml (=15 ppb) เตรียมโดยใช้ mobile phase (ละลาย 6.8 g Potassium dihydrogen phosphate และ 3.0 g hexylamine ใน 700 ml of water, ปรับ pH 2.8 ด้วย dilute phosphoric acid, เติม 90 ml acetonitrile ปรับปริมาตรเป็น 1000.0 ml ด้วย water) ปริมาตร 10 μl และวัด peak height

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
			<ul style="list-style-type: none"> - นิตสารละลาย blank 10 μl และวัด peak height ของ noise. - คำนวณค่า Sensitivity โดย Factor = Peak height ของ quinine solutionหารด้วย 3 เท่าของ peak height จากสารละลาย blank Sensitivity = ความเข้มข้นของ quinine solution หารด้วย factor <p>สถานะของเครื่อง</p> <ul style="list-style-type: none"> - Mobile phase: Column: RP18, 5 μm, 250 x 4.6 mm - Flow rate: 1.2 ml/min - Excitation wavelength: 350 nm - Emission wavelength: 397 nm - Flow-cell volume: 8 μl

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐาน สถานะการทดสอบ และเกณฑ์ยอมรับ ที่ใช้อาจเปลี่ยนได้ขึ้นอยู่กับเครื่องมือ แต่ละบริษัทผู้ผลิต

1.3 การบำรุงรักษา

การติดตั้งเครื่อง HPLC ควรติดตั้งในห้องที่มีเครื่องปรับอากาศและปราศจากฝุ่น ควรติดตั้งเครื่องควบคุมความต่างศักย์ไฟฟ้า (Voltage stabilizer) และเครื่องสำรองไฟฟ้า (Uninterrupted Power Supply) การบำรุงรักษาเพื่อยืดอายุการใช้งานควรปฏิบัติ ดังนี้

- 1.3.1 ใช้ตัวทำละลายที่มีความบริสุทธิ์สูงเกรดเอชพีแอลซี (HPLC-grade) และให้ใช้น้ำกลั่น 3 ครั้งหรือน้ำที่มีคุณภาพเทียบเท่า mobile phase ไล่อากาศก่อนใช้งาน
- 1.3.2 ติดตั้งคอลัมน์ในระบบในทิศทางที่แสดงบนคอลัมน์ทุกครั้ง และควรดำเนินการในขณะที่มีอัตราการไหลของ mobile phase ต่ำ ๆ ประมาณ 0.1 มิลลิลิตรต่ออนาที เพื่อป้องกันฟองอากาศเข้าสู่คอลัมน์
- 1.3.3 ขณะใช้งาน ความดันของระบบไม่ควรสูงเกินขีดจำกัดความดันสูงสุดของคอลัมน์แต่ละชนิด
- 1.3.4 ค่าความเป็นกรด-เบส ของ mobile phase ไม่ควรสูงหรือต่ำเกินไปจากช่วงที่กำหนดไว้ของคอลัมน์แต่ละชนิด
- 1.3.5 การปรับเปลี่ยนเฟสเคลื่อนที่ดังกล่าวจะต้องใช้อัตราการไหลต่ำ ๆ ก่อนในช่วงแรก และค่อยๆ ปรับ เพื่อป้องกันความเสียหาย ของ silica และ pressure สูง
- 1.3.6 การปรับเปลี่ยนอัตราการไหลของ mobile phase จากต่ำไปสูง จะต้องดำเนินการเป็นขั้นตอนโดยเพิ่มที่ละ 0.1 มิลลิลิตรต่ออนาที จนถึงอัตราการไหลที่ต้องการ เพื่อยืดอายุการใช้งานของคอลัมน์และป้องกันการแตกตัวของ flow cell ในระบบตรวจวัดสัญญาณ

- 1.3.7 เมื่อเลิกใช้งาน ไม่ควรเก็บระบบของเครื่องมือและคอลัมน์ด้วยน้ำหรือบัฟเฟอร์ หรือตัวทำละลายที่มีคลอไรด์เป็นองค์ประกอบ เพราะจะเกิดตะไคร่ เชื้อรา หรือผลึกของเกลือ ซึ่งจะ ทำให้คอลัมน์หรือระบบของเครื่องอุดตัน หรือมีผลต่อการกัดกร่อน ทำให้สึกหรอได้
- 1.3.8 คอลัมน์ที่ไม่ใช้งานเป็นเวลานานๆ ควรถอดออกจากระบบและปิดปลายทั้งสองให้สนิท เพื่อป้องกันคอลัมน์แห้ง แล้วนำไปเก็บในที่ที่ไม่มีการสั่นสะเทือนและ/หรือมีอุณหภูมิสูงเกินไป

2. Liquid Chromatography-Mass Spectrometers

Liquid Chromatography-Mass Spectrometers เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีความแม่นยำสูง สามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงปริมาณ (Quantitative Analysis) และเชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis) ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของเครื่อง HPLC สำหรับแยกสารที่สนใจซึ่งละลายอยู่ใน ตัวทำละลาย และส่วนของ MS ซึ่งอาจจะเป็น Single Quadrupole (LC-MS) หรือ Triple Quadrupole (LC-MS/MS) ใช้สำหรับการวิเคราะห์สารที่ต้องการปริมาณต่ำมาก ๆ (ppb) และทราบถึงโครงสร้างทางเคมีได้ ทำให้ยืนยันผลได้ในตัวเอง การตรวจสอบ/สอบเทียบในส่วนของ Liquid Chromatography ให้ดำเนินการตรวจสอบตามเครื่อง HPLC ในข้อ 1 ส่วนการตรวจสอบ Mass spectrometers Detector ดำเนินการ โดยใช้ Certified reference standards, calibrated traceable thermometers และ calibrated digital flow meters ดังนี้

องค์ประกอบสำคัญของเครื่อง MS สามารถแบ่งออกเป็น

1. Ionization Source แบ่งออกเป็น 2 แบบ คือ Electro ionization (EI) และ Chemical ionization (CI)
2. Mass Analyzer หรือเครื่องวิเคราะห์มวล มีหลายแบบ เช่น Magnetic-sector analyzer, Electrostatic analyzer, Time-of-flight analyzer, Ion cyclotron resonance analyzer, Quadrupole mass spectrometer-Quadrupole Mass Spectrometer

2.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. การรั่วซึมของ ฟิตติ้ง (fitting)	ไม่มีการรั่วซึมของ เฟสของเคลื่อนที่ หรือครอบเกล็ดติด อยู่ตามข้อต่อต่างๆ	ทุกครั้ง ที่ใช้งาน	เปิดเครื่องทำงานตามวิธีการใช้เครื่องมือ และทำการ flow ให้ mobile phase ผ่านระบบและสังเกตดูการ รั่วซึมของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) โดยอาจมี คราบเกลือบบริเวณข้อต่อต่างๆ ดูว่ากระดาก ร่อง เปียกชื้นหรือไม่ หากพบการรั่วซึมทำการแก้ไขและ ทดสอบจนมั่นใจว่าไม่มีรั่วซึม
2. Tuning	ตามข้อกำหนดของ เครื่อง	ทุกครั้ง ที่ใช้งาน	วัตถุประสงค์: สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนของ แต่ละเครื่องมือของบริษัทผู้ผลิต วิธีดำเนินการ: ทำการ tune เครื่องเพื่อให้ได้ค่า resolution และ sensitivity ที่เหมาะสมที่สุดของ เครื่องโดยใช้ Automatic tune หรือ Manual tune โดยใช้สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนขึ้นกับเครื่อง แต่ละบริษัทผู้ผลิต

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
3. System suitability	<ul style="list-style-type: none"> - Peak response Precision: RSD \leq 2.0 % - Retention time precision: RSD \pm 5% - Signal/Noise ratio: \geq 3 - ตามข้อกำหนดของแต่ละวิธีทดสอบ 	ทุกครั้งที่ใช้งาน	<p>วัสดุอ้างอิง: สารมาตรฐานตามวิธีทดสอบที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ: ฉีดสารมาตรฐานตามวิธีทดสอบกำหนดจำนวน 5 ครั้ง ยกเว้นมีข้อกำหนดอื่นๆ คำนวณค่า Peak response precision และ Retention time precision สำหรับ Signal/Noise ration ดำเนินการในกรณีที่สามารถความเข้มข้นหรือ related substance</p>

2.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. การตรวจสอบระบบสุญญากาศ	ตามข้อกำหนดของเครื่อง	1 ครั้ง/ปี	ตรวจสอบระบบสุญญากาศตามคู่มือของผู้ผลิตแต่ละบริษัท
2. การตรวจสอบความถูกต้องของ Masses			
For positive mode:			
- Mass accuracy	m/z = 609 \pm 0.5	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: Reserpine ที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน Reserpine ความเข้มข้นขึ้นกับเครื่องมือและวิธีทดสอบ โดยทั่วไปใช้ความเข้มข้น 0.01 mg/ml ใน methanol/water = 60/40 โดยวิธี Direct infusion หรือ flow injection คำนวณค่า mass per charge (m/z)</p>
- Fragmentation of m/z = 609 without fragmentation energy	m/z = 609 \pm 0.5		ตรวจสอบเฉพาะเครื่องที่ต่อเป็น MS/MS
- Fragmentation of m/z = 609 with fragmentation energy	m/z = 448 \pm 0.5 (most intense fragment)		ตรวจสอบเฉพาะเครื่องที่ต่อเป็น MS/MS
For negative mode:			
- Mass accuracy	m/z = 357 \pm 0.5	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: Acid Red 4 ที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน Acid Red 4 ความเข้มข้นขึ้นกับเครื่องมือและวิธีทดสอบ โดยทั่วไปใช้ความเข้มข้น 0.01 mg/mL ใน methanol/water = 60/40 โดยวิธี Direct infusion หรือ flow injection คำนวณค่า mass per charge (m/z)</p>

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
- Fragmentation of m/z = 357 without fragmentation energy	m/z = 357 ± 0.5	1 ครั้ง/ปี	ตรวจสอบเฉพาะเครื่องที่ต่อเป็น MS/MS
- Fragmentation of m/z = 357 with fragmentation energy	m/z = 170 ± 0.5 (most intense fragment)	1 ครั้ง/ปี	ตรวจสอบเฉพาะเครื่องที่ต่อเป็น MS/MS
3. Response Linearity	$r^2 \geq 0.9800$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Sulfa drug mix (four sulfonamide drugs) ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน sulfa drug mix ความเข้มข้นครอบคลุมช่วงการทดสอบอย่างน้อย 5 ความเข้มข้น หาค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นสารมาตรฐาน response ที่ได้
4. Injection Precision	RSD ≤ 10.0%	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Sulfa drug mix (four sulfonamide drugs) ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน sulfa drug mix จำนวน 6 ซ้ำ คำนวณค่า Peak response precision
5. Injection Carry Over	≤ 1 %	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Sulfa drug mix (four sulfonamide drugs) ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลาย blank ตามด้วยสารละลายมาตรฐาน Sulfa drug mix ที่มีความเข้มข้นสูงสุด ตามด้วยการฉีดสารละลาย blank คำนวณค่า response ตรงตำแหน่งของ peak ของ sulfa drugs
6. Signal to Noise	≥ 20	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง : Reserpine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ : ฉีดสารละลายมาตรฐาน Reserpine และสารละลาย blank คำนวณค่า signal to noise ของ peak response ที่ได้

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐาน สภาวะการทดสอบ และเกณฑ์ยอมรับ ที่ใช้อาจเปลี่ยนแปลงขึ้นกับเครื่องมือแต่ละบริษัทผู้ผลิต

2.3 การบำรุงรักษา

2.3.1 การบำรุงรักษาส่วนของ LC-MS ให้ดำเนินการตามข้อ 1.3 ของ HPLC

2.3.2 การบำรุงรักษาส่วนของ Mass spectrometer ดำเนินการ ดังนี้

2.3.2.1 ระบบสูญญากาศ ประกอบไปด้วย Rotary pump ซึ่งจะต้องบำรุงรักษาโดยจะต้องเปลี่ยนถ่ายน้ำมันในส่วน Source pump และ Inlet ทุก 1 ปี หรือถี่กว่านั้นหากโปรแกรมแจ้งระดับแรงดันสูงขึ้น และ Analyzer pump ทุก 2 ปี

2.3.2.2 ระบบหล่อเย็น ใช้ในการรักษาอุณหภูมิของแม่เหล็กให้คงที่และไม่ร้อน อีกทั้งยังใช้ในการหล่อเย็น TMP และ probe อีกด้วย การบำรุงรักษาจะต้องเปลี่ยนและเติมน้ำ ทุก 1 ปี และต้องเป่าฝุ่นตรงครีบบระบายความร้อน เพื่อให้การระบายความร้อนทำได้โดยสะดวก

2.3.2.3 ควรทำความสะอาด Ion source ทุก 1 ปี หรือตามความถี่ของการใช้งานและตัวอย่างที่ใช้

3. Ultra Performance Liquid Chromatograph

Ultra Performance Liquid Chromatograph (UPLC) เป็นเทคนิคแยกสารและวิเคราะห์ปริมาณสารที่พัฒนามาจากเทคนิค HPLC เพื่อลดข้อจำกัดบางประการของ HPLC เช่น ความสามารถในการแยกกันของสาร (Resolution) ที่มีคาร์เท็นชันไทม์ (Retention time) ใกล้กันแยกกันได้ไม่ดี ความไวในการวิเคราะห์สารต่ำ ใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน โดยมีการพัฒนาในส่วนของขนาดอนุภาคสารที่บรรจุในคอลัมน์ที่ทำหน้าที่เป็นเฟสคงที่ (stationary phase) ที่มีอนุภาคเล็กลง ลดความยาวของคอลัมน์ และสามารถเพิ่มอัตราการไหล (flow rate) ของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) การใช้ขนาดอนุภาคสารที่เล็กลงบรรจุในคอลัมน์จะส่งผลให้เกิดความดันสูงระหว่างที่เฟสเคลื่อนที่ไหลผ่านคอลัมน์ ดังนั้นจึงต้องใช้ Pump ที่มีความแข็งแรงทนต่อสภาพความดันสูง และใช้เครื่องตรวจวัด (Detector) ได้หลายชนิด ได้แก่ Tunable Ultraviolet Detector (TUV), Photodiode Array Detector (PAD), Evaporative Light Scattering Detector (ELS) การตรวจสอบเครื่อง UPLC ต้องตรวจสอบในส่วนต่างๆ ได้แก่ Solvent system manager, Sample manager, column heater และ Detector

3.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. การรั่วซึมของฟิตติ้ง (fitting)	ไม่มีการรั่วซึมของเฟสเคลื่อนที่ หรือคราบเกลือติดอยู่ตามข้อต่อต่างๆ	ทุกครั้งที่ใช้งาน	- เปิดเครื่องทำงานตามวิธีการใช้เครื่องมือ และทำการ flow ให้ mobile phase ผ่านระบบ - สังเกตดูการรั่วซึมของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) โดยอาจมีคราบเกลือบริเวณข้อต่อ หรือใช้กระดาษกรองดูดซับตะขั่วข้อต่อต่างๆ ดูว่ากระดาษกรองเปียกชื้นหรือไม่ หากพบการรั่วซึมแก้ไขและทดสอบซ้ำจนมั่นใจว่าไม่มีการรั่วซึม

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
2. System suitability	<ul style="list-style-type: none"> - Peak area precision: RSD \leq 2.0 % - Retention time precision: RSD \leq 5 % - Resolution: > 2 หรือตามวิธีทดสอบ - Carry-over: \leq 0.2 % - Signal/Noise ratio: \geq 3 	ทุกครั้งที่ใช้งาน	<p>วัสดุอ้างอิง: สารมาตรฐานวิธีทดสอบที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ:</p> <ul style="list-style-type: none"> - ฉีดสารละลายมาตรฐานตามวิธีทดสอบกำหนด คำนวณค่า Peak area precision และ Retention time precision - Carry-over ทำการเปรียบเทียบของ peak สารมาตรฐานกับ blank ในการฉีดติดต่อกัน - Signal/Noise ratio ดำเนินการในกรณีที่สามารถมีความเข้มต่ำหรือ related substance

3.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Solvent delivery system			
- Flow rate accuracy	\pm 1 %	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: Volume metric flask (10 ml), Stopwatch หรือ Flow meter ที่มีใบรับรองการสอบเทียบ</p> <p>วิธีดำเนินการ: ต่อระบบโดยใช้ท่อ stainless หรือ pressure restriction device ที่มีความสามารถทน backpressure ระหว่าง 500 -700 psi ตรงทางออกของปั๊ม ทำการวัดอัตราการไหลโดยใช้ volumetric flask นาฬิกาจับเวลา หรือ Flow meter ที่ผ่านการสอบเทียบใช้ degassed water เป็น mobile phase และปรับอัตราการไหลในช่วงการใช้งาน (0.5 ml/min) คำนวณอัตราการไหลเปรียบเทียบกับค่าที่กำหนด</p>
2. Sample heater/cooler			
- Temperature accuracy	\pm 1.0°C	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: Temperature probe ที่มีใบรับรองการสอบเทียบ</p> <p>วิธีดำเนินการ: ตั้งอุณหภูมิของ Sample heater/cooler ที่อุณหภูมิใช้งาน 40°C รอให้อุณหภูมิคงที่ 30 นาที จึงวัดอุณหภูมิ โดยใช้ Temperature probe เปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่กำหนด</p>

