

รายงานผลงานเรื่องเติมการทดลองที่สิ้นสุด

1. แผนงานวิจัย : วิจัยและพัฒนาตามพระราชบัญญัติควบคุมยางเพื่อเพิ่มศักยภาพการผลิตและส่งออกยาง
2. โครงการวิจัย : การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบยางธรรมชาติ
- กิจกรรม : -
- กิจกรรมย่อย (ถ้ามี) : -
3. ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย) : การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก
- ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) : Internal Reference Material Production for Initial Plasticity Test
4. คณะผู้ดำเนินงาน
- หัวหน้าการทดลอง : นางสาวพัชรา อินทะแสง สังกัด กลุ่มวิชาการ กองการยาง
- ผู้ร่วมงาน : นายกิตติคุณ บุญวานิช สังกัด กลุ่มวิชาการ กองการยาง
นางสาววิภาวี พัฒนกุล สังกัด กลุ่มวิชาการ กองการยาง
นางสาวภัทริยา เอื้อสว่างพร สังกัด กลุ่มวิชาการ กองการยาง
นายจรัญ ยะฝา สังกัด สถาบันมาตรวิทยาแห่งชาติ

5. บทคัดย่อ

วัสดุยางมาตรฐานที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพผลการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกในยางแท่งเอสทีอาร์ให้มีความเชื่อมั่น จำเป็นต้องนำเข้าจากต่างประเทศ และมีราคาแพง ในงานวิจัยนี้จึงตระหนักถึงความจำเป็นในการพัฒนาวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกเพื่อใช้ทดแทนวัสดุเดิม โดยศึกษาวิธีผลิตวัสดุอ้างอิงภายใน 2 วิธี ได้แก่ วิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี และวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล ซึ่งวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมีไม่เหมาะสมสำหรับการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน เนื่องจากการเติมสารรักษาสภาพแอมโมเนีย รวมทั้งสารลดน้ำหนักโมเลกุลไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตส่งผลให้ไม่สามารถจับตัวเนื้ออย่างด้วย

กรดฟอร์มิกได้ ดังนั้นวิธีการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในที่เหมาะสม คือวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล โดยการนำน้ำยางสดมาเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน เพื่อรักษาสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกให้คงที่ จับตัวเนื้อยางในน้ำยางสดด้วยกรดฟอร์มิกความเข้มข้น ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน รีดเนื้อยางเป็นแผ่น และอบให้แห้ง บดยางแห้งที่มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกประมาณ 36 หน่วย ด้วยเครื่องบดยางสองลูกกลิ้งจำนวน 30, 20 และ 5 ครั้ง ได้วัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติให้มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกในระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ตามลำดับ สุ่มวัสดุอ้างอิงภายในมาศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยมีเกณฑ์กำหนดคือ ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน ไม่เกิน 2.5 หน่วย การหาความแปรปรวน ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ F_{cal} น้อยกว่า F_{crit} ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 พบว่าวัสดุอ้างอิงภายในทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกในระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย มีความเสถียรที่ระยะเวลา 150, 180 และ 150 วัน ตามลำดับ

Reference material was utilized to guarantee the quality control of the initial plasticity testing for Standard Thai Rubber (STR) but it was imported from foreign country and high-price. This research gave priority to the improvement of internal reference material for initial plasticity testing (IRM-P₀) in order to replace imported-reference material. IRM-P₀ was prepared by two methods including chemical and mechanical method to reduce molecular weight. Chemical method was not successful because the latex preservation with ammonia solution and the addition of hydrogenperoxide and potassium persulfate affected the coagulation of treated latex therefore choosing mechanical method. Mechanical method was carried out by adding 0.15 parts per hundred of rubber (phr) of 10 % (w/v) hydroxylamine neutral sulfite which was viscosity stabilizer agent for control initial plasticity value. Treated-latex was coagulated with 4 parts per hundred of rubber (phr) of 2 % (w/v) formic acid. Coagulated-rubber was rolled into sheet and dried. Dry rubber which had initial plasticity about 36 units was passed 30, 20 and 5 times through a two-roll mill to get IRM-P₀ which had initial plasticity 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 and 35 ± 2.5 units, respectively. IRM-P₀ was randomly sampled for homogeneity testing. It is homogenous if it has standard deviation less than 2.5 units, p-value more than 0.05 and F_{cal} less than F_{crit} at 95% confidence level for ANOVA analysis. The stability of IRM-P₀ was studied by Regression

Analysis. IRM-P₀ which had initial plasticity 25±2.5, 30±2.5 and 35±2.5 units were stable at 150, 180 and 150 days, respectively.

6. คำนำ

ความอ่อนตัวเริ่มแรก (Initial Plasticity; P₀) เป็นสมบัติของยางดิบหรือยางผสมที่ไม่ได้วัลคาไนซ์ แสดงการเคลื่อนที่ของโมเลกุลยาง การเปลี่ยนแปลงรูปร่างของยาง และองศาของการไหลของยางภายใต้สภาวะอุณหภูมิและแรงอัดที่กำหนด ใช้ประมาณขนาดโมเลกุลของยาง ยางที่มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกสูง แสดงว่ามีขนาดโมเลกุลของยางใหญ่ มีความแข็งแรงมาก จำเป็นต้องใช้พลังงานในการบดผสมสารเคมีมาก ซึ่งตามประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เล่ม 122 ตอนพิเศษที่ 106 ง วันที่ 27 กันยายน 2548 เรื่องการกำหนดมาตรฐานยาง และวิธีการมัดยางและการบรรจุหีบห่อยางเพื่อการส่งออก ได้กำหนดค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกของยางแท่งเอสทีอาร์ ชั้น XL และ 5L ไม่น้อยกว่า 35 หน่วย ยางแท่งเอสทีอาร์ ชั้น 5, 10 และ 20 ไม่น้อยกว่า 30 หน่วย ส่วนค่าดัชนีความอ่อนตัวมาตรฐานยางแท่งเอสทีอาร์กำหนดค่าดัชนีความอ่อนตัวสำหรับยางแท่งเอสทีอาร์ ชั้น XL, 5L, 5 และ 5 CV ไม่น้อยกว่า 60 หน่วย ยางแท่งเอสทีอาร์ ชั้น 10 และ 10 CV ไม่น้อยกว่า 50 หน่วย และยางแท่งเอสทีอาร์ ชั้น 20 และ 20 CV ไม่น้อยกว่า 40 หน่วย (กระทรวงเกษตรและสหกรณ์, 2548) อีกทั้งการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกยังเป็นการทดสอบที่ถูกรับไปใช้คำนวณค่าดัชนีความอ่อนตัว (Plasticity Retention Index; PRI) ซึ่งเป็นสมบัติที่ต้องระบุในยางแท่งเอสทีอาร์ทุกชนิด ส่งผลให้ห้องปฏิบัติการ ยางแท่งเอสทีอาร์ให้ความสำคัญต่อการประกันคุณภาพผลการทดสอบดังกล่าว ซึ่งนอกจากเครื่องทดสอบพลาสติกมิเตอร์ (Plastimeter) จะต้องผ่านการสอบเทียบจากหน่วยงานสอบเทียบที่ได้รับการรับรองห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มอก.17025 (ISO/IEC 17025) แล้วนั้น การใช้วัสดุอ้างอิงมาเป็นตัวอย่างควบคุมถือเป็นปัจจัยสำคัญในการสร้างความน่าเชื่อถือให้ผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการ