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
3. Column heater/cooler			
- Temperature accuracy	$\pm 1.0^{\circ}\text{C}$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Temperature probe ที่มีใบรับรองการสอบเทียบ วิธีดำเนินการ: ตั้งอุณหภูมิของ Sample heater/cooler ที่อุณหภูมิใช้งาน 40°C รอให้อุณหภูมิคงที่ 30 นาที จึงวัดอุณหภูมิ โดยใช้ Temperature probe เปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่กำหนด
4. System Performance			
- System precision	<ul style="list-style-type: none"> - RSD of Peak area $\leq 0.75\%$ of Peak area - RSD of Peak height $\leq 2.4\%$ - SD of peak RT ≤ 1.5 seconds 	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Caffeine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน caffeine ใน acetonitrile : water (10 : 90) ความเข้มข้น 0.48 mg/ml จำนวน 6 ซ้ำ คำนวณค่า relative standard deviation ของ peak response และ standard deviation ของ retention time (RT)
- Wavelength accuracy	$\pm 2\text{ nm}$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Caffeine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน caffeine ใน acetonitrile : water (10:90) ความเข้มข้น 0.48 mg/ml ดูค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 205.0 nm และ 273.0 nm
- Detector linearity and sensitivity	<ul style="list-style-type: none"> - $r^2 \geq 0.9990$ - RSD of peak area/amount $\leq 3.5\%$ - RSD of peak height/amount $\leq 4.5\%$ 	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Caffeine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน caffeine ใน acetonitrile : water (10:90) ความเข้มข้น 0.03, 0.09, 0.12, 0.15, 0.24, 0.30, 0.48 mg/ml หาค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ peak response กับปริมาณ caffeine และคำนวณค่า relative standard deviation ของ peak response ต่อปริมาณ caffeine
- Injector linearity and sensitivity	<ul style="list-style-type: none"> - $r^2 \geq 0.9990$ - X intercept $\leq 0.2\ \mu\text{l}$ 	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Caffeine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน caffeine ใน acetonitrile : water (11:90) ความเข้มข้น 0.09 mg/ml ปริมาตร 2.0, 3.0, 5.0 และ 6.0 μl หาค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของ peak response กับปริมาตรที่ฉีด และค่าตัดแกน X (X-intercept)

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
- Detector noise and drift	- Drift < 10 mAU/Hr - Noise < 60 micro AU	1 ครั้ง/ปี	ทำการ run เครื่องโดยใช้ mobile phase (water : acetonitrile = 90 : 10) อัตราการไหล 0.6 ml/min บันทึก chromatogram ที่ความยาวคลื่น 254 nm โดยมีความละเอียดของการบันทึกข้อมูล 2 points/second และใช้เวลาบันทึก 15 นาที คำนวณค่า noise และ drift
- Flow rate linearity	$r^2 \geq 0.990$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Caffeine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน caffeine ใน acetonitrile : water (10:90) ความเข้มข้น 0.48 mg/ml ปริมาตร 2.0 μ l โดยการปรับอัตราการไหลของ mobile phase ตั้งแต่ 0.1, 0.2 , 0.4 และ 0.6 ml/min หาค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของอัตราการไหลกับ reciprocal of retention time (1/RT)
- Carryover	peak response < 0.005%	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Caffeine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลาย blank ตามด้วยสารละลายมาตรฐาน caffeine ใน acetonitrile: water (10:90) ความเข้มข้น 0.2 ppm และฉีดสารละลาย blank คำนวณค่า response ตรงตำแหน่งของ peak ของ caffeine
- Gradient performance qualification	$SD \leq 1.0$ seconds	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: สารละลายผสมของ 2-acetylfuran, acetanilide, acetophenone, propiophenone, benzophenone, valerophenone และ butyl paraben ใน acetonitrile : water (10 : 90) ความเข้มข้น 12.0 μ g/ml ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน 2-acetylfuran, acetanilide, acetophenone, propiophenone, benzophenone, valerophenone และ butyl paraben ใน acetonitrile : water (10:90) ความเข้มข้น 12.0 μ g/ml ปริมาตร 2 μ l จำนวน 6 ซ้ำ คำนวณค่า standard deviation ของ retention time ของแต่ละ peak ของสารแต่ละชนิด

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐาน สภาวะการทดสอบ และเกณฑ์ยอมรับ ที่ใช้อาจเปลี่ยนได้ขึ้นกับเครื่องมือแต่ละบริษัทผู้ผลิต

3.3 การบำรุงรักษา

- 3.3.1 การติดตั้งเครื่อง UPLC ควรติดตั้งในห้องที่มีเครื่องปรับอากาศและปราศจากฝุ่น ควรติดตั้งเครื่องควบคุมความต่างศักย์ไฟฟ้า (Voltage stabilizer) และเครื่องสำรองไฟฟ้า (Uninterrupted Power Supply)
- 3.3.2 ใช้ตัวทะเลลายที่มีความบริสุทธิ์สูงเกรดเอชพีแอลซี (HPLC- grade) และให้ใช้น้ำกลั่น 3 ครั้งหรือน้ำที่มีคุณภาพเทียบเท่า mobile phase ไล่อากาศก่อนใช้งาน
- 3.3.3 ติดตั้งคอลัมน์ในระบบในทิศทางที่แสดงบนคอลัมน์ทุกครั้ง และควรดำเนินการในขณะที่มีอัตราการไหลของ mobile phase ต่ำ ประมาณ 0.1 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อป้องกันฟองอากาศเข้าสู่คอลัมน์
- 3.3.4 ขณะใช้งาน ความดันของระบบไม่ควรสูงเกินขีดจำกัดความดันสูงสุดของคอลัมน์แต่ละชนิด
- 3.3.5 ค่าความเป็นกรด-เบส ของ mobile phase ไม่ควรสูงหรือต่ำเกินไปจากช่วงที่กำหนดไว้ของคอลัมน์แต่ละชนิด
- 3.3.6 การปรับเปลี่ยนเฟสเครื่องที่ตั้งกล่าวจะต้องใช้อัตราการไหลต่ำๆ ก่อนในช่วงแรก และค่อยๆปรับ เพื่อป้องกันความเสียหาย ของ silica และ pressure สูง
- 3.3.7 การปรับเปลี่ยนอัตราไหลของ mobile phase จากต่ำไปสูง จะต้องดำเนินการเป็นขั้นตอนโดยเพิ่มทีละ 0.1 มิลลิลิตรต่อนาที จนถึงอัตราการไหลที่ต้องการ เพื่อยืดอายุการใช้งานของคอลัมน์และป้องกันการแตกตัวของ flow cell ในระบบตรวจวัดสัญญาณ
- 3.3.8 เมื่อเลิกใช้งาน ไม่ควรเก็บระบบของเครื่องมือและคอลัมน์ด้วยน้ำหรือบัฟเฟอร์ หรือตัวทะเลลายที่มีคลอไรด์เป็นองค์ประกอบ เพราะจะเกิดตะไคร่ เชื้อรา หรือผลึกของเกลือ ซึ่งจะทำให้คอลัมน์หรือระบบของเครื่องอุดตัน หรือมีผลต่อการกัดกร่อน ทำให้สึกหรอได้
- 3.3.9 คอลัมน์ที่ไม่ใช้งานเป็นเวลานานๆ ควรถอดออกจากระบบแล้วปิดปลายทั้งสองให้สนิท เพื่อป้องกันคอลัมน์แห้ง แล้วนำไปเก็บในที่ที่ไม่มีการสัมผัสอากาศและ/หรือมีอุณหภูมิสูงเกินไป

4. Ultra Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometers

Ultra Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometers (UPLC-MS/MS) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีความแม่นยำสูง สามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงปริมาณ (Quantitative Analysis) และเชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis) ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ UPLC สำหรับแยกสารที่สนใจซึ่งละลายอยู่ในสารละลายผสม และ MS เป็น Detector ระบบ Triple Quadrupole ใช้สำหรับการวิเคราะห์สารที่ต้องการปริมาณต่ำมากๆ (ppb) และทราบถึงโครงสร้างทางเคมีได้ ทำให้ยืนยันผลได้ในตัวอย่าง การตรวจสอบ/สอบเทียบในส่วนของ UPLC ให้ดำเนินการตรวจสอบตามเครื่อง UPLC ในข้อ 3. และตรวจสอบในส่วนของ Mass Spectrometer ดังนี้

4.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. การรื้อซิมของฟิตติ้ง (fitting)	ไม่มีการรื้อซิมของเฟสเคลื่อนที่ หรือคราบเกลือติดอยู่ตามข้อต่อต่างๆ	ทุกครั้งที่ใช้งาน	เปิดเครื่องทำงานตามวิธีการใช้เครื่องมือ และทำการ flow ให้ mobile phase ผ่านระบบและสังเกตดูการรื้อซิมของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) โดยอาจมีคราบเกลือบริเวณข้อต่อ หรือใช้กระดาษกรองดูดซับตะขี้ต่อต่างๆ ดูว่ากระดาษกรองเปียกชื้นหรือไม่ หากพบการรื้อซิมทำการแก้ไขและทดสอบซ้ำจนมั่นใจว่าไม่มีการรื้อซิม
2. Tuning	ตามข้อกำหนดเครื่อง	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัตถุประสงค์: สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนของแต่ละเครื่องมือของบริษัทผู้ผลิต วิธีดำเนินการ: ทำการ Tune เครื่องเพื่อให้ได้ค่า resolution และ sensitivity ที่เหมาะสมที่สุดของเครื่อง โดยใช้ Automatic tune หรือ Manual tune โดยใช้สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนขึ้นกับเครื่องแต่ละบริษัทผู้ผลิต
3. System suitability	<ul style="list-style-type: none"> - Peak area precision: $RSD \leq 2.0 \%$ - Retention time precision: $RSD \leq 5 \%$ - Resolution: > 2 หรือตามวิธีทดสอบ - Carry-over : $\leq 0.2 \%$ - Signal/Noise ratio : ≥ 3 	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัตถุประสงค์: สารมาตรฐานตามวิธีทดสอบที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: <ul style="list-style-type: none"> - ฉีดสารละลายมาตรฐานตามวิธีทดสอบกำหนดคำนวณค่า Peak area precision และ Retention time precision - Carry-over ทำการเปรียบเทียบของ peak สารมาตรฐานกับ blank ในการฉีดติดต่อกัน - Signal/Noise ration ดำเนินการในกรณีที่มีสารมีความเข้มข้นต่ำหรือ related substance

4.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. การตรวจสอบระบบสุญญากาศ	ตามข้อกำหนดของเครื่อง	1 ครั้ง/ปี	ตรวจสอบระบบสุญญากาศตามคู่มือของผู้ผลิตแต่ละบริษัท
2. การตรวจสอบความถูกต้องของ Masses For positive mode:			
- Mass accuracy	$m/z = 609 \pm 0.5$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Reserpine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน Reserpine ความเข้มข้นขึ้นกับเครื่องมือและวิธีทดสอบ โดยทั่วไปใช้ความเข้มข้น 0.01 mg/ml ใน methanol/water = 60/40 โดยวิธี Direct infusion หรือ flow injection คำนวณค่า mass per charge (m/z)
- Fragmentation of $m/z = 609$ without fragmentation energy	$m/z = 609 \pm 0.5$		ตรวจสอบเฉพาะเครื่องที่ต่อเป็น MS/MS
- Fragmentation of $m/z = 609$ with fragmentation energy	$m/z = 448 \pm 0.5$ (most intense fragment)		ตรวจสอบเฉพาะเครื่องที่ต่อเป็น MS/MS
For negative mode:			
- Mass accuracy	$m/z = 357 \pm 0.5$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Acid Red 4 ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน Acid Red 4 ความเข้มข้นขึ้นกับเครื่องมือและวิธีทดสอบ โดยทั่วไปใช้ความเข้มข้น 0.01 mg/mL ใน methanol/water = 60/40 โดยวิธี Direct infusion หรือ flow injection คำนวณค่า mass per charge (m/z)
- Fragmentation of $m/z = 357$ without fragmentation energy	$m/z = 357 \pm 0.5$	1 ครั้ง/ปี	ตรวจสอบเฉพาะเครื่องที่ต่อเป็น MS/MS
- Fragmentation of $m/z = 357$ with fragmentation energy	$m/z = 170 \pm 0.5$ (most intense fragment)	1 ครั้ง/ปี	ตรวจสอบเฉพาะเครื่องที่ต่อเป็น MS/MS

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
3. Response Linearity	$r^2 \geq 0.9800$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Sulfa drug mix (four sulfonamide drugs) ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน sulfa drug mix ความเข้มข้นครอบคลุมช่วงการทดสอบอย่างน้อย 5 ความเข้มข้น หาค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นสารมาตรฐาน response ที่ได้
4. Injection Precision	$RSD \leq 10.0\%$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Sulfa drug mix (four sulfonamide drugs) ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน sulfa drug mix จำนวน 6 ซ้ำ คำนวณค่า Peak response precision
5. Injection Carry Over	$\leq 1\%$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Sulfa drug mix (four sulfonamide drugs) ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ : ฉีดสารละลาย blank ตามด้วยสารละลายมาตรฐาน Sulfa drug mix ที่มีความเข้มข้นสูงสุด ตามด้วยการฉีดสารละลาย blank คำนวณค่า response ตรงตำแหน่งของ peak ของ sulfa drugs
6. Signal to Noise	≥ 20	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: Reserpine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐาน Reserpine และสารละลาย blank คำนวณค่า signal to noise ของ peak response ที่ได้

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐาน สภาวะการทดสอบ และเกณฑ์ยอมรับ ที่ใช้อาจเปลี่ยนได้ขึ้นกับเครื่องมือแต่ละบริษัทผู้ผลิต

4.3 การบำรุงรักษา

4.3.1 การบำรุงรักษาส่วนของ UPLC-MS/MS ให้ดำเนินการตาม ข้อ 3.3 ของ UPLC

4.3.2 การบำรุงรักษาส่วนของ Mass spectrometer ดำเนินการ ดังนี้

4.3.2.1 ระบบสุญญากาศ ประกอบไปด้วย Rotary pump ซึ่งจะต้องบำรุงรักษาโดยจะต้องเปลี่ยนถ่ายน้ำมันในส่วน Source pump และ Inlet ทุก 1 ปี หรือถี่กว่านั้นหากโปรแกรมแจ้งระดับแรงดันสูงขึ้น และ Analyzer pump ทุก 2 ปี

4.3.2.2 ระบบหล่อเย็น ใช้ในการรักษาอุณหภูมิของแม่เหล็กให้คงที่และไม่ร้อน อีกทั้งยังใช้ในการหล่อเย็น TMP และ probe อีกด้วย การบำรุงรักษาจะต้องเปลี่ยนและเติมน้ำ ทุก 1 ปี และต้องเป่าฝุ่นตรงครีบบระบายความร้อน เพื่อให้การระบายความร้อนทำได้โดยสะดวก

4.3.2.3 ควรทำความสะอาด Ion source ทุก 1 ปี หรือตามความถี่ของการใช้งานและตัวอย่างที่ใช้

5. Gas Chromatography

Gas Chromatography (GC) เป็นเทคนิคใช้สำหรับแยกสารผสมที่มีคุณสมบัติที่สามารถเป็นแก๊สได้ โดยใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นแก๊สเช่นกันแต่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารผสม เช่น ฮีเลียม ทำหน้าที่เป็นตัวพา (Carrier) สารผสมส่วนเฟสอยู่กับที่อาจจะเป็นของแข็งหรือของเหลวที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์ เมื่อทั้งตัวพาและสารผสมเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์นี้ เฟสอยู่กับที่ในคอลัมน์จะดึงดูดด้วยแรงดึงดูดไฟฟ้าสถิตตามความเป็นขั้วของสารกับโมเลกุลในสารผสมทำให้องค์ประกอบในสารผสมถูกพาไปด้วยอัตราเร็วที่ต่างกัน สารผสมก็จะแยกออกจากกัน องค์ประกอบหลักที่สำคัญของเครื่อง GC สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ส่วน คือ

1. Injector คือ ส่วนที่ใช้สารฉีดเข้าสู่เครื่องมือ และระเหยกลายเป็นไอก่อนที่จะเข้าสู่ column อุณหภูมิที่เหมาะสมของ injector ควรเป็นอุณหภูมิที่สูงพอที่จะทำให้ตัวอย่างระเหยได้แต่ต้องไม่ทำให้สารสลายตัว เช่น Split, Splitless injector, On column injector เป็นต้น

2. Oven คือ ส่วนที่ใช้สำหรับบรรจุ column และเป็นส่วนที่ควบคุมอุณหภูมิของ column ให้เปลี่ยนไปตามความเหมาะสมกับวิธีการที่ต้องการวิเคราะห์สารผสม การควบคุมอุณหภูมิของ oven นั้นมี 2 แบบ คือ Isothermal จะใช้อุณหภูมิเดียวตลอดการวิเคราะห์ และแบบ Temperature program จะสามารถเปลี่ยนอุณหภูมิได้ในระหว่างการวิเคราะห์ มักจะนิยมใช้กับสารผสมที่มีช่วงของจุดเดือดกว้าง ทำให้ chromatogram ที่ได้มี peak shape ไม่ broad และยังช่วยลดเวลาในการวิเคราะห์

3. Detector คือส่วนที่ใช้สำหรับตรวจวัดองค์ประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และดูว่าสารตัวอย่างที่สนใจมีปริมาณอยู่เท่าใด มีหลายชนิดตามความเหมาะสม ดังนี้

- Flame ionization Detector (FID) เหมาะสำหรับตรวจวัดสารที่มี C-H bonds ในโมเลกุลหรือที่เรียกว่าเป็นสารอินทรีย์ (Organic compounds)
- Thermal Conductivity Detector (TCD) มี filament ที่มีการให้กระแสไฟฟ้าคงที่ และจะเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงของกระแสไฟฟ้า filament ใน reference cell และ sample cell การเปลี่ยนแปลงนี้将有ความสัมพันธ์กับ ค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนของสารที่ต้องการวิเคราะห์กับค่าสัมประสิทธิ์นำความร้อนของ carrier gas ทำให้ detector ชนิดนี้สามารถตรวจสอบได้ทุกชนิดยกเว้นตัวแก๊ส ที่ใช้เป็น carrier gas
- Nitrogen Phosphorous Detector (NPD) เป็นเครื่องตรวจวัดที่ใช้ตรวจวัดเฉพาะสารอินทรีย์ที่มี nitrogen หรือ phosphorous เป็นองค์ประกอบ โดยสารตัวอย่างจะถูกเผาใน plasma ที่เกิดจาก rubidium bead ที่ถูกกระตุ้นด้วย hydrogen และ air ทำให้สารที่มี nitrogen หรือ phosphorous กลายเป็นไอออน
- Flame Photometric Detector (FPD) สารที่มี sulfur หรือ phosphorous ในองค์ประกอบ เมื่อถูกเผาใน hydrogen/air flame จะให้แสงในช่วงคลื่นเฉพาะ แสงนี้จะผ่าน monochromatic filter ไปยัง photomultiplier tube เพื่อทำการตรวจวัด
- Electron Capture Detector (ECD) เป็น detector เฉพาะที่ใช้วัด electrophilic compounds อย่างเช่น halogens, nitrates และ conjugated carbonyls

5.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
System suitability	- Peak area precision: RSD \leq 2.0 % - Retention time precision: RSD \leq 5 %	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัตถุประสงค์: สารมาตรฐานตามวิธีทดสอบที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลายมาตรฐานตามวิธีทดสอบกำหนดค่า Peak area precision และ Retention time precision
	- Resolution: > 2 หรือตามวิธีทดสอบ - Carry-over: \leq 0.2 % - Signal/Noise ratio : \geq 3	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัตถุประสงค์: สารมาตรฐานตามวิธีทดสอบที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: Carry-over ทำการเปรียบเทียบของ peak สารมาตรฐานกับ blank ในการฉีดติดต่อกัน Signal/Noise ration ดำเนินการในกรณีที่สามารถมีความเข้มต่ำหรือ related substance

5.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Inlet system			
- Injector leak test	- Pressure drop \leq 15 kPa within 5 minutes	1 ครั้ง/ปี	1. ตรวจสอบตามคู่มือของผู้ผลิต หรือ 2. ตรวจสอบตามวิธี ดังนี้ - ถอด column ออกจาก injector และปิดส่วนที่เป็น injector outlet ด้วย sealed cap - ปิด septum purge และ bypass - ปรับ flow และ pressure controller ให้สูงสุดเท่าที่จะปรับได้ - ปรับ flow controller ให้เป็น "0" - อ่านค่า pressure หลังจากการปรับ flow controller ประมาณ 1 นาที - ทิ้งไว้ 5 นาที อ่านค่า pressure อีกครั้ง

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
- Pressure/ flow accuracy and stability	- Retention time repeatability: RSD \leq 2.0% - Peak area precision: RSD \leq 3.0%	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: 1 - Octanol ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: Split mode: ฉีดสารละลายมาตรฐาน 1% (v/v) 1-octanol ใน n-hexane จำนวน 6 ครั้ง คำนวณค่า relative standard deviation ของ peak areas and retention times สภาวะเครื่อง: - Column: SPB-1 (30 mm ID x 0.25 μ m film) - Carrier gas: He - Velocity: 25 cm/sec - Split: 1:100 - Injection: 1 μ l - Injector temperature: 220 $^{\circ}$ C - Oven temperature: 100 $^{\circ}$ C isotherm - Detector temperature: 300 $^{\circ}$ C - Runtime: 8 min Split less mode: ตรวจสอบโดยใช้ 0.01% (v/v) 1- octanol in n-hexane สภาวะเครื่อง: - Column: SPB-1, 30 m, 0.32mm ID, 0.25 μ m film - Carrier: He - Velocity: 30 cm/sec - Split less injection: purge valve closed during 2 min - Injection: 0.02 μ l of the test solution
- Pressure/flo w accuracy and stability	- Retention time repeatability: RSD \leq 2.0% - Peak area precision: RSD \leq 3.0%	1 ครั้ง/ปี	สภาวะเครื่อง: - Injector Temperature: 220 $^{\circ}$ C - Oven Temperature: initial 60 $^{\circ}$ C for 4 min, 15 $^{\circ}$ C/min. up to 135 $^{\circ}$ C, final time 1 min - Detector temperature: 300 $^{\circ}$ C - Runtime: 9.5 min - Retention time of 1-octanol: about 8 min
- Injector temperature accuracy and stability	- Retention time (RT) precision: RSD \leq 2.0%	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: n-Nonane และ Hexadecane ที่มี ใบรับรอง วิธีดำเนินการ: รอให้เครื่องอยู่ในสภาวะพร้อมทำงาน แล้วทำการฉีดสารละลาย bland (Tetradecane) และ ตามด้วยสารละลาย 1.0% (W/W) n-Nonane และ

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
	- Retention time (RT) accuracy: ± 0.2 นาที		Hexadecane ใน Tetradecane จำนวน 6 ซ้ำ คำนวณค่า relative standard deviation ของ retention time และ retention time accuracy (RT ของ n-Nonane ระหว่าง 1.3-1.7 นาที, Tetradecane ระหว่าง 4.0-4.7 นาที และ Hexadecane ระหว่าง 5.1-6.0 นาที) สภาวะเครื่อง: <ul style="list-style-type: none"> - Column: Ultra - 1 (25m x 0.32 mm ID x 0.52 μm film) - Injection volume: 1 μl - Solvent: Tetradecane - Oven temperature: 110°C - Gradient programme: 110°C, 20°C/min, 180°C (final time: 3.5 min) - Detector temperature: 250°C
- Injector temperature accuracy and stability	- Retention time (RT) precision: RSD $\leq 2.0\%$ - Retention time (RT) accuracy: ± 0.2 นาที	1 ครั้ง/ปี	สภาวะเครื่อง: <ul style="list-style-type: none"> - Injector temperature: 200°C - Detector: FID - Flow rates: Carrier gas (Helium): 2 ± 0.2 mL/min - Hydrogen: 30 ± 1.0 mL/min - Air: 400 ± 20.0 mL/min - Makeup (Nitrogen): 28 ± 1.0 mL/min - Split ratio: 15 - Split vent: 30 ± 3.0 mL/min - Septum purge: 3-5 mL/min
- Injector carry-over	$\leq 0.2\%$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: 1-Octanol ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดสารละลาย blank (n-hexane) ตามด้วยการฉีดสารละลาย 1% (v/v) 1-octanol in n-hexane และฉีดสารละลาย blank (n-hexane) และเปรียบเทียบ peak ที่เกิดขึ้นจากการฉีดสารละลาย n-hexane สภาวะเครื่อง : ตาม detector linearity

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
2. Oven			
- Repeatability of oven	RSD of RT ≤ 2.0%	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: n-Nonane และ Hexadecane ที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ: รอให้เครื่องอยู่ในสภาวะพร้อมทำงานแล้วทำการฉีดสารละลาย blank (Tetradecane) และตามด้วยสารละลาย 1.0% (W/W) n-Nonane และ Hexadecane ใน Tetradecane จำนวน 6 ซ้ำ คำนวณค่า relative standard deviation ของ retention time (RT) ของ n-Nonane และ Hexadecane</p> <p>สภาวะเครื่อง:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Column: Ultra-1 (25m x 0.32mm ID x 0.52 μm film) - Injection volume: 1 μl - Solvent: Tetradecane - Oven temperature: 110°C - Gradient programme: 110°C, 20°C/min, 180°C (final time: 3.5 min) - Detector temperature: 250°C - Injector temperature: 200°C - Detector: FID - Flow rates: Carrier gas (Helium): 2 \pm 0.2 mL/min - Hydrogen: 30 \pm 1.0 mL/min - Air: 400 \pm 20.0 mL/min - Makeup (Nitrogen): 28 \pm 1.0 mL/min - Split ratio: 15 - Spilt vent: 30 \pm 3.0 mL/min - Septum purge: 3-5 mL/min
3. Detector			
- Detector linearity	$r^2 \geq 0.999$	1 ครั้ง/ปี	<p>Split mode: ตรวจสอบโดยใช้สารละลาย 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1% (v/v) 1-octanol in n-hexane</p> <p>สภาวะเครื่อง:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Column: SPB-1 (30m x 0.30mm ID x 0.25μm film) - Carrier gas: He - Velocity: 25 cm/sec

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
- Detector linearity	$r^2 \geq 0.999$	1 ครั้ง/ปี	<p>สถานะเครื่อง:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Split: 1:100 - Injection: 1 μl - Injector temperature: 220°C - Oven temperature: 100°C isotherm - Detector temperature: 100°C isotherm - Detector temperature: 300°C - Runtime: 8 min - Retention time of 1-octanol: about 5 min <p>Split less mode: ตรวจสอบโดยใช้สารละลาย 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1% (v/v) 1-octanol in n-hexane</p> <p>สถานะเครื่อง:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Column: SPB-1, 30m, 0.32mm ID, 0.25μm film - Carrier: He - Velocity: 30cm/sec - Split less injection: purge valve closed during 2 min - Injection: 0.2 μl of the test solution - Injector Temperature: 220°C - Oven Temperature: Initial 60°C for 4 min, 15°C/min. up to 135°C, final time 1 min - Detector temperature: 300°C - Runtime: 9.5 min
- Detector noise test	น้อยกว่า 2 % of full scale หรือตาม คู่มือการตรวจสอบ คุณสมบัติของเครื่อง	1 ครั้ง/ปี	ตั้งสถานะเครื่องตามคู่มือวิธีการตรวจสอบคุณสมบัติของเครื่อง เมื่อได้สถานะที่ต้องการแล้วให้เครื่อง run ระบบ เป็นเวลา 15 นาที แล้วคำนวณค่า noise and drift
- Detector drift test	น้อยกว่า 1% of full scale/min หรือตาม คู่มือการตรวจสอบ คุณสมบัติของเครื่อง	1 ครั้ง/ปี	

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐาน สถานะการทดสอบ และเกณฑ์ยอมรับ ที่ใช้อาจเปลี่ยนแปลงขึ้นกับเครื่องมือ แต่ละบริษัทผู้ผลิต

5.3 การบำรุงรักษา

5.3.1 การบำรุงรักษา Injection port

5.3.1.1 ทำความสะอาด Syringe ทุกสัปดาห์ ด้วยน้ำยาทำความสะอาดแล้วตามด้วยน้ำกลั่น และแช่ในน้ำยา n-hexane และ acetone อัตราส่วน 1:1 ประมาณ 10 นาที แล้วผึ่งให้แห้งทำความสะอาด inlet liner ทุกเดือน ด้วยน้ำยาทำความสะอาดแล้วตามด้วยน้ำกลั่น และแช่ในน้ำยา n-hexane และ acetone อัตราส่วน 1:1 ประมาณ 10 นาที ผึ่งให้แห้ง หากพบว่า Baseline ของ Chromatogram สูงให้ทำการเปลี่ยน

5.3.1.2 ควรเปลี่ยน Septum ทุกการใช้งานประมาณ 200 injections หรือตามความเหมาะสมหรือเมื่อมีการเปลี่ยน inlet liner

5.3.1.3 ไล่สิ่งสกปรกที่เกิดขึ้นที่ Injection port ด้วยแก๊สพาที่อุณหภูมิสูง (purge with flow)

5.3.2 การบำรุงรักษาคอลัมน์

5.3.2.1 ควรทำการถอดหรือติดตั้งในขณะที่ oven มีอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้องและปิดแก๊สพา ก่อนทุกครั้ง

5.3.2.2 คอลัมน์ที่ซื้อใหม่ ก่อนการใช้งานครั้งแรกควรทำความสะอาดโดย เปิดแก๊สพาให้ผ่านคอลัมน์ขณะที่ยังไม่ต่อปลายคอลัมน์เข้าทาง detector เปิดแก๊สพาให้มี flow rate ช้าๆ เป็นเวลา 15 นาที แล้วค่อยๆ เพิ่มอุณหภูมิ 100°C รอจนครบ 1 ชั่วโมงก่อน จึงค่อยๆ เพิ่มอุณหภูมิ จนถึงอุณหภูมิที่เหมาะสมคือ ต่ำกว่าขีดจำกัดอุณหภูมิสูงสุดของคอลัมน์ประมาณ 30°C กรณี packed คอลัมน์ควรทิ้งไว้ค้างคืนหรืออย่างน้อย 8 ชั่วโมง และ capillary column อย่างน้อย 4 ชั่วโมง

5.3.2.3 ควรเปิดแก๊สพาผ่านเข้าไปในคอลัมน์นาน 5-10 นาที ก่อนที่จะตั้งอุณหภูมิของคอลัมน์ เพื่อป้องกันการสลายตัวของ Stationary phase ในคอลัมน์

5.3.2.4 ตัวอย่างที่วิเคราะห์ควรใส่ ไม่มีตะกอน ทำได้โดยการกรองหรือ centrifuge เพื่อป้องกันไม่ให้มีสิ่งปนเปื้อนลงในคอลัมน์

5.3.2.5 เมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีสารปนเปื้อนมาก เช่น natural product, ยาฆ่าแมลง เป็นต้น หลังจากการวิเคราะห์ตัวอย่าง ควรทำการไล่สิ่งปนเปื้อนนอกจากคอลัมน์โดยเพิ่มอุณหภูมิของคอลัมน์ให้สูงขึ้นจากอุณหภูมิที่ใช้งานวิเคราะห์แต่ต่ำกว่าอุณหภูมิสูงสุด ประมาณ 20-30°C แต่ถ้ายังสกปรกมากควรเปลี่ยน packing material ใหม่ หรือตัดปลายที่สกปรกทิ้งไป

5.3.2.6 ขณะวางหรือจับคอลัมน์ควรกระทำอย่างเบามือไม่กระแทกแรงๆ เพราะจะทำให้การเรียงตัวของ packing material ภายในคอลัมน์เกิดการเปลี่ยนแปลงได้

5.3.2.7 เมื่อมีการวิเคราะห์เสร็จสิ้นแล้ว ควรที่จะลดอุณหภูมิคอลัมน์ให้เท่ากับอุณหภูมิห้อง (30°C) ก่อนปิดแก๊สพา แล้วจึงจะถอดคอลัมน์เก็บ ถ้าเป็น packed คอลัมน์ควรปิดปลายคอลัมน์ทั้งสองให้แน่นด้วยฝาปิด เพื่อป้องกัน liquid phase เกิด contaminate และป้องกันออกซิเจนเข้าไปทำปฏิกิริยาด้วย และเมื่อเก็บคอลัมน์ ระวังอย่าให้เกิดรอยขีดข่วน เพราะจะทำให้คอลัมน์แตกหักขณะใช้งาน เก็บ คอลัมน์ไว้ที่อุณหภูมิ 15-30°C

5.3.4 การบำรุงรักษาและทำความสะอาดระบบตรวจวัดสัญญาณ

5.3.4.1 ระบบตรวจวัดสัญญาณชนิดจับอิเล็กตรอน (ECD) ควรดำเนินการทุก 3 เดือน หรือเมื่อพบว่าสกปรกเมื่อใช้ โดยติดตั้งคอลัมน์เปล่าแทนคอลัมน์ที่ใช้งาน เปิดแก๊สพาที่อัตราการไหล 20-30 มิลลิลิตรต่อนาที ตั้งอุณหภูมิ Oven 250°C และ Detector 350°C ทิ้งไว้นานกว่า 5 ชั่วโมง หรือจนกว่า noise ลดลงจนใช้งานได้ตามปกติ

5.3.4.2 ระบบตรวจวัดสัญญาณชนิดฟลอมโฟโตเมตริก (FPD) ควรดำเนินการทุก 3 เดือน หรือเมื่อพบว่าสกปรกเมื่อใช้ โดยถอด Photomultiplier tube (PMT) และแผ่นกรองแสงออก ทำความสะอาดด้วยความระมัดระวังโดยใช้กระดาษเช็ดเลนส์เช็ดแผ่นกรองแสงทั้งสองด้านและ PMT window อย่าให้เกิดรอยขีดข่วนและห้ามใช้ตัวทำละลาย (solvent) หรือ น้ำยาทำความสะอาดใดๆ ที่ทำให้เกิดคราบบนกระจก

5.3.4.3 ระบบตรวจวัดสัญญาณชนิด FID ควรดำเนินการทุก 3 เดือน หรือเมื่อพบว่าสกปรกเมื่อใช้ โดยถอดคอลเลคเตอร์ออกตามคู่มือดำเนินการของเครื่อง อย่างระมัดระวัง ให้แรงดูดภายใน และเป่าคอลเลคเตอร์ด้วยอากาศอัด (compressed air) หรือแก๊สไนโตรเจนเพื่อให้สิ่งสกปรกหลุดออกมา (ควรป้องกันดวงตาโดยการใส่แว่นตา) นำมาล้างน้ำกลั่น hexane และ methanol นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 70°C นานประมาณ 30 นาที และถอดเจ็ทออกตามคู่มือดำเนินการของเครื่อง แล้วใช้ลวดขนาดเล็กสอดเข้าไปในเจ็ท ถ้ามีสิ่งสกปรกอุดตัน จากนั้นทำความสะอาดด้วยสารละลายของ methanol : acetone (1:1) ใน ultrasonic bath

5.3.4.4 ระบบตรวจวัดสัญญาณชนิดไนโตรเจน/ฟอสฟอรัส (NIPD) ควรดำเนินการทุก 3 เดือน หรือเมื่อพบว่าสกปรกเมื่อใช้ โดยถอดฝาครอบคอลเลคเตอร์ออกตามวิธีในคู่มือเครื่องอย่างระมัดระวังเป่าภายในคอลเลคเตอร์ด้วยอากาศอัด (compressed air) หรือแก๊สไนโตรเจนเพื่อให้สิ่งสกปรกหลุดออกมา ล้างคอลเลคเตอร์ด้วย hexane หรือ isooctane เป่าจนแห้งด้วยอากาศอัด (compressed air) หรือ แก๊สไนโตรเจนอย่างระมัดระวัง และถอดเจ็ทออกตามคู่มือเครื่องอย่างระมัดระวัง ใช้ลวดขนาดเล็กสอดเข้าไปในเจ็ทขจัดและทำความสะอาดอย่างระมัดระวังล้างเจ็ทด้วยสารละลายของ methanol:acetone (1:1) การทำความสะอาดคอลเลคเตอร์ของระบบตรวจสัญญาณชนิด NPD ห้ามใช้ polar solvent โดยเฉพาะอย่างยิ่งห้ามใช้น้ำ