วัสดุอ้างอิง (Reference Materials, RM) หมายถึง วัสดุหรือสารที่มีสมบัติหนึ่งอย่างหรือหลายอย่าง ที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีเสถียรภาพของสมบัติที่ระบุเพียงพอให้เหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ในกระบวนการวัด ได้แก่ การสอบเทียบอุปกรณ์ การประเมินวิธีวัด หรือใช้ในการกำหนดค่าวัสดุต่างๆ ปัจจุบัน วัสดุอ้างอิงที่ใช้สำหรับตรวจสอบเครื่องทดสอบพลาสติกมิเตอร์ (Plastimeter) ในห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ คือ วัสดุอ้างอิงยางมาตรฐานความหนืดคงที่ (Standard Reference Rubber Material) จำเป็นต้องนำเข้าจากต่างประเทศ ซึ่งนอกจากเป็นการเพิ่มต้นทุนในการผลิตยางแท่งเอสทีอาร์แล้วนั้น ยางมาตรฐานดังกล่าวยังหาซื้อยาก และมีอายุการใช้งานสั้น กองการยาง กรมวิชาการเกษตร ซึ่งมีบทบาทสำคัญในการสนับสนุนการผลิตยางแท่งของภาคเอกชนทั้งในด้านปริมาณและคุณภาพ จึง

ตระหนักถึงความจำเป็นในการพัฒนาวัสดุอ้างอิงภายใน (Internal Reference Material, IRM) ซึ่งเป็นวัสดุอ้างอิงที่ได้รับการถ่ายค่าระดับจากห้องปฏิบัติการที่ได้รับการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานอุตสาหกรรม มอก. 17025:2548 (ISO/IEC 17025:2005) เพื่อนำมาใช้ควบคุมคุณภาพผลการทดสอบภายในห้องปฏิบัติการสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

ความอ่อนตัวเริ่มแรกของยางธรรมชาติจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามสภาวะแวดล้อมและระยะเวลาเก็บ เรียกว่า การเกิดปรากฏการณ์ความแข็งระหว่างเก็บ (Storage Hardening Phenomena) ของยางธรรมชาติ (Yungyongwattanakorn, 2006) ดังนั้นการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในให้มีความอ่อนตัวเริ่มแรกคงที่จึงจำเป็นต้องใช้สารควบคุมความหนืดเพื่อให้ได้อย่างที่เรียกว่า ยางความหนืดคงที่ (Constant Viscosity) (พรรษา, 2538) ซึ่งมีงานวิจัยที่ได้ศึกษาเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดในยางธรรมชาติและวิธีการผลิตยางความหนืดคงที่ ดังนี้

Yunyongwattanakorn และคณะ (2003) ศึกษาผลของส่วนประกอบที่ไม่ใช่ยางต่อการเกิดเจลและการเกิดความแข็งระหว่างเก็บของยางธรรมชาติ และศึกษาผลของเจลต่อพฤติกรรม การเกิดผลึกของยางธรรมชาติหลังจากการทดสอบความแข็งระหว่างเก็บ พบว่า องค์ประกอบและโครงสร้าง โมเลกุลยางส่งผลโดยตรงต่อค่าความหนืด จากการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของยางธรรมชาติ โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FT-IR) และเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโกปี (Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy; NMR) ชี้ให้เห็นว่าโมเลกุลของยางประกอบด้วยหมู่ปลาย 2 ชนิด ได้แก่ ปลายที่ต่อกับโปรตีนเรียกว่า ω -terminal และปลายที่มีหมู่ฟอสเฟตหรือไดฟอสเฟต (mono- or di-phosphate) ต่อกับฟอสโฟไลปิดเรียกว่า α -terminal สามารถสันนิษฐานกลไกการเกิดปรากฏการณ์ความแข็งขณะเก็บได้ดังนี้ โมเลกุลยางเริ่มต้นนั้นโครงสร้าง ด้านที่ต่อกับหมู่โปรตีนและหมู่ฟอสโฟไลปิดแยกกันเป็นอิสระทำให้โครงสร้างส่วนใหญ่เป็นแบบเส้นตรง แต่เมื่อเก็บยางไว้เป็นเวลานานในภาวะความชื้นต่ำ เมื่อโมเลกุลน้ำถูกกำจัดออกจากโมเลกุลของยาง ส่วนปลายที่ ต่อกับโปรตีนหรือส่วนที่ต่อกับฟอสโฟไลปิดเกิดพันธะไฮโดรเจนเชื่อมกับโมเลกุลยางเกิดเป็นโครงสร้างแบบ โซ่กึ่งและโครงสร้างแบบร่างแห ส่งผลให้ค่าความหนืดเพิ่มขึ้น

พรรษา และคณะ (2541) ศึกษาวิธีผลิตยางแท่งเอสทีอาร์ 5 ชนิดความหนืดคงที่ โดยการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยาง การฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดบนก้อนยางฝอย และทั้งเติมและฉีด พ่นสารควบคุมความหนืดลงในยาง ยางที่ผลิตได้มีสมบัติตามมาตรฐานยางแท่งเอสทีอาร์ จากนั้นเก็บยางไว้ เป็นเวลาหนึ่งปี พบว่ายางที่ฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดบนก้อนยางฝอยไม่สามารถทำให้ความหนืดของยาง คงที่ แต่ยางที่ผลิตจากการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยาง ทั้งที่เติมและฉีดพ่นสารควบคุมความหนืด

ลงในยาง ส่งผลทำให้ความหนืดของยางคงที่ตลอดระยะเวลาการเก็บ แต่อย่างไรก็ตามวิธีการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยางเป็นวิธีใช้สารในปริมาณน้อย สามารถทำการผลิตได้สะดวกและรวดเร็ว

Sekhar และคณะ (1962) การเติมสารควบคุมความหนืด (Viscosity stabilizer) ในยางธรรมชาติโดยเลือกใช้เคมีคาร์บาไมด์ไฮดรอกซิลเอมีนซัลเฟต (Semicarbazide, Hydroxylamine Sulphate) และไดมิโตน 1,1-ไดเมทิลไซโคลเฮกเซน 3,5-ไดโอน (dimedone (1,1-dimethyl cyclohexane 3,5-dione) อย่างไรก็ตามสารแต่ละตัวยังมีข้อจำกัด เพราะผลที่ได้ยังไม่มีความสม่ำเสมอ ดังนั้นการเลือกใช้สารแต่ละชนิดต้องแน่ใจว่าสารเคมีทั้งหมดต้องไปจับหมู่อัลดีไฮด์หรือหมู่ที่คล้ายกัน ซึ่งเป็นสาเหตุการแข็งตัวของยาง รวมทั้งสารเคมีจะต้องกระจายในยางได้เป็นอย่างดี

กฤษณา และคณะ (2532) ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกของยางระหว่างเก็บ พบว่าเมื่อเก็บยางแท่งเอสทีอาร์ (TSR) ไว้ระยะหนึ่งแล้ว นำยางนั้นมาวัดค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก และวัดดัชนีความอ่อนตัว ค่าเหล่านี้จะเปลี่ยนแปลงเนื่องจากการเกิดความแข็งขณะเก็บ (Storage Hardening) ในยางธรรมชาติเนื่องจากปฏิกิริยาการรวมตัวชนิด Condensation ระหว่างกลุ่มเอมีน (Amine Group) ซึ่งเป็นส่วนที่ไม่ใช่เนื้อยาง (Non Rubber) กับกลุ่มอัลดีไฮด์ (Aldehyde Group) ในระหว่างโมเลกุลของยาง ทำให้เกิดการเชื่อมโยงโมเลกุลยางจะแห้งและแข็งตัวขึ้น ดังนั้น เมื่อนำมาวัดค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก และวัดดัชนีความอ่อนตัวจึงเกิดการเปลี่ยนแปลง

Si-Dong และคณะ (1998) ศึกษาโครงสร้างและสมบัติทางกายภาพของยางแห้งที่ผลิตจากน้ำยางสดเมื่อเก็บยางไว้ในภาวะเร่งพบว่าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลมีลักษณะแคบลง ปริมาณเจลทั้งหมดและเจลขนาดใหญ่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น แต่เจลขนาดกลางและเจลขนาดเล็กมีแนวโน้มลดลงค่าความอ่อนตัวเริ่มต้น (Initial Plasticity) เพิ่มขึ้น แต่ค่าดัชนีความอ่อนตัว (Plasticity Retention Index) ลดลง ค่าดังกล่าวสอดคล้องกับค่าการวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักด้วยความร้อน (Thermo-Gravimetric Analysis) ที่มีค่าเพิ่มขึ้น แสดงว่ายางมีความเสถียรทางความร้อนลดลง อีกทั้งเมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี พบหมู่ไฮโดรเปอร์ออกไซด์ หมู่ไฮดรอกซิลและสารประกอบคาร์บอนิลซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาควบแน่นของส่วนประกอบที่ไม่ใช่ยางส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้นและเกิดการเปลี่ยนขนาดของเจลจากขนาดเล็กเป็นขนาดใหญ่

Varghese et al. (2005) ยางก้อนถ้วยซึ่งเป็นวัตถุดิบสำหรับผลิตยางแท่งเอสทีอาร์ มีค่าความอ่อนตัวเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาการเก็บ เนื่องจากเกิดการเชื่อมโยงของ abnormal group ในยางกับส่วนที่ไม่ใช่ยาง แต่มีค่าดัชนีความอ่อนตัวลดลงเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลานาน เนื่องจากแบคทีเรียสลายโปรตีนและส่วนที่ไม่ใช่ยาง

ในงานวิจัยนี้ ดำเนินการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ใช้ใช้น้ำยางสดเป็นวัตถุดิบในการผลิต เติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซีลามีนนิวทรัลซัลเฟต เพื่อยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาการรวมตัวชนิด Condensation ระหว่างกลุ่มอะมีน (Amine Group) ซึ่งเป็นส่วนที่ไม่ใช่เนื้อยาง (Non Rubber) กับกลุ่มอัลดีไฮด์ (Aldehyde Group) ในระหว่างโมเลกุลของยาง เป็นสาเหตุให้เกิดการเชื่อมโยงโมเลกุลยางและส่งผลต่อสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกมีค่าสูงขึ้น โดยสารควบคุมความหนืดชนิดนี้จะช่วยให้ยางที่ผลิตได้มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกคงที่ที่เหมาะสมสำหรับนำไปผลิตเป็นวัสดุอ้างอิงภายใน จากนั้นนำยางที่ผลิตได้ไปบดด้วยเครื่องบดยางสองลูกกลิ้งเพื่อปรับค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกของยางดังกล่าวให้อยู่ในระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) จากการวิเคราะห์หาค่าความแปรปรวน (ANOVA) ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน และศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกโดยใช้การประเมินการถดถอย (Regression Analysis) (จันทร์รัตน์, 2557)

7. วิธีดำเนินการ :

- อุปกรณ์

1. ตัวกรอง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช
2. เครื่องรีดยางแผ่น
3. ตู้อบลมร้อน
4. เครื่องพลาสติกมิเตอร์
5. เครื่องเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี
6. เครื่องบดสองลูกกลิ้ง
7. เครื่องกวน
8. กรดฟอร์มิก
9. ไฮดรอกซีลามีนนิวทรัลซัลเฟต
10. ฟอสฟอรัสเพนตะออกไซด์
11. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์
12. โพลีเทสเซียมเปอร์ซัลเฟต

- วิธีการ

1. ทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน
 - 1.1 คัดเลือกต้นยางพันธุ์ RRIM 600 อายุ 15-16 ปี จำนวน 50 ต้น
 - 1.2 เก็บน้ำยางสดจากต้นยางและกรองน้ำยางสดผ่านตัวกรอง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช ตามลำดับ