5.3.4.5 ระบบตรวจวัดสัญญาณชนิดสภาพนำความร้อน (TCDI) ควรดำเนินการทุก 3 เดือน หรือเมื่อพบว่าสกปรกเมื่อใช้ โดยถอดคอลัมน์ออก ปิด cap detector ด้วย column fitting เปิดแก๊สพาที่อัตราการไหล 20-30 มิลลิลิตรต่อนาที ตั้งอุณหภูมิ Oven 250°C และ Detector 300-350°C ทิ้งไว้นานกว่า 5 ชั่วโมงหรือจนกว่า noise ลดลงจนใช้งานได้ตามปกติ

6. Gas Chromatography-Mass Spectrometers

Gas Chromatography-Mass Spectrometers (GC-MS) เป็นเทคนิคที่สามารถทำนายชนิดขององค์ประกอบที่มีอยู่ในสารได้อย่างค่อนข้างแม่นยำ โดยอาศัยการเปรียบเทียบ Fingerprint ของเลขมวล (Mass Number) ของสารตัวอย่างนั้นๆ กับข้อมูลที่มีอยู่ใน Library นอกจากนี้ยังสามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงปริมาณ (Quantitative Analysis) และเชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis) GC-MS ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของเครื่อง GC (Gas Chromatography) และส่วนของเครื่อง Mass Spectrometer โดย GC-MS ซึ่งเป็นเทคนิค 2 เทคนิคที่มารวมกันซึ่งนำมาวิเคราะห์พวกสารผสมที่สามารถระเหยได้ในอุณหภูมิไม่สูงนัก โดยที่ Gas Chromatography เป็นส่วนที่แยกสารผสมออกจากกัน ส่วน Mass Spectrometer เป็นส่วนที่การวิเคราะห์ชนิดของสารหรือองค์ประกอบของสาร เมื่อนำเทคนิค ทั้งสองมารวมกันจะสามารถนำมาวิเคราะห์สารผสม ทั้งทางปริมาณวิเคราะห์และคุณภาพวิเคราะห์ GC-MS เป็นเทคนิคที่นำไปประยุกต์ ใช้ในด้านวิทยาศาสตร์ รวมไปถึงในด้านกฎหมาย

หลักการทำงานของเครื่อง GC-MS นั้นเริ่มจากนำตัวอย่างฉีดเข้าเครื่อง GC จากนั้นสารก็จะถูกแยกออกเป็นองค์ประกอบต่างๆ เมื่อผ่านเข้าสู่ column ที่อยู่ใน oven จากนั้นองค์ประกอบใดที่ถูกแยกออกมาจาก column ก่อนก็จะผ่านเข้าไปในส่วน of เครื่อง MS ซึ่งมีสถานะเป็นสูญญากาศก่อน แล้วเข้าไปเจอกับ ion source ซึ่งจะทำหน้าที่ ionized โมเลกุลที่ผ่านเข้ามาให้กลายเป็นประจุ จากนั้นประจุเหล่านี้ก็จะเดินทางผ่านเครื่องคัดแยกและแยกแยะขนาดของประจุ (mass analyzer) เพื่อดูว่าประจุเหล่านั้นประกอบไปด้วยขนาดมวล

เท่าใดบ้าง ก่อนที่จะเดินทางเข้าสู่เครื่องตรวจวัด (Detector) เพื่อทำการตรวจหาปริมาณของประจุแล้วแปลผลออกมาเป็นปริมาณขององค์ประกอบแต่ละตัวที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง

องค์ประกอบสำคัญของเครื่อง MS สามารถแบ่งออกเป็น

1. Ionization Source แบ่งออกเป็น 2 แบบ คือ Electron Ionization (EI) และ Chemical Ionization (CI)
2. Mass Analyzer หรือเครื่องวิเคราะห์มวล มีหลายแบบ เช่น Magnetic-sector analyzer, Electrostatic analyzer, Time-of-flight analyzer, Ion cyclotron resonance analyzer, Quadrupole mass spectrometer-Quadrupole Mass Spectrometer

การตรวจสอบ/สอบเทียบในส่วนของ Gas Chromatography ให้ดำเนินการตรวจสอบตามเครื่อง Gas Chromatography ในข้อ 5 ส่วนการตรวจสอบ Mass spectrometers Detector ดำเนินการ โดยใช้ Certified reference standards, calibrated traceable thermometers และ calibrated digital flow meters ดังนี้

6.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Tuning	ตามข้อกำหนดของเครื่อง	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนของแต่ละเครื่องมือของบริษัทผู้ผลิต วิธีดำเนินการ: ทำการ Tune เครื่องเพื่อให้ได้ค่า resolution และ sensitivity ที่เหมาะสมที่สุดของเครื่องโดยใช้ Automatic tune หรือ Manual tune โดยใช้สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนขึ้นกับเครื่องแต่ละบริษัทผู้ผลิต
2. Identification (กรณีเครื่องที่มี library identification)	Positive	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: Papaverine, Caffeine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ : ฉีดสารละลายมาตรฐาน Papaverine 20.0 µg/ml ใน methanol, Caffeine 10.0 µg/ml ใน methanol or หรือสารละลายอื่นๆ ที่ระบุในวิธีทดสอบ เฉพาะ เปรียบเทียบ spectrum/chromatogram ที่ได้รับ library ของเครื่อง
3. System/ instrument precision	RSD ≤ 10.0% (without internal standard)	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: 1-Octanol ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ : ฉีดสารละลายมาตรฐาน 1-Octanol ใน dichloromethane ความเข้มข้น 1.0 µl/ml จำนวน 6 ซ้ำ โดยใช้ injection volume เท่ากับ 1.0 µl คำนวณค่า peak response precision

6.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Mass accuracy	m/z = 69 ± 0.5 m/z = 219 ± 0.5 m/z = 502 ± 0.5 or defined masses of internal calibration gas ± 0.5	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: PFTBA (FC-43) Perfluoro-tributyl-amine ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ตรวจสอบเช็คตามวิธีของเครื่อง (Internal instrument check) โดยใช้ internal calibration gas หรือฉีดยาละลายมาตรฐาน spectrum of PFTBA (FC-43) Perfluoro-tributyl-amine โดยใช้ full scan mode คำนวณค่า mass per charge (m/z)
2. Linearity	$R^2 \geq 0.995$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: 1-Octanol ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดยาละลาย 1-Octanol in dichloromethane ความเข้มข้น 1.0 µl/ml จำนวน 6 ซ้ำ โดยใช้ injection volume เท่ากับ 1.0 µl คำนวณค่า relative standard deviation ของ peak response
3. System/ instrument precision	RSD ≤ 10.0% (Without internal standard)	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: 1-Octanol ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ฉีดยาละลาย 1-Octanol in dichloromethane ความเข้มข้น 1.0 µl/ml คำนวณค่า relative standard deviation ของ peak response

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐาน สภาวะการทดสอบ และเกณฑ์ยอมรับ ที่ใช้อาจเปลี่ยนแปลงขึ้นกับเครื่องมือ แต่ละบริษัทผู้ผลิต

6.3 การบำรุงรักษา

- 6.3.1 เปลี่ยน injector septum ทุก 50-200 ครั้ง
- 6.3.2 เปลี่ยน injector liner โดยปกติของการใช้งาน 1000-2000 ครั้ง ขึ้นอยู่กับความสะอาดตัวอย่าง
- 6.3.3 เปลี่ยน gas filter ทุกๆ 1 ปี
- 6.3.4 เปลี่ยน Column เมื่อพบ Sensitivity ลดลง หรือ peak ไม่แยก หรือมี tailing
- 6.3.5 ทำความสะอาด source เมื่อพบ Sensitivity ลดลง หรือเมื่อทำ Autotune ไม่ผ่านขึ้นอยู่กับจำนวนการฉีดสารโดยปกติควรทำความสะอาด 1 ปี ครั้ง
- 6.3.6. เปลี่ยนน้ำมัน mechanical pump เมื่อสีน้ำมันเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาล หรือ ดำ หรือ เปลี่ยนทุกๆ 6 เดือน หรือ 1 ปี ครั้ง

7. Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectrometer

Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES) เป็นเครื่องมือสำหรับวิเคราะห์/ทดสอบ เชิงปริมาณ และเชิงคุณภาพของธาตุต่างๆ ซึ่งใช้งานได้หลากหลายและได้ทีละหลายธาตุ เทคนิคนี้แยกเป็น 2 ส่วนหลักๆ คือ Inductively Couple Plasma (ICP) เป็นเทคนิคที่ใช้ผลิตพลาสมาที่ให้อุณหภูมิสูง ด้วยการปล่อยแก๊สอาร์กอนผ่านเข้าไปในคอบ (torch) ที่ปลายคอบจะมีท่อกลวงทำด้วยทองแดง ล้อมรอบคอบซึ่งต่อกับเครื่องส่งความถี่วิทยุ เมื่อให้ความถี่วิทยุ (RF generator) ปล่อยเข้าไปจะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กที่ปลายคอบแล้วชักนำให้มีกระแสไฟฟ้า จากนั้นทำให้เกิดการสปาร์คด้วยเทสลาเพื่อให้เกิดอิเล็กตรอนจากอาร์กอนที่มีพลังงานสูง และอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงนี้จะชนกับบออิเล็กตรอนอื่นต่อไปอีก กลายเป็นปฏิกิริยาลูกโซ่ กลายเป็นพลาสมา Optical Emission Spectrometer (OES) เป็นวิธีการวิเคราะห์ โดยอาศัยหลักการทำให้สารเปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้นไปยังสถานะกระตุ้นเพื่อให้สารที่จะวิเคราะห์นั้น เปล่งแสงหรือสเปกตรัมออกมา ซึ่งจะอยู่ในช่วงของยูวี-วิสิเบิล และมีลักษณะเฉพาะตัวและวัดความเข้มของแสง นั้น ICP-OES ประกอบด้วยส่วนต่างๆ ได้แก่ Sample Introduction System (Nebulizer, spray Chamber, Peristaltic Pump) Plasma (Torch, RF Generator) และ Spectrometer การตรวจสอบและสอบเทียบ เครื่องดำเนินการ ดังนี้

7.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Visual Bullet Test	เกณฑ์กำหนดของเครื่องมือแต่ละบริษัท	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: สารละลาย yttrium ความเข้มข้น 1,000 ppm วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่องสารละลาย yttrium ความเข้มข้น 1,000 ppm เพื่อตรวจสอบตำแหน่ง yttrium bullet
2. Intensity of Reagent blank	< Intensity ของจุดแรกของ Calibration curve	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: สารละลาย reagent blank วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่า Emission แสงของสารละลาย reagent blank เทียบค่า Emission แสงกับจุดแรกของ calibration curve ของสารละลายมาตรฐานที่ต้องการทดสอบ
3. System stability	± 10 % สำหรับสารที่มีความเข้มข้นมากกว่า 1 ng/ml และ ± 20 % สำหรับสารที่มีความเข้มข้นน้อยกว่า 1 ng/ml	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: สารละลายมาตรฐานที่ต้องการทดสอบ วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่า response ของสารละลายมาตรฐานเริ่มต้นการวิเคราะห์และหลังจากวิเคราะห์เสร็จ หรือทุก 5-10 ตัวอย่าง ขึ้นกับวิธีทดสอบ คำนวณค่าแตกต่างของ response
4. Linearity	$R^2 \geq 0.995$	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: สารละลายมาตรฐานที่ต้องการทดสอบ วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่า Emission ของแสงของสารละลายมาตรฐานของธาตุที่ต้องการทดสอบ ความเข้มข้น 3 ถึง 5 ค่า โดยแต่ละความเข้มข้นทำการวัด 2 ซ้ำ และหาค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มของสารละลายมาตรฐานกับค่าการดูดกลืนแสง

7.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ																																	
1. Wavelength calibration	เกณฑ์กำหนดของเครื่องมือแต่ละบริษัท	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: ตามข้อกำหนดของบริษัทผู้ผลิต</p> <p>วิธีดำเนินการ: ตามข้อกำหนดของบริษัทผู้ผลิต</p>																																	
2. Sensitivity	เกณฑ์กำหนดของเครื่องมือแต่ละบริษัท	1 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: สารละลายมาตรฐานของธาตุ Al, Ba, Cu, K, Mg, Mn, Ni, P และ Zn</p> <p>วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่า Emission ของสารละลายมาตรฐานผสมของธาตุต่างๆ ที่มีความเข้มข้นและ wavelength ดังนี้</p> <table border="1" data-bbox="916 815 1461 1397"> <thead> <tr> <th>ธาตุ</th> <th>ความเข้มข้น (ppm)</th> <th>Wavelength (nm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Al</td><td>1</td><td>167</td></tr> <tr><td>Ba</td><td>0.2</td><td>455.4</td></tr> <tr><td>Ca</td><td>0.2</td><td>393.3</td></tr> <tr><td>Cu</td><td>1</td><td>324.7</td></tr> <tr><td>K</td><td>5</td><td>766.4</td></tr> <tr><td>Mg</td><td>0.2</td><td>279.5</td></tr> <tr><td>Mn</td><td>1</td><td>257.6</td></tr> <tr><td>Ni</td><td>5</td><td>221.6</td></tr> <tr><td>P</td><td>10</td><td>177.4</td></tr> <tr><td>Zn</td><td>0.2</td><td>213.8</td></tr> </tbody> </table>	ธาตุ	ความเข้มข้น (ppm)	Wavelength (nm)	Al	1	167	Ba	0.2	455.4	Ca	0.2	393.3	Cu	1	324.7	K	5	766.4	Mg	0.2	279.5	Mn	1	257.6	Ni	5	221.6	P	10	177.4	Zn	0.2	213.8
ธาตุ	ความเข้มข้น (ppm)	Wavelength (nm)																																		
Al	1	167																																		
Ba	0.2	455.4																																		
Ca	0.2	393.3																																		
Cu	1	324.7																																		
K	5	766.4																																		
Mg	0.2	279.5																																		
Mn	1	257.6																																		
Ni	5	221.6																																		
P	10	177.4																																		
Zn	0.2	213.8																																		
3. Instrument Detection Limits (IDLs)	$\geq 3 SD$	4 ครั้ง/ปี	<p>วัสดุอ้างอิง: สารละลาย 1% Nitric acid หรือ 2% Hydrochloric acid</p> <p>วิธีดำเนินการ: ตรวจสอบโดยการวัดสารละลาย blank 10 ซ้ำ คำนวณค่า standard deviation (SD)</p>																																	

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐาน สภาวะการทดสอบ และเกณฑ์ยอมรับ ที่ใช้อาจเปลี่ยนได้ขึ้นกับเครื่องมือแต่ละบริษัทผู้ผลิต

7.3 การบำรุงรักษา

- 7.3.1 ทุกครั้งที่มีการใช้เครื่องให้ถ่ายกำจัดน้ำเสียในภาชนะรองรับ
- 7.3.2 ตรวจสอบความดันแก๊ส ระบบดูดควันก่อนใช้งาน
- 7.3.3 ตรวจสอบการอุดตันของ Torch injector, Nebulizer, การยืดหรือความเรียบของท่อของปั๊มทุกครั้งก่อนใช้งาน
- 7.3.4 นำของเหลวในขวดน้ำทิ้ง (ภาชนะรองรับ) ไปเททิ้ง
- 7.3.5 ทำความสะอาด Nebulizer, spray chamber, Torch โดยผ่าน DI water เข้าไปใน plasma 5-10 นาที ก่อนดับเปลวไฟทุกครั้ง
- 7.3.6 ทำความสะอาด Torch โดย rinse ด้วย DI water เพื่อ remove พวก salt แขนใน aqua regia (HN03 : HCL = 1:3) ที่ไว้ค้างคืน แล้วล้างออกด้วย DI water และทำให้แห้งทุกสัปดาห์
- 7.3.7 ทำความสะอาด Cone (Axial instrument) โดยเช็ดด้วยผ้าหมาด ล้างด้วย DI water และทำให้แห้งทุกสัปดาห์
- 7.3.8 ทำความสะอาด Snout (Radial instrument) โดยล้างด้วย dilute detergent solution (เช่น TritonX-100) ตามด้วย DI water และทำให้แห้งทุกสัปดาห์
- 7.3.9 ทำความสะอาด Bonnet (Radial instrument) โดยล้างด้วย DI water และทำให้แห้งทุกสัปดาห์
- 7.3.10 ทำความสะอาด spray chamber, nebulizer ทุกเดือนตามคู่มือผู้ผลิต
- 7.3.11 ทำความสะอาดและตรวจสอบกรองอากาศของ cooling air inlet (behind chimney) และ water chiller/recirculator ทุกครั้ง
- 7.3.13 ตรวจสอบระดับน้ำใน water chiller/recirculator ทุกเดือน
- 7.3.14 ทำความสะอาดตัวกรองของ water particulate filter และเปลี่ยนน้ำใน water chiller/ recirculator ทุก 6 เดือน
- 7.3.15 ควรเปลี่ยน argon filters ของ argon gas inlet โดยช่างเทคนิคในการทำ Preventative Maintenance