- 1.3 ทดสอบสมบัติน้ำยางสด ได้แก่ ปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณเนื้อยางแห้ง ปริมาณกรดไขมัน ระบาย และปริมาณแมกนีเซียม
 - 1.4 เจือจางน้ำยางสดให้มีปริมาณเนื้อยางแห้งร้อยละ 22 โดยน้ำหนัก
 - 1.5 นำน้ำยางสดมาจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน แล้วปล่อยให้เนื้อยางจับตัวที่อุณหภูมิห้อง
 - 1.6 ล้างก้อนยางด้วยน้ำสะอาดและรีดก้อนยางให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องรีดให้มีความหนาไม่เกิน 5 มิลลิเมตร แล้วอบยางให้แห้งในตู้อบ
 - 1.7 นำตัวอย่างยางแห้งไปทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก (Initial Plasticity; P_0) และน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography; GPC)
2. การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติซึ่งมีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย
 - 2.1 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติจากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล
 - 2.1.1 เตรียมน้ำยางสดตามขั้นตอนที่ 1.2 - 1.4
 - 2.1.2 เติมนสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน ลงในน้ำยางสด และจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน แล้วปล่อยให้เนื้อยางจับตัวที่อุณหภูมิห้อง
 - 2.1.3 ล้างก้อนยางด้วยน้ำสะอาดและรีดให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องรีดให้มีความหนาไม่เกิน 5 มิลลิเมตรแล้วอบยางให้แห้งในตู้อบ
 - 2.1.4 นำตัวอย่างยางมาบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ซึ่งมีการควบคุมอุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส ที่จำนวนครั้งของการบดยาง 0, 5, 10, 15, 20 และ 25 ครั้งจำนวน ละ 3 ซ้ำ
 - 2.1.5 นำตัวอย่างที่ได้ไปทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก (Initial Plasticity; P_0) การทดสอบความแข็งที่ภาวะเร่ง (Accelerated storage hardening test; A.S.H.T.) และน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography; GPC)
 - 2.1.6 เลือกกรรมวิธีที่สามารถให้ตัวอย่างมีสมบัติค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกอยู่ในช่วง 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วยและมีค่าความแข็งที่ภาวะเร่งไม่เกิน 8 หน่วยไปผลิตวัสดุอ้างอิงภายในต่อไป
 - 2.1.7 หากกรรมวิธีในข้อ 2.1.4 ไม่ได้ตัวอย่างที่มีค่าความความอ่อนตัวเริ่มแรกตามที่กำหนด ให้แปรจำนวนครั้งของการบดยางจนได้ค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกที่กำหนด
 - 2.2 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติจากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี

- 2.2.1 เก็บน้ำยางสดจากต้นยางและกรองน้ำยางสด ผ่านตัวกรอง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช ตามลำดับ รักษาสภาพน้ำยางสดด้วยแอมโมเนียและทดสอบสมบัติน้ำยางสด ได้แก่ ปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณเนื้อยางแห้ง ปริมาณความเป็นด่าง ปริมาณกรดไขมัน ระบุ และปริมาณแมกนีเซียม
- 2.2.2 เจือจางน้ำยางสดให้มีปริมาณเนื้อยางแห้งร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก
- 2.2.3 เติมนสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในน้ำยางสดปริมาณ 1.0 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาทีแล้วเติมนสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในน้ำยางสด ปริมาณ 10.0 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วนโดยใช้ระยะเวลาการผสมน้ำยางกับสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 0, 30, 60, 120 และ 240 นาทีระยะเวลาละ 3 ชั่วโมง
- 2.2.4 เติมนสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในน้ำยางสดปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาที
- 2.2.5 จับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน แล้วปล่อยให้เนื้อยางจับตัวที่อุณหภูมิห้อง
- 2.2.6 ล้างก้อนยางด้วยน้ำสะอาดและรีดก้อนยางให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องรีดให้มีความหนาไม่เกิน 5 มิลลิเมตร แล้วอบยางให้แห้งในตู้อบ
- 2.2.7 เตรียมตัวอย่างแต่ละชุดสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก (Initial Plasticity; P₀) การทดสอบความแข็งที่ภาวะเร่ง (Accelerated storage hardening test; A.S.H.T.) และน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography; GPC)
- 2.2.8 หากกรรมวิธีในข้อ 2.2.3 ไม่ได้ตัวอย่างที่มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกตามที่กำหนด ให้แปรระยะเวลาในการกวนผสมน้ำยางกับสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตจนได้ค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกที่กำหนด

3. ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

- 3.1 เตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากกรรมวิธีที่ให้ค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย จำนวน 3 ชุด
- 3.2 สุ่มตัวอย่างจากจุดต่างๆ ของแผ่นยางที่เตรียมได้ จำนวน 10 ตัวอย่าง
- 3.3 ส่งตัวอย่างไปทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก ยังห้องปฏิบัติการที่ได้รับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025
- 3.4 นำผลการทดสอบจากข้อ 3.3 มาประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในโดยมีเกณฑ์การพิจารณา ดังนี้

- 3.4.1 ค่าเฉลี่ย \pm ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน ไม่เกิน 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย
- 3.4.2 วิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA)แล้ว ได้ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ F_{cal} น้อยกว่า F_{crit} ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

4. การให้ค่าระดับ (Assigned Value) ของความอ่อนตัวเริ่มแรกในยางสำหรับตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน นำค่าเฉลี่ยความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ในข้อ 3. มากำหนดเป็นค่าระดับของความอ่อนตัวเริ่มแรกในตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

5. ศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

5.1 เตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากกรรมวิธีที่ให้ค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย จำนวน 3 ซ้ำ

5.2 การเตรียมตัวอย่างทดสอบ

5.2.1 บดตัวอย่างด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง จำนวน 6 ครั้ง ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้ง 1.65 มิลลิเมตร

5.2.2 ตัดตัวอย่างจากข้อ 5.2.1 ให้มีน้ำหนักประมาณ 20-25 กรัม แล้วบดตัวอย่างผ่านเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง จำนวน 2 ครั้ง จากนั้นพับแผ่นยางให้มีความหนา 3.2 – 3.6 มิลลิเมตร

5.2.3 บรรจุตัวอย่างทดสอบใส่ถุงพอลิเอทิลีนและปิดให้สนิท จำนวน 72 ถุงต่อหนึ่งชุด

5.3 ทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างทดสอบทุกระดับค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก ทุก 15 วัน เป็นระยะเวลา 1 ปี

5.4 ประเมินความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในโดยใช้การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)