8. Inductively Couple Plasma – Mass Spectrometers

Inductively Couple Plasma – Mass Spectrometers (ICP-MS) ใช้เป็นเครื่องมือวิเคราะห์หาปริมาณธาตุในตัวอย่างไม่กี่ชนิดต่างๆ โดยปริมาณของธาตุในตัวอย่างไม่ควรอยู่ในช่วงความเข้มข้นระดับ Part Per Billion (ppb) และมีปริมาณของแข็งที่ละลายอยู่ไม่เกิน 0.2 % เครื่อง ICP-MS จะประกอบด้วยระบบหลักๆ 2 ระบบ คือ ส่วนของ ICP (Inductively Coupled Plasma) ที่ธาตุในตัวอย่างไม่จะถูกไอออไนซ์เป็นไอออน แล้วผ่านไปสู่ระบบของ Quadruple Mass Spectrometer Plasma) ในการแยกชนิดของธาตุตาม Atomic Mass-to-Charge Ration ก่อนตรวจวัดปริมาณด้วย Electron Multiplier Detector

8.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Mass calibration and resolution	ตามข้อกำหนดของเครื่อง	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัตถุประสงค์: สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนของแต่ละเครื่องมือของบริษัทผู้ผลิต วิธีดำเนินการ: ทำการ Tune เครื่องเพื่อให้ได้ค่า resolution และ sensitivity ที่เหมาะสมที่สุดของเครื่องโดยใช้ Automatic tune หรือ Manual tune โดยใช้สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนขึ้นกับเครื่องแต่ละบริษัทผู้ผลิต
2. System stability	$\pm 10\%$ สำหรับสารที่มีความเข้มข้นมากกว่า 1 ng/ml และ $\pm 20\%$ สำหรับสารที่มีความเข้มข้นน้อยกว่า 1 ng/ml	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัตถุประสงค์: สารละลายมาตรฐานที่ต้องการทดสอบ วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่า response ของสารละลายมาตรฐานเริ่มต้นการวิเคราะห์และหลังจากวิเคราะห์เสร็จหรือทุก 5 – 10 ตัวอย่างขึ้นกับวิธีทดสอบ คำนวณค่าแตกต่างของ response
3. Linearity	$R^2 \geq 0.995$	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัตถุประสงค์: สารละลายมาตรฐานที่ต้องการทดสอบ วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่า Count ของสารละลายมาตรฐานของธาตุที่ต้องการทดสอบ ความเข้มข้น 3 ถึง 5 ค่า โดยแต่ละความเข้มข้นทำการวัด 2 ซ้ำ และหาค่าความสัมพันธ์เชิงของความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานค่าการดูดกลืนแสง

8.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลากำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Mass calibration	ตามข้อกำหนดของเครื่อง	1 ครั้ง/ปี	วัตถุประสงค์: สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนของแต่ละเครื่องมือของบริษัทผู้ผลิต วิธีดำเนินการ: ทำการ Tune เครื่องเพื่อให้ได้ค่า resolution และ sensitivity ที่เหมาะสมที่สุดของเครื่องโดยใช้ Automatic tune หรือ Manual tune โดยใช้สารที่ทราบค่า masses ที่แน่นอนขึ้นกับเครื่องแต่ละบริษัทผู้ผลิต
2. Short-term stability	$RSD \leq 3\%$	1 ครั้ง/ปี	วัตถุประสงค์: สารละลายไอออน Lithium (Li), Yttrium (Y), และ Thallium (Tl) ความเข้มข้น 10 ppb ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง บันทึก spectrum ตามสถานะของเครื่องมือแต่ละบริษัท นาน 20 นาที คำนวณค่า spectrum/mass และ relative standard deviation

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
3. Injection precision	RSD ≤ 10%	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: สารละลายไอออน Lithium (Li), Yttrium (Y), และ Thallium (Tl) ความเข้มข้น 10 ppb ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่า peak response ของสารละลายมาตรฐานของธาตุที่ต้องการทดสอบ ความเข้มข้น 10 ppb ทำการวัดซ้ำอย่างน้อย 6 ครั้ง และคำนวณค่า relative standard deviation ของ peak area

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐาน สภาวะการทดสอบ และเกณฑ์ยอมรับ ที่ใช้อาจเปลี่ยนแปลงขึ้นกับเครื่องมือแต่ละบริษัทผู้ผลิต

8.3 การบำรุงรักษา

8.3.1 การบำรุงรักษาส่วนของ ICP ให้ปฏิบัติตามวิธีบำรุงรักษาเครื่อง ICP-OES

8.3.2 การบำรุงรักษาส่วนของ Mass spectrometer ดำเนินการ ดังนี้

8.3.2.1 ระบบสุญญากาศ ประกอบไปด้วย Rotary pump ซึ่งจะต้องบำรุงรักษาโดยจะต้องเปลี่ยนถ่ายน้ำมันในส่วน Source pump และ Inlet ทุก 1 ปี หรือถี่กว่านั้นหากโปรแกรมแจ้งระดับแรงดันสูงขึ้น และ Analyzer pump ทุก 2 ปี

8.3.2.2 ระบบหล่อเย็น ใช้ในการรักษาอุณหภูมิของแม่เหล็กให้คงที่และไม่ร้อน อีกทั้งยังใช้ในการหล่อเย็น TMP และ Probe อีกด้วย การบำรุงรักษาจะต้องเปลี่ยนและเติมน้ำ ทุก 1 ปี และต้องเป่าฝุ่นตรงครีบบายความร้อน เพื่อให้การระบายความร้อนทำได้โดยสะดวก

8.3.2.3 ควรทำความสะอาด Ion source ทุก 1 ปี หรือตามความถี่ของการใช้งานและตัวอย่างที่ใช้

9. UV-VIS Spectrophotometers

UV-VIS Spectrophotometers เป็นเทคนิคการวิเคราะห์สารโดยใช้หลักการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิล ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 190 -1000 นาโนเมตร (nm) ของสารเคมีนั้น ได้แก่ สารอินทรีย์ (Organic Compound) สารประกอบเชิงซ้อน (Complex Compound) หรือสารอนินทรีย์ (Inorganic Compound) โดยนำสารตัวอย่างใส่ในเซลล์ควอร์ต (Quartz) แล้ววางในบริเวณใกล้แหล่งกำเนิดแสง สารตัวอย่างจะดูดกลืนรังสี หรือแสงบางส่วนไว้ แสงที่ไม่ดูดกลืนจะผ่านออกมาถึงเครื่องวัดแสง (Photomultiplier Tube) เครื่องวัดแสงจะทำการวัดปริมาณแสงที่ออกมา โดยการหักล้างกับปริมาณของแสงก่อนดูดกลืน จากนั้นจะทำการประมวลผลเป็น Curve หรือสเปกตรัม ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) และค่าความยาวคลื่น

9.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Auto zero	ตามข้อกำหนดของเครื่อง	ทุกครั้งที่ใช้งาน	ตามคู่มือผู้ผลิตของเครื่อง

9.2 การตรวจสอบตามระยะเวลากำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Baseline stability	ตามข้อกำหนดของเครื่อง	ทุก 6 เดือน	วัสดุอ้างอิง: - วิธีดำเนินการ: ตรวจสอบความนิ่งของสัญญาณในการทำ Background correction ตลอดช่วงความยาวคลื่นดำเนินการโดยเปิดเครื่องทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที ตั้งความยาวคลื่นและปรับค่า A ตามข้อกำหนดของเครื่อง หรือตั้งความยาวคลื่นที่ 700 นาโนเมตร และปรับ A = 0 โดยให้ 0.02 A full scale ทำการ scan โดยใช้ความเร็วต่ำ นานไม่น้อยกว่า 2 ชั่วโมง
2. Wavelength accuracy	± 1 nm for the UV range ± 3 nm for the Visible range	ทุก 6 เดือน	วัสดุอ้างอิง : Holmium oxide glass filter ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ : ตรวจสอบด้วย Holmium oxide glass filter โดยเปิดเครื่องให้พร้อมทำงานประมาณ 10 นาที ใช้ความกว้างของช่องแสง (slit width) ให้แคบที่สุด ทำการสแกนความยาวคลื่น 200 – 680 นาโนเมตร ด้วยความเร็วต่ำสุด และอ่านค่า %T หรือ A ทำซ้ำอย่างน้อย 10 ซ้ำ และหาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเทียบกับค่ามาตรฐาน กรณีเครื่องไม่สามารถสแกนได้ให้บันทึกค่า %T หรือ A ที่ความยาวคลื่น 279.4, 360.9 และ 536.2 นาโนเมตร
3. Wavelength precision	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานตามข้อกำหนดของเครื่องมือหรือความเหมาะสมของงาน	ทุก 6 เดือน	
4. Photometric accuracy	ค่าความแตกต่าง ≤ 1.5 % หรือตามข้อกำหนดของเครื่องมือ	ทุก 6 เดือน	วัสดุอ้างอิง: glass filter ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: - ช่วง Visible : ตรวจสอบด้วย glass filter โดยเปิดเครื่องให้พร้อมทำงานประมาณ 10 นาที ใช้ความกว้างของช่องแสง (slit width) ให้แคบที่สุด บันทึกค่า %T หรือ A ที่ความยาวคลื่น 440.0, 465.0, 546.1, 590.0 และ 635.0 นาโนเมตร ทำซ้ำอย่างน้อย 10 ซ้ำ หรือใช้ตามความยาวคลื่นที่ระบุในใบรับรองของ glass filter เปรียบเทียบความแตกต่างของค่า %T หรือ A ของค่าที่อ่านได้กับค่ามาตรฐานที่ระบุบนใบรับรอง - ช่วง Ultraviolet : ตรวจสอบโดยใช้สารละลายมาตรฐาน Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) ความบริสุทธิ์มากกว่า 99.5% ความเข้มข้น 0.06 กรัม ต่อลิตร ในสารละลายกรด Sulfuric acid (H_2SO_4) ความบริสุทธิ์มากกว่า 95% ความเข้มข้น 0.005 M โดยเปิดเครื่องให้พร้อมทำงานประมาณ 10 นาที
5. Photometric Precision	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานตามข้อกำหนดของเครื่องมือหรือแตกต่างไม่เกิน 0.01A	ทุก 6 เดือน	

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
			<p>ใช้ความกว้างของช่องแสง (slit width) ให้แคบที่สุดบันทึกค่า %T หรือ A ที่ความยาวคลื่น 235.0, 257.0, 313.0 และ 350.0 นาโนเมตร ทำซ้ำอย่างน้อย 10 ซ้ำ คำนวณค่า $A_{(1\%, 1 \text{ cm})}$ จากสูตร</p> $A_{(1\%, 1 \text{ cm})} = \frac{A_x \times D}{W}$ <p>A_x = ค่าเฉลี่ยของ Absorbance ที่วัดได้ D = Dilution factor W = น้ำหนักของ $K_2Cr_2O_7$ ที่ใช้</p>
6.Photometric linearity	$r^2 \geq 0.995$	ทุก 6 เดือน	<p>วัสดุอ้างอิง: Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) ความบริสุทธิ์มากกว่า 99.5% ที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ: ตรวจสอบความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของค่า absorbance กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) ความเข้มข้น 0.02, 0.04, 0.08, 0.10, 0.12, 0.14, 0.16, 0.18, 0.2 กรัมต่อลิตร ในสารละลายกรด Sulfuric acid (H_2SO_4) ความบริสุทธิ์ที่มากกว่า 95% ความเข้มข้น 0.005 M โดยเปิดเครื่องให้พร้อมทำงานประมาณ 10 นาที ตั้งความยาวคลื่นที่ 257 นาโนเมตร อ่านค่า A ของสารละลายโดยเริ่มจากความเข้มข้นต่ำสุดไปหาความเข้มข้นมากที่สุด และหาความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างค่า A และความเข้มข้น</p>
7.Stray light	ค่า % T น้อยกว่า 0.02 % T หรือตามข้อกำหนดของเครื่อง	ทุก 6 เดือน	<p>วัสดุอ้างอิง: Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) ความบริสุทธิ์มากกว่า 99.5% ที่มีใบรับรอง</p> <p>วิธีดำเนินการ: ตรวจสอบค่า Stray light โดยใช้สารละลายมาตรฐาน Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) ความเข้มข้น 0.25 กรัมต่อลิตร ในสารละลาย Potassium hydroxide (KOH) 0.05 M และสารละลาย Potassium iodide ที่มีความบริสุทธิ์มากกว่า 99.5% ความเข้มข้น 1 กรัมต่อลิตรในน้ำกลั่น ดำเนินการโดยเปิดเครื่องให้พร้อมทำงานประมาณ 10 นาที ตั้งความยาวคลื่น 220 นาโนเมตร อ่านค่า %T ของสารละลาย Potassium iodide ความเข้มข้น 1 กรัมต่อลิตร จากนั้นปรับความยาวคลื่นที่ 370 นาโนเมตร อ่านค่า %T ของสารละลาย Potassium dichromate ความเข้มข้น 0.25 กรัมต่อลิตร</p>

9.3 การบำรุงรักษา

9.3.1 ควรระวังคิวเวตท์ (cuvette) ไม่ให้มีรอยนิ้วมือหรือคราบน้ำยาปิดบังแสงผ่าน ภายหลังการใช้ทุกครั้งควรทำความสะอาดก่อนเก็บ

9.3.2 เช็ดทำความสะอาดหลอดกำเนิดแสงให้สะอาดโดยให้สวมถุงมือทุกครั้งเพื่อป้องกันไม่ให้มีรอย นิ้วมือหรือรอยขีดข่วนที่กระเปาะหลอดกำเนิดแสง

10. Atomic Absorption Spectrophotometer

เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ (metal element) ที่อยู่ในตัวอย่างทดสอบ ด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy ซึ่งเป็นกระบวนการที่อะตอมอิสระ (free atom) ของธาตุ ดูดกลืน (absorb) แสงที่มีความยาวคลื่นระดับหนึ่งโดยเฉพาะซึ่งขึ้นอยู่กับธาตุ แต่ละธาตุ เนื่องจากธาตุแต่ละชนิดมีระดับของพลังงานแตกต่างกันจึงมีการดูดกลืนพลังงานได้แตกต่างกัน พลังงานที่พอดีกับคุณสมบัติเฉพาะของธาตุจะทำให้อิเล็กตรอนของธาตุนั้นๆ เปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้น (ground state) ไปเป็นสถานะกระตุ้น (excited state)

AAS สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณโดยเครื่อง AAS อาศัยหลักการวัดการแตกตัวของอะตอมอิสระซึ่งอะตอมเหล่านี้จะดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นที่เหมาะสมของแต่ละธาตุเทคนิคที่ทำให้สารตัวอย่างเกิดการแตกตัวเป็นอะตอมอิสระสามารถนำมาใช้ได้หลายเทคนิค ได้แก่ Flame atomic absorption technique (FAAS) ใช้ขบวนการทำให้สารตัวอย่างสลายตัวเป็นอะตอมอิสระด้วยเปลวไฟ Flameless technique ใช้ขบวนการทำให้สารตัวอย่างสลายตัวเป็นอะตอมอิสระด้วยความร้อนจากกระแสไฟฟ้า (Electro-thermal atomizer หรือ Graphite-furnace-atomizer-GFA) และ Vapor generation technique (VGA) ใช้กับธาตุบางชนิดที่ไม่สามารถเปลี่ยนสถานะเป็นอะตอมอิสระด้วยวิธี FAAS และ VGA ได้ เช่น Hg, As, Se เป็นต้น

AAS เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีความไวสูง และเป็นเครื่องมือที่มีความจำเพาะเจาะจง เพื่อให้ผลการวิเคราะห์ถูกต้องและน่าเชื่อถือ จำเป็นต้องมีการตรวจสอบและสอบเทียบ รวมทั้งการบำรุงรักษาอย่างสม่ำเสมอ เพื่อเป็นข้อมูลยืนยันว่าเครื่องมือสามารถนำไปวิเคราะห์ตามวัตถุประสงค์และมีความน่าเชื่อถือ โดยดำเนินการ ดังนี้

10.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Sensitivity	± 20%	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: สารละลายมาตรฐานที่ต้องการทดสอบ วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่าดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานของธาตุที่ต้องการทดสอบ โดยปรับระบบทำละออง (nebulizer) ด้วยสารละลายมาตรฐานที่ต้องการวัดเพื่อให้ได้ละอองฝอยที่ burner head และได้ค่าดูดกลืนสูงสุด ทำการวัดซ้ำอย่างน้อย 2 ครั้ง คำนวณค่า sensitivity โดย $\text{Sensitivity} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน} \times 0.0044}{\text{ค่าดูดกลืนแสงที่วัดได้}}$ $\% \text{ Difference} = \frac{(\text{Sensitivity ที่ได้} - \text{Sensitivity ตามเกณฑ์}) \times 100}{\text{Sensitivity ตามเกณฑ์}}$

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
2. Repeatability	$RSD \leq 10\%$	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: สารละลายมาตรฐานที่ต้องการทดสอบ วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่าดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานของธาตุที่ต้องการทดสอบ ความเข้มข้นใดเข้มข้นหนึ่งในช่วงที่ให้ค่าความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงกับค่าดูดกลืนแสง ทำการวัดซ้ำอย่างน้อย 6 ครั้ง และคำนวณค่า relative standard deviation (RSD)
3. Linearity	$R^2 \geq 0.995$	ทุกครั้งที่ใช้งาน	วัสดุอ้างอิง: สารละลายมาตรฐานที่ต้องการทดสอบ วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่าดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานของธาตุที่ต้องการทดสอบ ความเข้มข้น 3 ถึง 5 ค่า โดยแต่ละความเข้มข้นทำการวัด 2 ซ้ำ และหาค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกับค่าการดูดกลืนแสง

10.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลากำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Absorption Sensitivity	≥ 0.250 Au for Flame ≥ 0.100 Au for Furnace	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: สารละลาย Copper ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่าดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน Copper ความเข้มข้น 5 mg/l สำหรับ flame AAS หรือ 25 $\mu\text{g/l}$ สำหรับ furnace AAS ที่ความยาวคลื่น 324.8 nm
2. Absorption Precision	$RSD \leq 5\%$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: สารละลาย Copper ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่าดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน Copper ความเข้มข้น 5 mg/l สำหรับ flame AAS หรือ 25 $\mu\text{g/l}$ สำหรับ furnace AAS ที่ความยาวคลื่น 324.8 nm ทำการวัดซ้ำอย่างน้อย 6 ครั้ง และคำนวณค่า relative standard deviation (RSD)

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
3. Absorption Linearity	$R2 \geq 0.995$	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: สารละลาย Copper ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่าดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน Copper ความเข้มข้น 0, 1, 2.5, 5 mg/L สำหรับ flame AAS หรือ 0, 10, 15, 20, 25 μL สำหรับ furnace AAS ที่ความยาวคลื่น 324.8 nm หาค่าความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกับค่าการดูดกลืนแสง
2. Wavelength Accuracy	As 193.7 ± 0.5 nm Cu 324.8 ± 0.5 nm	1 ครั้ง/ปี	วัสดุอ้างอิง: สารละลาย Copper, Arsenic ที่มีใบรับรอง วิธีดำเนินการ: ปรับตั้งเครื่องให้พร้อมใช้งานตามคู่มือการใช้งานของเครื่อง ทำการวัดค่าดูดกลืนแสงสูงสุดของสารละลายมาตรฐาน Copper, Arsenic ตามวิธีของผู้ผลิตแต่ละบริษัท

หมายเหตุ วัสดุอ้างอิงและสถานะของเครื่องที่ใช้อาจเปลี่ยนได้ขึ้นกับเครื่องมือแต่ละบริษัทผู้ผลิต

10.3 การบำรุงรักษา

10.3.1 เครื่อง AAS ชนิด Flame Atomization System

10.3.1.1 ทำความสะอาด burner และ mixing chamber ทุกครั้งหลังการใช้งาน โดยใช้สารละลาย blank ที่ใช้วิเคราะห์แล้วตามด้วยน้ำกลั่น กรณีที่ใช้สารอินทรีย์ให้ acetone ตามด้วยกรดไนตริก 1 % แล้วตามด้วยน้ำกลั่น

10.3.1.2 ปิดระบบแก๊ส โดยปิดแก๊สเชื้อเพลิง แล้วปิดอากาศ เพื่อป้องกันการระเบิดหรือประกายไฟ และต้องไล่แก๊สเชื้อเพลิงที่ค้างท่อจนหมดก่อนปิดเครื่อง

10.3.1.3 ทำความสะอาดท่อน้ำส่วน siphon interlock ด้วยน้ำกลั่นหลังจากใช้งาน

10.3.1.4 กรณีตัวอย่างที่มีฤทธิ์กัดกร่อน ให้ถอด burner head และ mixing chamber ออกล้างด้วยน้ำกลั่น

10.3.2 เครื่อง AAS ชนิด Graphite Furnace System

10.3.2.1 ล้างระบบด้วยน้ำกลั่นทุกครั้งหลังจากใช้งาน

10.3.2.2 ทำความสะอาดพื้นผิวภายนอกของ sample capillary ด้วยผ้านุ่มชุบด้วยแอลกอฮอล์

10.3.2.3 ทำความสะอาด quartz window โดยถอดออกมาเช็ดด้วยผ้านุ่มชุบด้วยแอลกอฮอล์ทำความสะอาด contact surface ของ graphite tube ด้วยกระดาษนุ่มหรือไม้ พันสำลี

10.3.2.4 ทำความสะอาด contact cylinder ด้วยกระดาษนุ่มหรือไม้พันสำลี

10.3.3 เครื่อง AAS ชนิด Hydride Generation System

10.3.3.1 ทำความสะอาดส่วนต่างๆ ของเครื่อง โดยเฉพาะ complete fluid system โดยจุ่มปลายที่ใช้ดูดตัวอย่างลงในน้ำกลั่นทุกครั้ง

10.3.3.2 หากพบว่า quartz cell สกปรกให้ทำความสะอาดโดยถอดออกมาล้างด้วยน้ำกลั่นและทิ้งให้แห้ง

10.3.3.3 ควรตรวจสอบหรือสอบเทียบโดยช่างเทคนิคอย่างน้อยปีละครั้ง

6.2 การตรวจสอบและสอบเทียบเครื่องมือวิทยาศาสตร์พื้นฐานที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

1. Analytical Balance

เครื่องชั่งน้ำหนักเป็นเครื่องมือพื้นฐานของงานวิเคราะห์และทดสอบ ดังนั้น การที่เครื่องชั่งน้ำหนักอยู่ในสภาพที่สมบูรณ์ แม่นยำ และความถูกต้องจะส่งผลให้ผลการวิเคราะห์และทดสอบถูกต้องและแม่นยำมากขึ้นเท่านั้น และอุปกรณ์ที่จำเป็นในการเป็นตัวบ่งบอกถึงความถูกต้องของเครื่องชั่งนั้นๆ คือ ตุ่มน้ำหนักมาตรฐาน ซึ่งใช้เป็นตัวเปรียบเทียบน้ำหนักระหว่างน้ำหนักมาตรฐานของตุ่มน้ำหนักมาตรฐานกับค่าที่อ่านได้จากเครื่องชั่ง และองค์ประกอบที่สำคัญทำให้เครื่องชั่ง และตุ่มน้ำหนักมาตรฐานสามารถอยู่ในสภาพที่สมบูรณ์ และยืดอายุการใช้งานได้นานที่สุด คือการใช้งาน และการบำรุงรักษาที่ถูกต้อง โดยที่ผู้ใช้ควรมีความรู้เบื้องต้นในการตรวจสอบ และสอบเทียบเครื่องชั่งขึ้นพื้นฐานได้

การเลือกใช้เครื่องชั่งให้เหมาะสมกับงาน ต้องทราบวัตถุประสงค์ และขอบเขตของการใช้เครื่องชั่ง เช่น ใช้สำหรับชั่งอะไร น้ำหนักที่ชั่งไม่เกินเท่าไร และค่าความคลาดเคลื่อนที่มากที่สุดของเครื่องชั่งที่ยอมรับได้ เป็นต้น มาตรฐานหรือตำราที่ให้ข้อมูลเกี่ยวกับการตรวจสอบและสอบเทียบเครื่องชั่งมีมากมาย แต่ที่ให้รายละเอียดที่ชัดเจนและสามารถนำมาใช้ในการดำเนินการได้ คือ เกสซ์ตำรับของสหรัฐอเมริกา (USP) ซึ่งมีข้อแนะนำเกี่ยวกับเครื่องชั่ง 2 บทหลัก ได้แก่ USP General Chapter <41> "Balances" ซึ่งเป็น ข้อบังคับ (Mandatory) สำหรับการชั่งน้ำหนักที่ต้องชั่งน้ำหนักที่แน่นอน (accurately weighed) โดยมี parameter ที่ต้องตรวจสอบที่สำคัญ คือ repeatability และ accuracy โดยกำหนดค่า repeatability test limit เป็น $2SD$ หารด้วย sample weight $\leq 0.10\%$ ซึ่งผลการทดสอบนี้จะใช้ในการกำหนดค่าน้ำหนักต่ำสุด (minimum weight) สำหรับการชั่ง และ USP General Chapter <1251> "Weighing on an Analytical Balance" ซึ่งเป็น คำแนะนำ (Guidance) ใช้สำหรับการชั่งน้ำหนักทั่ว ๆ ไปในการวิเคราะห์/ทดสอบ โดยจะแนะนำให้ชั่งน้ำหนักให้มากกว่าค่าน้ำหนักต่ำสุด (ที่คำนวณได้จาก USP General Chapter <41>) โดยอาจมีการคำนวณค่า safety factor ด้วยเนื่องจากการชั่งน้ำหนักจะมีตัวแปรต่างๆ ที่มีผลกระทบหลายตัวแปร ส่วนการหาค่า accuracy (USP General Chapter <41>) กำหนดให้ใช้ตุ่มน้ำหนักที่ใช้สอบเทียบต้องมีน้ำหนักระหว่าง 5% ถึง 100% ของค่าน้ำหนักสูงสุดของเครื่องชั่ง (Balance's capacity) โดยกำหนดค่า Accuracy Test limit $\leq 0.10\%$ โดยการตรวจสอบประจำ (Routine Check) ให้ใช้ตุ่มน้ำหนักมาตรฐาน ความถี่ของการตรวจสอบที่เหมาะสมจะขึ้นกับเกณฑ์ยอมรับของน้ำหนักและผลกระทบของน้ำหนักต่อการทดสอบ และความถี่ของการตรวจสอบสามารถขยายเวลาได้ เมื่อเครื่องชั่งที่ใช้งานมีตุ่มน้ำหนักภายใน (built in weight) และผู้ใช้ได้ใช้การปรับเครื่องชั่งโดยใช้ฟังก์ชิ่งดังกล่าวเป็นประจำ

การหาค่าน้ำหนักต่ำสุดของเครื่องชั่ง (minimum weight, m_{min}) ซึ่งเป็นค่าที่ให้ความถูกต้อง (accuracy) มีวิธีการคำนวณ โดยใช้สูตร ดังนี้

$$\text{Minimum weight, } m_{min} = (k \times s) / \text{required weighing tolerance}$$

$$\text{โดยค่า } k = \text{Coverage factor มีค่าเท่ากับ } 2$$

$$S = \text{Repeatability}$$

ตัวอย่าง เครื่องชั่งสำหรับชั่งน้ำหนักทศนิยม 5 ตำแหน่ง มีค่า repeatability (S) เท่ากับ 0.007 mg และมีค่า required weighing tolerance เท่ากับ 0.10% ดังนั้น

$$\text{Minimum weight, } m_{min} = (2 \times 0.007) / 0.001$$

$$= 14 \text{ mg}$$

จากค่าน้ำหนักต่ำสุดของเครื่องชั่ง (minimum weight, m_{min}) ที่คำนวณได้เท่ากับ 14 mg ดังนั้นห้องปฏิบัติการจะต้องกำหนดค่าน้ำหนักที่สามารถชั่งได้ของเครื่องชั่ง โดยคำนวณค่า Safety factor ซึ่งจะต้องมีค่ามากกว่าค่าน้ำหนักต่ำสุดของเครื่องชั่ง โดยปกติจะกำหนดค่า Safety factor มากกว่า 1 (แนะนำให้ใช้ค่า Safety Factor = 2) โดยคำนวณจาก

$$\text{Safety Factor} = \frac{\text{น้ำหนักต่ำสุดที่ห้องปฏิบัติการใช้งาน (Small net weight)}}{\text{น้ำหนักต่ำสุดของเครื่องชั่ง (m}_{min}\text{)}}$$

ห้องปฏิบัติการต้องตรวจสอบเครื่องชั่งเพื่อให้มีความมั่นใจในการชั่งน้ำหนักได้ถูกต้อง หากมีการเบี่ยงเบนของเครื่องชั่งสามารถตรวจสอบได้ทันที และต้องมีการสอบเทียบจากหน่วยงานภายนอกที่มีความสามารถในการสอบเทียบเพื่อประเมินประสิทธิภาพของเครื่องในภาพรวม และทำให้ทราบค่าน้ำหนักต่ำสุดของเครื่องชั่ง และแสดงความสามารถสอบกลับได้ของเครื่องชั่งนั้นๆ ดังนั้นห้องปฏิบัติการควรมิคุ้มน้ำหนักไว้ใช้ในการตรวจสอบเครื่องชั่งอย่างจำนวน 2 ตุ่ม ได้แก่ ตุ่มน้ำหนักสำหรับการตรวจสอบ Sensitivity (accuracy) ซึ่งเป็นตุ่มน้ำหนักที่ทราบค่าแน่นอน และมีน้ำหนักระหว่าง 5 % ถึง 100 % ของค่าน้ำหนักสูงสุดของเครื่องชั่ง (Balance's capacity) และตุ่มน้ำหนักสำหรับการตรวจสอบ repeatability ซึ่งมีน้ำหนักน้อยกว่า $\leq 5\%$ ของค่าน้ำหนักสูงสุดของเครื่องชั่ง (Balance's capacity)

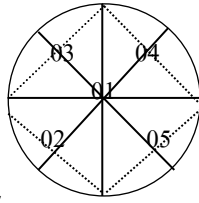
1.1 ตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Tare/Zero check	เครื่องชั่งอ่านได้ค่า "0" ทุกครั้งก่อนใช้งาน	ทุกครั้งที่ใช้งาน	เป็นการตรวจเช็คค่าเครื่องชั่งอ่านได้ค่า "0" และไม่มี drift ของเครื่องชั่ง
2. Internal Calibration	ตามข้อกำหนดของเครื่อง	ทุกครั้งที่ใช้งาน	ทำการสอบเทียบโดยปฏิบัติตามคู่มือปฏิบัติของเครื่องมือ
3. Single point check หรือ Repeatability checks	Single point Check: User Check Correction < 3SD ของ repeatability จากการสอบเทียบ หรือ Repeatability Checks: 2SD/Test weight $\leq 0.10\%$	ขึ้นกับการใช้งานเครื่องชั่ง	Single point check หรือ repeatability checks ขึ้นกับการใช้งานของแต่ละสาขา เช่น หากเป็นการทดสอบด้านยาจะต้องทำ repeatability check โดยทำการชั่งน้ำหนัก 10 ซ้ำ Single point check: น้ำหนักที่ใช้ต้องใกล้เคียงกับน้ำหนักสูงสุดของเครื่องชั่ง (not less than 80%) ดำเนินการโดย <ul style="list-style-type: none"> - tare เครื่องชั่ง อ่านค่าจากเครื่อง (z_1) - วางตุ่มน้ำหนัก บันทึกค่า m_1 - เอาตุ่มน้ำหนักออก อ่านค่าจากเครื่อง (z_2) - วางตุ่มน้ำหนัก บันทึกค่า m_2 - คำนวณค่า User Check Correction โดย $C1 = M - (m_1 - z_1)$ $C2 = M - (m_2 - z_2)$ User Check Correction = $(C1 + C2) / 2$

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
			<p>Repeatability checks ทำการชั่งน้ำหนักของตุ้มน้ำหนักที่มีค่าน้อยกว่า 5% ของค่าน้ำหนักสูงสุดของเครื่องชั่ง (Balance's capacity) จำนวน 10 ชั่ง คำนวณหาค่า standard deviation Single point check หรือ repeatability checks ขึ้นกับการใช้งานของแต่ละสาขา เช่น หากเป็นการทดสอบด้านยา จะต้องทำ repeatability check โดยทำการชั่งน้ำหนัก 10 ชั่ง</p> <p>Single point check: น้ำหนักที่ใช้ต้องใกล้เคียงกับน้ำหนักสูงสุดของเครื่องชั่ง (not less than 80%) ดำเนินการโดย</p> <ul style="list-style-type: none"> - tare เครื่องชั่ง อ่านค่าจากเครื่อง (z_1) - วางตุ้มน้ำหนัก บันทึกค่า m_1 - เอาตุ้มน้ำหนักออก อ่านค่าจากเครื่อง (z_2) - วางตุ้มน้ำหนัก บันทึกค่า m_2 - คำนวณค่า User Check Correction โดย $C1 = M - (m1 - z1)$ $C2 = M - (m2 - z2)$ $\text{User Check Correction} = (C1 + C2)/2$

1.2 การสอบเทียบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Sensitivity (Accuracy)	ขึ้นกับข้อกำหนดของเครื่อง กรณีที่ต้องการชั่งที่มีความถูกต้องสูง (accurately weighed) ค่าความผิดพลาด $\pm 0.05\%$	1 ครั้ง/ปี หรือเมื่อเครื่องมีปัญหา	ชั่งน้ำหนักของตุ้มน้ำหนักที่ทราบค่าแน่นอน และมีน้ำหนักระหว่าง 5% ถึง 100% ของค่าน้ำหนักสูงสุดของเครื่องชั่ง (Balance's capacity) โดยใช้วิธีสอบเทียบตามผู้ผลิตหรือข้อกำหนดของ UKASS หรือ DKD
2. Repeatability	2SD ทหาร Test weight $\leq 0.10\%$	1 ครั้ง/ปี หรือเมื่อเครื่องมีปัญหา	ชั่งน้ำหนักของตุ้มน้ำหนักที่มีค่าน้อยกว่า 5% ของค่าน้ำหนักสูงสุดของเครื่องชั่ง (Balance's capacity) จำนวน 10 ชั่ง คำนวณหาค่า standard deviation
3. Non Linearity	ขึ้นกับข้อกำหนดของเครื่อง	1 ครั้ง/ปี หรือเมื่อเครื่องมีปัญหา	ใช้วิธีสอบเทียบตามผู้ผลิตหรือข้อกำหนด UKASS หรือ DKD

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
4. Eccentricity	ค่าความแตกต่าง เท่ากับ $\pm 0.05\%$	1 ครั้ง/ปี หรือเมื่อ เครื่องมือ มีปัญหา	ชั่งน้ำหนักของคัมน้ำหนักที่ทราบค่าแน่นอน และมี น้ำหนัก 30% ของค่าน้ำหนักสูงสุดของเครื่องชั่ง (Balance's capacity) หรือมากกว่าในตำแหน่ง ต่างๆ ดังรูป  เปรียบเทียบค่าน้ำหนักแต่ละมุมกับค่าตรงจุดกลาง

1.3 การบำรุงรักษา

ผู้ใช้เครื่องควรตรวจสอบและทำความสะอาดเครื่องชั่ง งานชั่ง พื้นรอบงานชั่ง และตัวเครื่องชั่ง
 ทุกครั้งก่อนและหลังการใช้งาน และมีข้อระวัง ดังนี้