6. รวบรวม วิเคราะห์ และสรุปผล

- เวลาและสถานที่

ระยะเวลาโครงการ 3 ปี 0 เดือน

วันที่เริ่มต้น 1 ตุลาคม 2560 วันที่สิ้นสุด 30 กันยายน 2563

สถานที่ทำการทดลอง

กองการยาง และศูนย์ควบคุมยางฉะเชิงเทรา

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

1. ทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน

1.1 สมบัติน้ำยางสด

ศึกษาสมบัติเบื้องต้นของวัตถุดิบที่นำมาผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก โดยนำน้ำยางสด จำนวน 3 แปลงมาทดสอบสมบัติปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณเนื้อยางแห้ง จำนวนกรดไขมันระเหย และปริมาณแมกนีเซียม แสดงสมบัติน้ำยางสด ตามตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สมบัติน้ำยางสด จำนวน 3 แปลง

แปลงที่	สมบัติน้ำยางสด			
	ปริมาณของแข็งทั้งหมด (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณเนื้อยางแห้ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	จำนวนกรดไขมัน ระเหย	ปริมาณแมกนีเซียม (มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม)
1	39.20	36.47	0.019	673
2	43.37	40.50	0.018	820
3	39.19	36.17	0.029	950

จากตารางที่ 1 ปริมาณของแข็งทั้งหมดและปริมาณเนื้อยางแห้งมีความสำคัญต่อการนำไปใช้คำนวณปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการผลิตยางแห้งและการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน กรดไขมันระเหยบ่งชี้ถึงการเสียดสภาพของน้ำยางสด ซึ่งผลการทดสอบตามตารางที่ 1 มีค่าจำนวนกรดไขมันระเหยไม่เกิน ร้อยละ 0.05 แสดงว่าน้ำยางสดยังไม่เสียดสภาพ และปริมาณแมกนีเซียมสำหรับในงานวิจัยนี้ใช้เก็บเป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับน้ำยางสดที่นำมาใช้ผลิตวัสดุอ้างอิงภายในต่อไป

1.2 สมบัติยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน

เตรียมตัวอย่างยางแห้งโดยนำน้ำยางสดทั้ง 3 แปลงมาจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิกรีดเป็นแผ่น และอบให้แห้ง จากนั้นนำยางแห้งที่ได้มาทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก น้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล แสดงผลการทดสอบ ตามตารางที่ 2

ตารางที่ 2 สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน จำนวน 3 แปลง

แปลงที่	สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก (หน่วย)	น้ำหนักโมเลกุล ($\times 10^6$ กรัมต่อโมล)	การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล (M_w/M_n)
1	34.5	2.74	1.21
2	35.5	2.73	1.27
3	34.5	2.85	1.22

จากตารางที่ 2 พบว่ายางธรรมชาติทั้ง 3 แปลง มีสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลใกล้เคียงกัน ซึ่งเหมาะสมสำหรับนำไปผลิตเป็นตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ได้ทั้ง 3 แปลง

2. การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติซึ่งมีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย

วัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกผลิตได้จากการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยางสด จากนั้นลดค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกให้มีค่า 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย โดยอาศัย 2 วิธี ได้แก่ การนำยางแห้งที่เติมสารควบคุมความหนืดมาผ่านกระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยการบดยาง เรียกว่า วิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล และการเติมสารโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตลงในน้ำยางสดภายหลังการเติมสารควบคุมความหนืด เรียกว่า วิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยวิธีทางเคมี

2.1 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติจากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล

นำน้ำยางสดจากแปลงที่ 1 มาเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกโดยเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต จับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิก ริดเป็นแผ่น และอบให้แห้ง จากนั้นนำยางแห้งที่ผลิตได้ไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และคุมอุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส ซึ่งแปรระยะเวลาการบดยาง 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที จำนวน 750 กรัม ต่อ 1 ระยะเวลาการบดยาง ได้สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของยางแห้ง ได้ผลการทดสอบตามตารางที่ 3

ตารางที่ 3 สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ของวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่แปรระยะเวลาบดยาง 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที

ระยะเวลาบดยาง (นาที)	สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก (หน่วย)			ความแข็งที่ภาวะแรง (หน่วย)			น้ำหนักโมเลกุล ($\times 10^6$ กรัมต่อโมล)			การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล (M_w/M_n)		
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3
0	36.0	36.0	35.5	-1.5	-2.0	-1.0	2.60	2.61	2.48	1.08	1.42	1.37
1	33.5	33.5	33.0	-1.0	-1.0	0.5	2.46	2.44	2.47	1.38	1.39	1.43
2	31.0	30.5	31.5	0.5	1.0	1.5	2.39	2.39	2.34	1.33	1.39	1.32
3	29.0	28.0	28.3	0.5	1.5	1.0	2.33	2.26	2.06	1.69	1.72	1.68
4	25.5	26.0	22.5	1.0	1.5	2.0	1.82	1.99	1.98	1.52	1.52	1.64
5	23.5	23.5	23.5	1.5	2.0	1.0	1.58	1.89	1.97	1.77	1.63	1.73

จากตารางที่ 3 พบว่า เมื่อระยะเวลาการบดยางเพิ่มขึ้น สายโซ่ยางถูกกระทำด้วยแรงกลจนแตกหักมากขึ้น สายโซ่ยางมีขนาดสั้นลง การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติเพิ่มขึ้น น้ำหนักโมเลกุลยางและความยืดหยุ่นของยางลดลง ส่งผลให้ความอ่อนตัวเริ่มแรกมีค่าลดลง เนื่องจากยางธรรมชาติเป็นพอลิเมอร์ที่มีสายโซ่โมเลกุลยาว ซึ่งมีสมบัติความเป็นพลาสติก (Plasticity) และความยืดหยุ่น (Elasticity) นั่นคือ ยางสามารถไหลไปตามแรงกระทำได้ด้วยความเป็นพลาสติก และสามารถกลับคืนสภาพเดิมได้ด้วย ความยืดหยุ่น ดังนั้นยางที่มีสายโซ่โมเลกุลยาวมีแนวโน้มที่มีสมบัติความยืดหยุ่นสูง การทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกเป็นการให้แรงกดและความร้อนแก่ยาง ถ้ายางมีสายโซ่โมเลกุลยาว ยางสามารถทนต่อแรงกดและความร้อนได้ดีกว่ายางที่มีสายโซ่โมเลกุลยาวสั้น ทำให้ค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกของยางมีค่าสูง สำหรับสมบัติความแข็งที่ภาวะแรง มีค่าต่ำกว่า 8 หน่วย แสดงให้เห็นว่ายางที่ผลิตได้มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกคงที่

การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในจำเป็นต้องนำตัวอย่างยางที่ผลิตได้มาประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน และความเสถียร ดังนั้นต้องเพิ่มปริมาณยางแห้งจาก 750 กรัม เป็น 2,000 กรัม แต่เมื่อปริมาณยางเพิ่มขึ้นส่งผลให้การบดยางที่เวลา 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที ยางบางส่วนจะรวมอยู่ด้านบนของลูกกลิ้ง ดังนั้นจึงปรับวิธีการบดยางจากแปรรยะเวลาการบดยาง เป็นการแปรจำนวนครั้งของการบดยางที่ 0, 5, 10, 15, 25 และ 30 ครั้ง ตัวอย่างยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่แปรจำนวนครั้งของการบดยาง มีสมบัติความหนืดอ่อนตัวเริ่มแรก ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล แสดงตามตารางที่ 4

ตารางที่ 4 สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ของยางธรรมชาติวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่แปรจำนวนครั้งของการบดยางที่ 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, และ 30 ครั้ง

ระยะเวลา บดยาง (นาที)	สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก (หน่วย)			ความแข็งที่ภาวะแรง (หน่วย)			น้ำหนักโมเลกุล ($\times 10^6$ กรัมต่อโมล)			การกระจายตัวของน้ำหนัก โมเลกุล (M_w/M_n)		
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3
	0	36.5	36.0	33.5	1.0	1.5	1.5	2.78	2.85	2.71	1.41	1.27
5	34.5	34.5	33.0	0.5	0.5	1.0	2.74	2.69	2.73	1.37	1.46	1.42
10	33.0	33.0	31.5	1.0	2.0	1.0	2.70	2.61	2.58	1.48	1.45	1.41
15	31.5	31.5	31.5	1.5	1.0	0.5	2.53	2.47	2.36	1.62	1.57	1.69
20	31.0	30.5	29.0	1.0	1.5	0.5	2.37	2.29	2.26	1.59	1.64	1.61
25	28.5	27.5	26.5	1.5	2.0	1.0	2.09	1.96	1.99	1.73	1.82	1.65
30	26.5	25.5	24.5	1.0	0.5	1.0	2.10	2.06	2.03	1.84	1.79	1.81

จากตารางที่ 4 พบว่า ยางธรรมชาติที่ผลิตได้มีความอ่อนตัวเริ่มแรกคงที่เนื่องจากมีค่าความแข็งที่ภาวะแรงไม่เกิน 8 หน่วย ความอ่อนตัวเริ่มแรกและน้ำหนักโมเลกุลมีค่าลดลงตามจำนวนครั้งของการบดยาง เนื่องจากการแตกหักของสายโซ่โมเลกุลยางเมื่อถูกบด และผลจากการแตกหักของสายโซ่โมเลกุลยาง ทำให้สายโซ่โมเลกุลยางมีความสั้นยาวแตกต่างกันมากขึ้นค่าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลจึงมีค่าเพิ่มขึ้นตามจำนวนครั้งของการบดยาง โดยการเตรียมยางธรรมชาติซึ่งมีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ทำได้โดยบดยางจำนวน 30, 20 และ 5 ครั้ง ตามลำดับ

2.2 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติจากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี

นำน้ำยางสดแปลงที่ 1 ซึ่งรักษาสภาพด้วยแอมโมเนียปริมาณร้อยละ 0, 0.1, 0.2 และ 0.3 โดยน้ำหนักมาเติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ สารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต และสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนนิวทริลซัลเฟต แล้วกวนน้ำยาง พบว่า น้ำยางสดที่ไม่เติมสารรักษาสภาพแอมโมเนีย มีลักษณะจับตัวเป็นก้อนเล็กๆ เมื่อกวนเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งเกิดจากการเสื่อมสภาพของน้ำยาง แต่น้ำยางสดที่เติมสารรักษาสภาพแอมโมเนีย 0.1, 0.2 และ 0.3 โดยน้ำหนัก ยังคงลักษณะเป็นคอลลอยด์อยู่ได้ เมื่อนำน้ำยางที่ผ่านการทำปฏิกิริยามาจับตัวเพื่อผลิตเป็นยางแท่ง ระยะเวลาการจับตัวของน้ำยางที่รักษาสภาพด้วยแอมโมเนียปริมาณร้อยละ 0, 0.1 และ 0.2 โดยน้ำหนัก คือ 3, 12 และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ แต่น้ำยางสดที่มีปริมาณแอมโมเนีย ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ไม่สามารถจับตัวได้ ดังนั้นปริมาณแอมโมเนียที่เหมาะสมสำหรับใช้รักษาสภาพน้ำยางสดสำหรับเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก คือ ไม่เกิน ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก

เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก โดยนำน้ำยางสดซึ่งรักษาสภาพแอมโมเนียปริมาณร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก มาเติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปริมาณ 1.0 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาที เติมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ปริมาณ 10.0 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 0, 30, 60, 120 และ 240 นาที เติมสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนนิวทริล ซัลเฟต ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปจับตัวและอบให้แห้ง พบว่า การกวนน้ำยางสดเป็นระยะเวลา 0 และ 30 นาที ส่งผลให้น้ำยางสดบางส่วนไม่สามารถจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิก และเมื่อเพิ่มระยะเวลาการกวนเป็น 60, 120 และ 240 นาที น้ำยางสดทั้งหมดไม่สามารถนำมาจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิกได้ แสดงให้เห็นว่า ไม่สามารถเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกจากการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมีได้

ดังนั้น จึงได้เลือกวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกลสำหรับการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ซึ่งมีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 30 ± 2.5 หน่วย คือน้ำยางสดมาเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน และเติมกรดฟอร์มิกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน เพื่อเตรียมเป็นยางแห้งแล้วนำยางแห้งที่มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก ประมาณ 33 – 36 หน่วย ไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และคุณสมบัติของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส โดยใช้จำนวนครั้งของการบดยาง 30, 20 และ 5 ครั้ง ตามลำดับ

3. ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ทำได้โดยเตรียมตัวอย่างระดับละ 3 ชุด สุ่มตัวอย่าง จำนวน 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ ส่งให้ห้องปฏิบัติการที่ได้รับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก จากนั้นคำนวณค่าเฉลี่ย (Mean) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) และวิเคราะห์ความแปรปรวน (ANOVA) ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 โดยการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกประกอบด้วยเกณฑ์การพิจารณา 2 เกณฑ์ ได้แก่

- 1) ค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ไม่เกิน 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย
- 2) วิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) แล้ว ได้ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

ได้ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ จากการพิจารณา 2 เกณฑ์ ดังนี้