- 1.3.1 โต้ะสำหรับวางเครื่องชั่ง จะต้องมั่นคง แข็งแรงไม่แอ่นตัว
- 1.3.2 เครื่องชั่งจะต้องตั้งระดับลูกน้ำ เพื่อให้เครื่องงานชั่งสมดุล
- 1.3.3 ควรเปิดเครื่องทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที ก่อนใช้งาน เพื่อเป็นการ Warm เครื่อง
- 1.3.4 การชั่งน้ำหนัก ควรวางสิ่งที่ต้องการชั่งตรงกลางงาน
- 1.3.5 ควรรับน้ำหนักของที่ชั่งออกจากงานชั่งเมื่อชั่งเสร็จแล้ว เพื่อหลีกเลี่ยงการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ
 และความชื้นภายในเครื่องชั่ง และ Load Cell ล้า
- 1.3.6 อุณหภูมิภายในห้องเครื่องชั่งควรคงที่ เนื่องจากอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป 1 องศา จะทำให้เครื่องชั่ง
 อ่านค่าผิดไป 1-2 ส่วนในล้านส่วน และไม่ควรชั่งของที่ร้อน
- 1.3.7 ความชื้นสัมพัทธ์ในห้องเครื่องชั่งควรอยู่ระหว่าง 45-60 %
- 1.3.8 ป้องกันกระแสลมจากเครื่องปรับอากาศ หรือเครื่องมือที่ทำให้เกิดกระแสลม
- 1.3.9 ไม่ควรชั่งน้ำหนักเกินค่าพิกัดสูงสุดของเครื่อง
- 1.3.10 ห้ามชั่งสารเคมีโดยตรงบนงานชั่ง การชั่งสารเคมีที่สามารถกัดกร่อนโลหะ หรือระเหย เช่น
 ไอโอดีน ให้ชั่งในขวดชั่งสารที่มีฝาปิด

2. pH Meter

เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส เป็นเครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่ใช้วัดความเป็นกรดหรือเบสของสารละลาย ซึ่งเป็นเครื่องมือวัดชนิดหนึ่งที่มีความสำคัญ และมีการใช้งานกันอย่างแพร่หลาย โดยมีส่วนประกอบหลัก 2 ส่วน ได้แก่ probe หรือ อิเล็กโทรด และเครื่องวัดศักย์ไฟฟ้า (meter) อิเล็กโทรดที่พบได้ในห้องปฏิบัติการส่วนมากแล้ว จะเป็นชนิด glass electrode ที่เชื่อมต่อกับเครื่องวัดศักย์ไฟฟ้าแล้วเปลี่ยนการแสดงผลเป็นค่า pH เพื่อให้ผลการวัดที่ถูกต้องและเชื่อถือได้ เครื่องมือดังกล่าวจึงจำเป็นต้องมีการตรวจสอบและสอบเทียบอย่างสม่ำเสมอ การสอบเทียบเป็นการตรวจสอบประสิทธิภาพความถูกต้องและความแม่นยำในการทำงานของเครื่อง เพื่อเป็นข้อมูลยืนยันว่า เครื่องมือนั้นสามารถนำไปใช้ได้ตามวัตถุประสงค์ การประเมินผลความถูกต้องของการทำงานของเครื่องจะตัดสินโดยใช้เกณฑ์กำหนดตามมาตรฐานสากล หรือข้อกำหนดของผู้ผลิตเครื่องมือ หรือตามความเหมาะสมของงานที่ตรวจวิเคราะห์นั้น

2.1 ตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ											
การตรวจสอบสภาพของ electrode	Relative slope ≥ 95%	ทุกครั้งที่ใช้งาน	<ul style="list-style-type: none"> - ปรับเครื่องให้พร้อมทำงานด้วย Working standard buffer pH 7.0 และ 4.0 - วัดค่า Potential และ อุณหภูมิ ของ สารละลาย Working standard buffer pH 4.0 และ สารละลาย Working standard buffer pH 7.0 - คำนวณค่า measured slope และ relative slope <table border="1" style="margin-left: 20px;"> <thead> <tr> <th rowspan="2">Working Std. Buffer (Value)</th> <th colspan="2">Read Value</th> </tr> <tr> <th>Temp (°C)</th> <th>mV</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>4.01</td> <td>25</td> <td>175.00</td> </tr> <tr> <td>7.00</td> <td>25</td> <td>5.00</td> </tr> </tbody> </table> <p style="margin-left: 20px;">Measured slope = $\frac{\text{potential difference}}{\text{pH difference}}$</p> <p style="margin-left: 20px;">Relative slope = $\frac{\text{measurement slope} \times 100}{\text{Theoretical slope}}$</p> <p style="margin-left: 20px;">Theoretical slope ที่ 25°C = 59.16 mV/pH</p> <p style="margin-left: 20px;">Relative slope = $\frac{(175 - 5)}{2.99} \times 100$</p> <p style="margin-left: 40px;">59.16</p> <p style="margin-left: 40px;">= 96.10 %</p>	Working Std. Buffer (Value)	Read Value		Temp (°C)	mV	4.01	25	175.00	7.00	25	5.00
Working Std. Buffer (Value)	Read Value													
	Temp (°C)	mV												
4.01	25	175.00												
7.00	25	5.00												

2.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. ความถูกต้องของการแสดงค่า millivolt (mV) หรือ pH ของเครื่อง	ตามข้อกำหนดของผู้ผลิตหรือตามความเหมาะสมของงาน	1 ครั้ง/ปี	ทำการสอบเทียบค่า pH หรือ Voltage ตามวิธีการของแต่ละบริษัทผู้ผลิต โดยใช้ pH simulator ที่ผ่านการทดสอบเทียบ
2. ความถูกต้องของการวัด pH		1 ครั้ง/ปี	ตรวจสอบความถูกต้องของการวัดค่าความเป็นกรด-เบส ของ Reference standard buffer pH 4.0 และ 7.0 และคำนวณค่าความแตกต่างของค่าที่วัดได้กับค่าที่ระบุในใบรับรอง
3. Potential slope	Slope \geq 85%	1 ครั้ง/ปี	หาความสัมพันธ์ระหว่างค่า Potential (mV) และค่า pH โดยคำนวณจากสูตร $\text{Measured slope} = \frac{\text{potential difference}}{\text{pH difference}}$ $\text{Relative slope} = \frac{\text{measurement slope} \times 100}{\text{Theoretical slope}}$
4. Zero point	Zero point = 0 ± 30 mV	1 ครั้ง/ปี	ปรับเครื่องให้พร้อมทำงานด้วย Working standard buffer pH 7.0 และ 4.0 แล้ว วัดค่า potential ของ reference standard buffer 7.0

2.3 การบำรุงรักษา

2.3.1 เลือกชนิดอิเล็กโทรดให้เหมาะสมกับตัวอย่าง

2.3.2 วิธีล้างอิเล็กโทรด ให้แช่ในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริก หรือกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ นานประมาณ 30 นาที และเก็บโดยแช่ในสารละลายโปแตสเซียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 3 โมลาร์

2.3.3 กรณีใช้อิเล็กโทรดใหม่ที่ไม่เคยใช้งาน ควรปฏิบัติดังนี้

2.3.3.1 แช่อิเล็กโทรดในน้ำกลั่นทิ้งไว้ 20 ชั่วโมง

2.3.3.2 เปิดเครื่อง ทิ้งไว้ประมาณ 5-10 นาที หรือตามที่กำหนดไว้ในคู่มือ เพื่ออุ่นเครื่อง

2.3.3.3 ติดตั้งอิเล็กโทรด ล้างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นและซับให้แห้งด้วยกระดาษนุ่ม ตั้งอุณหภูมิตามที่กำหนดบนขวดสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่เลือกใช้

2.3.3.4 จุ่มอิเล็กโทรดในสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานค่า pH 7.0 กรณีใช้เครื่องมือชนิดที่มีโพรบ (probe) วัดอุณหภูมิต่างหาก ให้จุ่ม yrobe นั้นในสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานด้วย

2.3.3.5 ปรับปุ่มเปรียบเทียบ (calibrate) ให้ได้ค่า pH 7.0

2.3.3.6 ล้างอิเล็กโทรดให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นและซับให้แห้งด้วยกระดาษนุ่ม จุ่มอิเล็กโทรดในสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานค่า pH 4.0 หรือ 9.0 ปรับปุ่ม slope ให้ได้ค่า pH ตาม ค่าสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่เลือกใช้ (pH 4.0 หรือ 9.0)

2.3.3.7 ตรวจสอบซ้ำโดยเปลี่ยนสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานใหม่อีกครั้ง

2.3.4 ข้อควรระวังในการใช้อิเล็กโทรด เพื่อยืดอายุการใช้งาน มีดังนี้

2.3.4.1 กรณีหยุดใช้งานชั่วคราวในระยะสั้น สามารถแช่อิเล็กโทรดในน้ำกลั่นหรือสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานค่า pH 4.0 ให้กดปุ่ม standby และรักษาระดับสารละลายเกลือภายในให้สูงกว่าระดับน้ำข้างนอก ส่วนการเก็บอิเล็กโทรดในระยะยาว ควรเก็บโดยแช่ในสารละลายชนิดเดียวกับที่บรรจุในอิเล็กโทรด

2.3.4.2 ระวังไม่ให้มีฟองอากาศในอิเล็กโทรด ถ้าพบฟองอากาศให้เขย่าแรง ๆ ตามแนวตั้งของอิเล็กโทรด เพื่อไล่ฟองอากาศนั้นออกทางด้านบน หรือเปลี่ยนสารละลายที่บรรจุในอิเล็กโทรดใหม่

2.3.4.3 ค่า pH แกว่งตลอดเวลา แสดงว่าอาจมีคราบไขมันหรือโปรตีนเคลือบที่ผิวอิเล็กโทรด ให้เช็ดออกเบาๆ ด้วยสำลีหรือผ้านุ่มชุบอะซิโตนหรือแอลกอฮอล์ และแช่อิเล็กโทรดในน้ำกลั่นทิ้งไว้สักครู่

2.3.4.4 ห้ามทำความสะอาดอิเล็กโทรดในอ่างน้ำความถี่สูง (ultrasonic) เพราะแรงสั่นสะเทือนจะทำลายโครงสร้างภายในของอิเล็กโทรด

2.3.4.5 ควรเปลี่ยนสารละลายโปแตสเซียมคลอไรด์บ่อยๆ เพื่อป้องกันผลจากการรบกวนด้วยสารเจือปนอื่นๆ จึงควรเลือกใช้โปแตสเซียมคลอไรด์ชนิดที่มีความบริสุทธิ์สูงมาก ในกรณีที่พบว่ามีการเจือปนมาก ควรใช้น้ำกลั่นล้างภายในอิเล็กโทรดหลาย ๆ ครั้ง

2.3.4.6 เปิดช่องระบายอากาศตอนบนอิเล็กโทรดเมื่อวัด pH และปิดช่องนี้เมื่อเลิกใช้งาน

2.3.4.7 วัดสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานเมื่อเลิกใช้แล้วควรปิดให้แน่น เพื่อป้องกันไม่ให้อากาศสัมผัสกับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และป้องกันเชื้อรา หากพบว่ามีการขึ้นห้ามใช้เด็ดขาด นอกจากนี้สารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่ใช้แล้ว หรือเทออกจากขวดแล้ว ห้ามเทกลับเข้าขวดอีก

3. Automatic Titration

Automatic Titration เป็นเครื่องมือวิทยาศาสตร์ชนิดหนึ่งที่ใช้ในห้องปฏิบัติการสำหรับการตรวจวิเคราะห์โดยอาศัยขบวนการไทเทรต นอกจากนั้น Automatic Titration ยังสามารถใช้สำหรับวัดความเป็นกรด-เบส ของสารละลายได้ด้วย ดังนั้นเพื่อให้ผลการตรวจวิเคราะห์/ตรวจวัดที่เชื่อถือได้จึงจำเป็นต้องมีการตรวจสอบและสอบเทียบเครื่องมือเพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพความถูกต้องและความแม่นยำในการทำงานของเครื่อง วิธีการทำโดยการตรวจสอบ/สอบเทียบความถูกต้องของการทำงานของแต่ละส่วนประกอบของเครื่อง เช่น electrode, exchange unit, electronic system และการทำงานของเครื่องมือทั้งระบบ เนื่องจากการทำงานของแต่ละส่วนประกอบมีผลต่อความถูกต้องของผลวิเคราะห์ หลักการสอบเทียบทำได้โดยการเปรียบเทียบค่าที่วัดได้จากการทำงานของเครื่องกับค่าที่รู้ค่าที่แน่นอน หรือค่าที่ตั้งไว้ เพื่อหา correct result และประเมินความแตกต่างทางสถิติ เพื่อหา systemic error (precision or reproducibility) การประเมินผลความถูกต้องของการทำงานของเครื่อง กำหนดมาตรฐานสากลหรือข้อกำหนดของผู้ผลิตเครื่องมือ หรือตามความเหมาะสมของงานที่ตรวจวิเคราะห์นั้น

3.1 ตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Precision	$RSD \leq 0.2\%$	ทุกครั้งที่ใช้งาน	ทำการไทเทรต 3 ซ้ำ ที่ 3 ความเข้มข้นของวัสดุอ้างอิงรับรองที่มีความบริสุทธิ์สูง เช่น Benzoic acid RV หรือ tris (hydroxymethyl)- aminomethane (TRIS) ด้วยสารละลาย titrant ที่เตรียมใหม่ๆ โดยชนิดของ titrant ขึ้นกับวัสดุอ้างอิงรับรองที่เลือก การ titrate ให้ใช้ปริมาตรของ titrant อยู่ในช่วง 20% ถึง 90% ของปริมาตร burette ที่ใช้คำนวณค่า relative standard deviation ของ titers
2. Accuracy	$d_{rel} \pm 2\%$	ทุกครั้งที่ใช้งาน	ทำการไทเทรต 3 ซ้ำ ที่ 3 ความเข้มข้นของวัสดุอ้างอิงรับรองที่มีความบริสุทธิ์สูง เช่น Benzoic acid RV หรือ tris (hydroxymethyl)- aminomethane (TRIS) ด้วยสารละลาย titrant ที่เตรียมใหม่ๆ โดยชนิดของ titrant ขึ้นกับวัสดุอ้างอิงรับรองที่เลือก คำนวณค่า theoretical titer ของสารละลาย titrant และค่า systematic deviation (d_{rel}) $Titer_{theoretical} (at X^{\circ}C) = 1.000 + 0.0002 (20 - x)$ โดย X คือค่าเฉลี่ยของอุณหภูมิเริ่มต้นและอุณหภูมิสุดท้ายของสารละลาย titrant $d_{rel} = \frac{titer_{mean} - titer_{theoretical}}{titer_{theoretical}} \times 100$

3.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลากำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. Precision	$RSD \leq 0.2\%$	1 ครั้ง/ปี	ทำการไทเทรต 3 ซ้ำ ที่ 3 ความเข้มข้นของวัสดุอ้างอิงรับรองที่มีความบริสุทธิ์สูง เช่น Benzoic acid RV หรือ tris (hydroxymethyl) – aminomethane (TRIS) ด้วยสารละลาย titrant ที่เตรียมใหม่ๆ โดยชนิดของ titrant ขึ้นกับวัสดุอ้างอิงรับรองที่เลือก การ titrate ให้ใช้ปริมาตรของ titrant อยู่ในช่วง 20% ถึง 90% ของปริมาตร burette ที่ใช้ คำนวณค่า relative standard deviation ของ titers

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
2. Accuracy	$d_{rel} \pm 2\%$	1 ครั้ง/ปี	ทำการไทเทรต 3 ซ้ำ ที่ 3 ความเข้มข้นของวัสดุอ้างอิงรับรองที่มีความบริสุทธิ์สูง เช่น Benzoic acid RV หรือ tris (hydroxymethyl) – aminomethane (TRIS) ด้วยสารละลาย titrant ที่เตรียมใหม่ๆ โดยชนิดของ titrant ขึ้นกับวัสดุอ้างอิงรับรองที่เลือก คำนวณค่า theoretical titer ของสารละลาย titrant และค่า systematic deviation (d_{rel}) $\text{Titer}_{\text{theoretical}} (\text{at } X^{\circ}\text{C}) = 1.000 + 0.0002 (20 - x)$ โดย X คือค่าเฉลี่ยของอุณหภูมิเริ่มต้นและอุณหภูมิสุดท้ายของสารละลาย titrant $d_{rel} = \frac{\text{titer}_{\text{mean}} - \text{titer}_{\text{theoretical}}}{\text{titer}_{\text{theoretical}}} \times 100$
3. Linearity (optional)	$R^2 \geq 0.990$	1 ครั้ง/ปี	ทำการไทเทรต 3 ซ้ำ โดยใช้น้ำหนักของวัสดุอ้างอิงรับรองที่มีความบริสุทธิ์สูง เช่น Benzoic acid RV หรือ tris (hydroxymethyl) – aminomethane (TRIS) จำนวน 5 ค่า โดยให้ใช้ปริมาตรของ titrant อยู่ในช่วง 20 % ถึง 90 % ของปริมาตร burette ที่ใช้ ด้วยสารละลาย titrant ที่เตรียมใหม่ๆ โดยชนิดของ titrant ขึ้นกับวัสดุอ้างอิงรับรองที่เลือก คำนวณค่า linear regression ระหว่างปริมาตรของ titrant เป็นมิลลิลิตร (y-coordinate) กับ น้ำหนักของวัสดุอ้างอิงรับรอง เป็นกรัม (x-coordinate)

3.3 การบำรุงรักษา

3.3.1 สารละลายมาตรฐานที่ใช้ titrant ควรเตรียมใหม่ทุกๆ 3 เดือน

3.3.2 ควรทำการตรวจมาตรฐาน (standardization) ของสารละลายมาตรฐานทุกครั้งที่ทำการวิเคราะห์และควรทำในสถานะเดียวกันกับการไทเทรตสารละลายตัวอย่าง

3.3.3 เมื่อเปลี่ยน titrant แต่ละครั้งให้ล้างลูกสูบในบิวเรตต์ (burette unit) ทุกครั้งเพื่อป้องกันการปนเปื้อน (contaminate)

3.3.4 การเตรียมสารละลายไทเทรนต์ (Titrant) ควรเตรียมให้มีความเข้มข้นมากกว่าสารละลายไทเทรนต์ (titrant) ประมาณ 10-100 เท่า และที่เหมาะสมคือ 100 เท่า เพื่อให้สารละลายมีการเปลี่ยนแปลงปริมาตรเพียงเล็กน้อย

3.3.5 การใช้โหมดการวัดการนำไฟฟ้า (conductivity) ความผิดพลาดในการหาจุดยุติอาจมีสาเหตุ ดังนี้

3.3.5.1 มีตะกอนเกาะติดที่ขั้วของอิเล็กโทรด ทำให้ค่าการนำไฟฟ้าที่วัดได้ไม่ถูกต้อง
3.3.5.2 ตะกอนที่เกิดระหว่างการไทเทรตล้อมรอบไอออนไว้ภายใน ทำให้ไม่สามารถ
ทำปฏิกิริยากับตัว titrant

3.3.5.3 ปฏิบัติการเกิดตะกอนซ้ำเกินไป

3.3.6 การปรับเปลี่ยนช่วงความไว (sensitivity range) ของเครื่องมือควรทำเมื่อเครื่องอยู่ใน
ในสภาวะ standby เพื่อป้องกันการตีกลับของเข็มชี้ของระบบบันทึกสัญญาณ

3.3.7 Piston Burette Unit หากไม่ใช้เครื่องเป็นเวลานาน ควรล้าง piston burette unit
ให้สะอาด ทำให้แห้ง เก็บให้เรียบร้อย เนื่องจากการแช่สารละลายมาตรฐานไว้นาน ๆ อาจมีผลึกหรือตะกอน
เกิดขึ้น ทำให้เป็นรอยขีดข่วนบน position burette เมื่อนำมาใช้งานเป็นสาเหตุให้สารละลายมาตรฐานรั่วซึม

4. Hot air oven

ตู้อบลมร้อนเป็นเครื่องมือวิทยาศาสตร์ใช้สำหรับอบวัสดุอุปกรณ์ทางวิทยาศาสตร์และใช้ในการทดสอบ
ต่าง ๆ ที่ต้องการระดับอุณหภูมิที่ถูกต้องและเหมาะสมกับการใช้งาน ตู้อบร้อนประกอบด้วยส่วนที่สำคัญ คือ
แหล่งกำเนิดความร้อน ตู้อบร้อนบางชนิดจะมีพัดลมในการช่วยกระจายความร้อนด้วย หากห้องปฏิบัติการใช้ตู้อบ
ร้อนสำหรับการทดสอบที่ต้องการอุณหภูมิที่มีความถูกต้อง แม่นยำ จะต้องมีการทวนสอบและสอบเทียบตาม
ระยะเวลาที่กำหนด ได้แก่ การตรวจวัดค่าความแม่นยำของอุณหภูมิที่อ่านได้และความสม่ำเสมอของการกระจายความ
ร้อนภายในตู้อบร้อน ซึ่งการตรวจสอบและสอบเทียบตู้อบร้อนควรดำเนินการ ดังนี้

4.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
การรั่วของตู้อบ ลมร้อน	≤ 20 นาที	ทุกวันที่ ใช้งาน	เปรียบเทียบระยะเวลาตั้งแต่สอบการเปิดเครื่อง จนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ โดยการอ่านอุณหภูมิจาก เทอร์โมมิเตอร์ประจำเครื่องและบันทึกเวลาที่ใช้ เทียบกับระยะเวลาเมื่อเริ่มใช้งานตู้อบหลังจากมี การสอบเทียบอุณหภูมิเดียวกัน

4.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลากำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
1. ความแม่นยำของ เทอร์โมมิเตอร์ ประจำตู้อบร้อน (Accuracy & Precision)	$\pm 2.5^{\circ}\text{C}$	ตรวจสอบ ทุก 6 เดือน และ สอบเทียบ 1 ครั้ง/ปี	ใช้ Thermocouple มาตรฐานที่มีใบรับรองการ สอบเทียบ ทำการสอบเทียบตู้อบร้อน โดยติดตั้ง Thermocouple ในตำแหน่งต่างๆ ทั้ง 8 มุม ภายในตู้อบร้อนโดยห่างจากผนังตู้อย่างน้อย 10 เซนติเมตร และจุดกึ่งกลางตู้ รวม 9 จุด ทำการ อ่านอุณหภูมิจำนวน 5 ซ้ำ ระยะเวลาห่างกัน
2. การกระจาย ความร้อน (Uniformity)	$\pm 2.5^{\circ}\text{C}$	ตรวจสอบ ทุก 6 เดือน และ สอบเทียบ 1 ครั้ง/ปี	15 นาทีเปรียบเทียบความแม่นยำของอุณหภูมิโดยใช้ ค่าที่อ่านได้จากจุดกึ่งกลางกับค่าที่อ่านของ Thermocouple มาตรฐาน โดยคำนวณจากสูตร อุณหภูมิที่อ่านได้ = $(T_{\max} + T_{\min}) / 2$ T_{\max} = อุณหภูมิสูงสุด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
			T_{min} = อุณหภูมิต่ำสุด จำนวนการกระจายความร้อน (Uniformity) โดยใช้สูตร $Uniformity = T_{(max\ of\ max)} - T_{(min\ of\ min)}$ $T_{(max\ of\ max)}$ = อุณหภูมิสูงสุดที่อ่านได้จาก 9 จุด $T_{(min\ of\ min)}$ = อุณหภูมิต่ำสุดที่อ่านได้จาก 9 จุด

4.3 การบำรุงรักษา

- 4.3.1 เช็ดทำความสะอาดชั้นวางของภายในตู้ และผนังภายนอกตู้ด้วยผ้าชุบน้ำสะอาด
- 4.3.2 เมื่อตรวจพบการเกิดสนิมบนผิวตู้อบลมร้อนที่ทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม ให้เช็ดด้วยสารละลายกรดไนตริกหรือกรดไฮโดรฟลูออริก ที่จางไว้ประมาณ 2 นาที ล้างด้วยน้ำสะอาดและเช็ดให้แห้ง
- 4.3.3 ตรวจสอบสภาพของขอบยางประตูตู้ โดยสังเกตรอยแตกหรือฉีกขาดและความยืดหยุ่นของยางทุกสัปดาห์
- 4.3.4 ใช้น้ำมันหล่อลื่น หล่อลื่นบานพับประตู ทุก 3 เดือน
- 4.3.5 ทำความสะอาดแผงวงจรไฟฟ้าและแหล่งกำหนดความร้อนและตัวไวความร้อน โดยใช้เครื่องเป่าลมทุก 1 ปี

5. Incubator

ตู้อบเพาะเชื้อเป็นเครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่มีการควบคุมอุณหภูมิของอากาศภายในตู้และมีส่วนประกอบที่สำคัญ คือ แหล่งกำเนิดความร้อน ตู้อบร้อนบางชนิดจะมีพัดลมในการช่วยกระจายความร้อนให้มีความสม่ำเสมอ การใช้งานสำหรับการทดสอบต่างๆ จึงจำเป็นต้องมีการตรวจสอบหรือสอบเทียบเพื่อให้มั่นใจว่าตู้อบเพาะเชื้อสามารถใช้งานได้ อย่างถูกต้องแม่นยำ ตู้อบเพาะเชื้อที่กล่าวถึง ได้แก่ ตู้อบเพาะเชื้อแบบไร้อากาศ ซึ่งเป็นตู้อบที่ออกแบบให้มีระบบออกซิเจนออกจาก Chamber และมีระบบการบรรจุแก๊สเฉื่อย (ส่วนใหญ่เป็นแก๊สผสมระหว่าง nitrogen, carbon-dioxide และ hydrogen อัตราส่วน 80:10:10) และตู้อบเพาะเชื้อแบบใช้คาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งออกแบบให้มีระบบบรรจุและควบคุมระดับคาร์บอนไดออกไซด์และความชื้นภายในตู้ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการตรวจสอบ ดังนี้

5.1 การตรวจสอบขณะใช้งาน

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
ตู้อบเพาะเชื้อแบบไร้อากาศ			
1. ภาวะไร้ออกซิเจน	ข้อกำหนดผู้ผลิตหรือการใช้งาน	ทุกครั้งที่ใช้งาน	เปิดตู้อบเพาะเชื้อและตั้งอุณหภูมิตามที่ใช้งานแล้วนำ chemical indicator solution หรือ chemical indicator strip ใส่ในตู้อบและดูอากาศออกให้หมดตามวิธีการใช้เครื่องมือครบกเวลากำหนดให้ตรวจสอบสีของ chemical indicator solution หรือ chemical indicator strip

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
ตู้อบเพาะเชื้อแบบใช้คาร์บอนไดออกไซด์			
2. ปริมาณคาร์บอนไดออกไซด์	ข้อกำหนดผู้ผลิตหรือการใช้งาน	ทุกครั้งที่ใช้งาน	เปิดตู้อบเพาะเชื้อ โดยตั้งอุณหภูมิ ระดับคาร์บอนไดออกไซด์ และความชื้นตามที่ใช้งานติดตั้งเครื่องวัดระดับคาร์บอนไดออกไซด์ อ่านค่าเมื่อระดับคงโดยทำซ้ำ 5 ครั้ง

5.2 การตรวจสอบ/สอบเทียบตามระยะเวลาที่กำหนด

รายการ	เกณฑ์ยอมรับ	ความถี่	วิธีการตรวจสอบ/สอบเทียบ
ความแม่นยำของเทอร์โมมิเตอร์ประจำตู้อบร้อน (Accuracy & Precision)	$\pm 2.5^{\circ}\text{C}$	1 ครั้ง/ปี	ใช้ Thermocouple มาตรฐานที่มีใบรับรองการสอบเทียบ ทำการสอบเทียบตู้อบร้อน โดยติดตั้ง Thermocouple ในตำแหน่งต่างๆ ทั้ง 8 มุม ภายในตู้อบร้อนโดยห่างจากผนังตู้อย่างน้อย 10 เซนติเมตร และจุดกึ่งกลางตู้ รวม 9 จุด ทำการอ่านอุณหภูมิจำนวน 5 ซ้ำระยะเวลาห่างกัน 15 นาที เปรียบเทียบความแม่นยำของอุณหภูมิโดยใช้ค่าที่อ่านได้จากจุดกึ่งกลางกับค่าที่อ่านของ Thermocouple มาตรฐาน โดยคำนวณจากสูตร $\text{อุณหภูมิที่อ่านได้} = (T_{\max} + T_{\min}) / 2$ $T_{\max} = \text{อุณหภูมิสูงสุด}$ $T_{\min} = \text{อุณหภูมิต่ำสุด}$ คำนวณการกระจายความร้อน (Uniformity) โดยใช้สูตร $\text{Uniformity} = T_{(\max \text{ of max})} - T_{(\min \text{ of min})}$ $T_{(\max \text{ of max})} = \text{อุณหภูมิสูงสุดที่อ่านได้จาก 9 จุด}$ $T_{(\min \text{ of min})} = \text{อุณหภูมิต่ำสุดที่อ่านได้จาก 9 จุด}$

5.3 การบำรุงรักษา

5.3.1 การทำความสะอาด ควรดำเนินการทุก 1 เดือน โดยใช้สำลีชุบ 70% alcohol หรือน้ำยาฆ่าเชื้อจุลินทรีย์หรือไอของต่างทับทิม โดยเช็ดทำความสะอาดภายในตู้ หรืออบด้วยน้ำยาฆ่าเชื้อจุลินทรีย์

5.3.2 ทำความสะอาดภาตหรือภาชนะรองรับน้ำจากระบบละลายน้ำแข็งของระบบทำความเย็น

6.3 การตรวจสอบและสอบเทียบเครื่องมือทั่วไป

ลำดับ	ชื่อเครื่องมือ	ระยะเวลาตรวจสอบ	ระยะเวลาสอบเทียบ	วิธีการหรือมาตรฐานอ้างอิง
1.	Autoclave	1, 6 เดือน	-	ตรวจสอบประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อด้วย biological indicators ทุก 1 เดือน และตรวจสอบความแน่นของอุณหภูมิและเวลาทุก 6 เดือน
2.	Centrifuge	-	1 ปี	ตรวจสอบความเร็วรอบโดยใช้ Tachometer ที่ผ่านการสอบเทียบ หรือสอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
3.	Conductivity Meters	6 เดือน	1 ปี	ตรวจสอบ Cell constant โดยใช้สารละลายมาตรฐาน ตามมาตรฐาน ISO 7888, OIML R 56 & OIML R 68 หรือ สอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
4.	Density meter	1 ปี	1 ปี	ตรวจสอบตามมาตรฐาน ASTM D4052 หรือ สอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
5.	Muffle Furnaces	6 เดือน	1 ปี	ตรวจสอบภายในห้องปฏิบัติการตาม BS 4309, AS 2853 หรือสอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
6.	Hydrometers (Reference)	-	5 ปี	สอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
7.	Hydrometers (Working glass)	6 เดือน	1 ปี	ตรวจสอบภายในห้องปฏิบัติการ ตาม AS 2026 หรือสอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
8.	Hydrometers (Working metal)	6 เดือน	1 ปี	ตรวจสอบภายในห้องปฏิบัติการตาม AS 2026 หรือสอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
9.	Liquid-in-glass Thermometer	6 เดือน	1 ปี	ตรวจสอบ Ice point ตาม NATA Technical Note 19 หรือ เทียบกับ Reference thermometer หรือ สอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการ
10.	Stop watcher, clocks	6 เดือน	1 ปี	ตรวจสอบภายในห้องปฏิบัติการตามโดยโทรศัพท์เทียบเวลามาตรฐาน หรือ GPS signal
11.	Tachometer	1 ปี	5 ปี	ตรวจสอบภายในห้องปฏิบัติการตาม BS 3403 หรือสอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ

ลำดับ	ชื่อเครื่องมือ	ระยะเวลา ตรวจสอบ	ระยะเวลา สอบเทียบ	วิธีการหรือมาตรฐานอ้างอิง
12.	Thermocouple (for checking ovens)	6 เดือน	3 ปี	ตรวจสอบ Ice point หรือที่อุณหภูมิที่เหมาะสม หรือ สอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
13.	Thermohygrographs	3 เดือน	1 ปี	ตรวจสอบภายในห้องปฏิบัติการ ตาม AS 2001.1 Appendices C&D หรือสอบเทียบ ห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
14.	Vacuum oven	6 เดือน	1 ปี	ตรวจสอบภายในห้องปฏิบัติการ ตาม AS 2853 และ AS 1289.0 หรือ สอบเทียบโดย ห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
15.	Viscometers, Reference	-	10 ปี	สอบเทียบตาม ASTM D2162
16.	Viscometers, Working	-	2 ปี	สอบเทียบตาม ASTM D2162
17.	Volumetric glassware (pipettes, burettes, volumetric flasks, distillation receivers)	1 ปี	10 ปี	ตรวจสอบภายในห้องปฏิบัติการตาม AS 2162.1; BS 1797; ISO 4787 หรือสอบเทียบโดย ห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
18.	Reference Weights: Class E ₁ , E ₂	-	2 ปี	สอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
19.	Reference Weights: Class F ₁ , F ₂ , M ₂	-	1 ปี	สอบเทียบโดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ
20.	Working Weights: Class E ₁ , E ₂	-	2 ปี	สอบเทียบภายในห้องปฏิบัติการ หรือสอบเทียบ
21.	Working Weights: Class F ₁ , F ₂ , M ₂	-	1 ปี	สอบเทียบภายในห้องปฏิบัติการ หรือสอบเทียบ โดยห้องปฏิบัติการสอบเทียบ

7. การบันทึกข้อมูลและเอกสารที่ใช้ (Data record and Used document)

-

8. รายละเอียดอื่นๆ (Supplementary notes)

-

9. ประวัติการแก้ไขเอกสาร (History of Change)

แก้ไขครั้งที่	การเปลี่ยนแปลงเอกสาร	ผู้จัดทำ	วันที่ออกเอกสาร
00	เอกสารใหม่	นายอรรฎ หนันขัติ	16 พฤษภาคม 2557
01	- แก้ไขข้อข้อยกเว้นและความมุ่งหมายเพื่อการรับรองตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2017 - ปรับเอกสารอ้างอิงให้เป็นปัจจุบัน ได้แก่ ISO/IEC 17025:2017	นางสาวสิตไพสิฐ เอกะจัมปะกะ	23 มกราคม 2562
02	ปรับเอกสารอ้างอิงให้เป็นปัจจุบัน ได้แก่ ILAC-P10:07/2020, ILAC-P14:09/2020	นางสาวสิตไพสิฐ เอกะจัมปะกะ	26 สิงหาคม 2564
03	ปรับเอกสารอ้างอิงให้เป็นปัจจุบัน ได้แก่ ILAC-G24:2022/OIML D 10:2022 (E)	นางสาวสิตไพสิฐ เอกะจัมปะกะ	8 พฤษภาคม 2567
04	ปรับเอกสารอ้างอิงให้เป็นปัจจุบัน ได้แก่ - เปลี่ยนผู้จัดทำ/ผู้แก้ไข - USP General Chapter <41> และ USP General Chapter <1251> - ปรับปรุงการจัดกลุ่ม Class ตุ่มน้ำหนักรายการ 18-21 ในตารางที่ 6 (หน้า 53) และแก้ไขข้อมูลความถี่การสอบเทียบ	นายชาญฤทธิ สัพพัญญ	