3.1 การประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน โดยการพิจารณาค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

ประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก โดยคำนวณค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ดังแสดงในตารางที่ 5, 6 และ 7 ตามลำดับ

ตารางที่ 5 ผลการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย

ตัวอย่างที่	ความอ่อนตัวเริ่มแรก (หน่วย)					
	ยางชุดที่ 1		ยางชุดที่ 2		ยางชุดที่ 3	
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2
1	26.5	26.0	25.0	24.5	25.0	25.5
2	26.0	26.0	25.5	25.0	25.5	25.5
3	26.0	25.0	25.5	25.5	25.5	26.0
4	26.0	26.0	25.0	25.5	25.0	25.5
5	26.0	25.0	25.5	25.0	26.0	25.5
6	26.0	26.0	25.0	24.5	25.5	25.5
7	26.0	26.0	25.5	25.0	25.0	24.0
8	25.5	26.0	25.0	24.0	25.5	25.5
9	26.0	26.0	25.5	26.0	24.5	25.5
10	26.0	25.5	25.0	26.0	25.0	25.5
Mean	25.9		25.2		25.3	
SD	0.3582		0.4940		0.4667	

ตารางที่ 6 ผลการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย

ตัวอย่างที่	ความอ่อนตัวเริ่มแรก (หน่วย)					
	ยางชุดที่ 1		ยางชุดที่ 2		ยางชุดที่ 3	
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2
1	30.5	30.5	29.5	30.0	31.0	31.0
2	30.5	30.5	30.0	30.5	30.5	30.0
3	30.0	30.0	30.0	30.0	30.5	31.0
4	30.5	31.0	30.5	30.0	30.5	30.5
5	30.5	30.0	31.0	30.5	30.0	31.0
6	31.0	30.0	30.0	31.0	30.0	30.5
7	30.5	30.0	29.5	30.0	30.5	30.0
8	31.0	30.5	30.5	30.0	31.0	30.0
9	30.5	31.0	31.0	30.5	29.5	30.0
10	31.0	30.0	29.5	30.5	30.0	30.5
Mean	30.5		30.2		30.4	
SD	0.3796		0.4723		0.4472	

ตารางที่ 7 ผลการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย

ตัวอย่างที่	ความอ่อนตัวเริ่มแรก (หน่วย)					
	ยางชุดที่ 1		ยางชุดที่ 2		ยางชุดที่ 3	
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2
1	35.5	35.0	35.0	35.5	36.0	35.5
2	36.0	36.0	34.4	35.5	35.5	35.0
3	35.5	36.0	36.0	35.0	35.0	35.5
4	34.5	35.0	34.5	35.0	36.0	35.0
5	34.5	35.5	35.0	35.5	36.0	35.5
6	36.0	35.5	35.5	35.0	35.0	35.5
7	35.0	35.0	34.5	34.0	36.0	35.0
8	36.0	35.5	35.0	36.0	34.0	34.5
9	35.5	35.0	35.0	35.5	36.0	34.5
10	35.0	36.0	35.0	35.0	35.5	35.5
Mean	35.40		35.10		35.33	
SD	0.5026		0.5094		0.5684	

จากตารางที่ 5, 6 และ 7 พบว่าวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกทั้ง 3 ระดับ มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ผ่านตามเกณฑ์การประเมินข้อที่ 1) ดังนี้

- 1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 25.9 ± 0.3582 , 25.2 ± 0.4940 และ 25.3 ± 0.4667 หน่วย
- 2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 30.5 ± 0.3796 , 30.2 ± 0.4723 และ 30.4 ± 0.4472 หน่วย
- 3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 35.40 ± 0.5026 , 35.10 ± 0.5094 และ 35.33 ± 0.5684 หน่วย

3.2 การประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน โดยการพิจารณาความแปรปรวน (ANOVA) แล้ว ได้ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ F_{cal} น้อยกว่า F_{crit} ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

ประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก โดยการวิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) แบบ Single Factor ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย แสดงผลการวิเคราะห์ตามตารางที่ 8

ตารางที่ 8 ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ด้วยการวิเคราะห์หาคความแปรปรวน (ANOVA) ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

ผลการประเมิน	ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ (หน่วย)								
	25 ± 2.5			30 ± 2.5			35 ± 2.5		
	ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3	ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3	ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3
MS of Between Groups	0.1181	0.3069	0.2792	0.1236	0.2625	0.2278	0.3389	0.2861	0.3625
MS of within Groups	0.1375	0.1875	0.1625	0.1625	0.1875	0.1750	0.1750	0.2355	0.2875
P-value	0.5857	0.2266	0.2056	0.6543	0.3028	0.3420	0.1588	0.3808	0.3597
F _{cal}	0.8586	1.6370	1.7179	0.7607	1.4000	1.3016	1.9365	1.2147	1.2609
F _{crit}	3.0204								

จากตารางที่ 8 ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันจากการวิเคราะห์หาคความแปรปรวน (ANOVA) แบบ Single Factor ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกทั้ง 3 ระดับ มีค่า P-value มากกว่า 0.05 และค่า F_{cal} น้อยกว่า F_{crit} ผ่านเกณฑ์การประเมินข้อที่ 2) ดังนี้

- 1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย มีค่า P-value เท่ากับ 0.5857, 0.2266 และ 0.2056 ค่า F_{cal} เท่ากับ 0.8586, 1.6370 และ 1.7179
- 2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย มีค่า P-value เท่ากับ 0.6543, 0.3028 และ 0.3420 ค่า F_{cal} เท่ากับ 0.7607, 1.4000 และ 1.3016
- 3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย มีค่า P-value เท่ากับ 0.1588, 0.3808 และ 0.3597 ค่า F_{cal} เท่ากับ 1.9365, 1.2147 และ 1.2609

4. การให้ค่าระดับ (Assigned Value) ของความอ่อนตัวเริ่มแรกในยางสำหรับตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน การให้ค่าระดับของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก คำนวณจากการนำค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) มาคำนวณค่าเฉลี่ย $\pm 2SD$ ได้ค่าระดับ (Assigned Value) ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย แสดงดังตารางที่ 9

ตารางที่ 9 ค่าระดับ (Assigned Value) ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย

วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ (หน่วย)	ค่าระดับความอ่อนตัวเริ่มแรก (หน่วย)		
	ยางชุดที่ 1	ยางชุดที่ 2	ยางชุดที่ 3
25 ± 2.5	25.9 ± 0.7164	25.2 ± 0.9880	25.3 ± 0.9334
30 ± 2.5	30.5 ± 0.7592	30.2 ± 0.9446	30.4 ± 0.8944
35 ± 2.5	35.4 ± 1.0052	35.1 ± 1.0188	35.3 ± 1.1368

5. ศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

5.1 ผลการทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

ส่งตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ระดับละ 3 ซ้ำ ไปทดสอบที่ห้องปฏิบัติการที่ได้รับการรับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025 จำนวน 1 แห่ง ได้ผลการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ ตามตารางที่ 10

ตารางที่ 10 ผลการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150, 165, 180, 195, 210, 225, 240, 255 และ 270 วัน

ระยะเวลา (วัน)	ความอ่อนตัวเริ่มแรก (หน่วย) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ (หน่วย)											
	25 ± 2.5				30 ± 2.5				35 ± 2.5			
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	เฉลี่ย	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	เฉลี่ย	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	เฉลี่ย
0	24.5	25.0	24.0	24.5	30.5	29.0	29.5	29.7	35.5	34.5	35.0	35.0
15	25.5	24.0	25.0	24.8	30.0	30.0	29.0	29.7	34.5	35.0	34.5	34.7
30	25.0	25.0	24.5	24.8	29.5	29.5	28.5	29.2	35.5	34.5	35.0	35.0
45	24.5	25.5	24.0	24.7	30.0	30.5	29.0	29.8	35.0	34.5	35.5	35.0
60	24.0	25.0	25.0	24.7	29.5	29.0	30.0	29.5	35.5	35.5	34.5	35.2
75	25.0	25.0	25.5	25.2	30.0	30.0	29.5	29.8	34.5	35.0	35.0	34.8
90	25.0	25.5	24.5	25.0	30.5	31.0	30.0	30.5	34.0	33.5	35.0	34.2
105	26.0	24.5	25.5	25.3	29.5	29.0	30.0	29.5	35.0	35.5	34.0	34.8
120	25.5	24.0	25.0	24.8	30.0	29.5	30.0	29.8	35.0	35.5	36.0	35.5
135	25.0	24.5	26.5	25.3	30.0	30.5	29.0	29.8	35.0	35.5	35.0	35.2
150	24.5	24.5	25.5	24.8	30.0	31.0	30.0	30.3	35.0	36.5	36.0	35.8

165	26.0	26.5	26.5	26.3	31.5	30.0	32.0	31.2	36.0	36.5	36.5	36.3
180	25.5	26.0	27.0	26.2	29.5	30.0	29.5	29.7	36.0	35.0	35.5	35.5
195	26.5	26.0	27.0	26.5	30.5	31.0	31.0	30.8	37.0	36.5	37.0	36.8
210	26.0	26.5	26.0	26.2	31.0	31.0	31.5	31.2	36.5	36.5	36.5	36.5
225	27.0	26.5	27.0	26.8	32.0	31.5	32.0	31.8	36.0	37.5	37.0	36.8
240	26.0	28.0	27.5	27.2	32.0	30.5	31.0	31.2	37.0	37.5	37.0	37.2
255	27.0	26.0	28.0	27.0	32.0	32.0	32.5	32.2	37.0	37.0	37.5	37.2
270	27.0	28.0	27.0	27.3	32.0	32.5	31.5	32.0	37.5	37.0	36.5	37.0

5.2 การประเมินการถดถอย (Regression Analysis) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

นำข้อมูลผลการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกจากตารางที่ 10 มาศึกษาความเสถียรทุก 90 วัน ด้วยการประเมินการถดถอย (Regression Analysis) โดยสร้างกราฟระหว่างค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกกับระยะเวลาการเก็บตามสมการที่ (1) และคำนวณค่าความชันของเส้นถดถอย (b_1) ค่าจุดตัดแกน Y (b_0) ค่า standard deviation of slope ($S(b_1)$) ค่าวิกฤตของการทดสอบแบบที่ ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 ($t_{0.025, n-2}$) และค่า P-Value ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 เพื่อประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

$$Y = b_1X + b_0 \quad (1)$$

เมื่อ X = ระยะเวลาการเก็บตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

Y = ค่าความหนืดมูนนี้ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

b_0 = จุดตัดแกน Y

b_1 = ความชันของเส้นถดถอย (Slope)

ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกจะมีความเสถียรเมื่อ

1. ค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$

เมื่อ $|b_1|$ คือ ค่าสัมบูรณ์ของความชันของเส้นถดถอย

$S(b_1)$ คือ standard deviation of slope หรือ SD of Slope

$t_{0.025, n-2}$ คือ ค่า $t_{critical}$ ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 (ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95)

2. ค่า P-value มีค่ามากกว่า 0.05 ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 (ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95)

ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ ดังนี้

5.2.1 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระยะเวลาการเก็บ 90 วัน

ศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกโดยนำข้อมูลจากตารางที่ 10 มาประเมินการถดถอย แสดงผลการประเมินความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75 และ 90 วัน ตารางที่ 11

ตารางที่ 11 การศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75 และ 90 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ (หน่วย)		
	25 ± 2.5	30 ± 2.5	35 ± 2.5
Slope (b_1)	0.0048	0.0075	-0.0048
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0022	0.0045	0.0041
$ b_1 /S(b_1)$	2.1213	1.6807	1.1677
P-value	0.0874	0.1537	0.2956
$t_{0.025, n-2}$	12.71	12.71	12.71

จากตารางที่ 11 พบว่าวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และค่า P-value มากกว่า 0.05 แสดงว่าที่ระยะเวลาการเก็บ 90 วัน ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ มีความเสถียร โดยวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ มีผลการประเมิน ดังนี้

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0048 และ 0.0022 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.1213 และค่า P-value เท่ากับ 0.0874

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0075 และ 0.0045 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 1.6807 และค่า P-value เท่ากับ 0.1537

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ -0.0048 และ 0.0041 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 1.1677 และค่า P-value เท่ากับ 0.2956

5.2.2 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระยะเวลาการเก็บ 180 วัน

ศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกโดยนำข้อมูลจากตารางที่ 10 มาประเมินการถดถอย แสดงผลการประเมินความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150, 165 และ 180 วัน แสดงตามตารางที่ 12

ตารางที่ 12 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ระดับ ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150, 165 และ 180 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ (หน่วย)		
	25 ± 2.5	30 ± 2.5	35 ± 2.5
Slope (b_1)	0.0073	0.0046	0.0058
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0019	0.0023	0.0022
$ b_1 /S(b_1)$	3.8855	2.0134	2.6221
P-value	0.0025	0.0692	0.0237
t_{crit}	12.71	12.71	12.71

จากตารางที่ 12 ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ ที่ระยะเวลาการเก็บ 0-180 วัน ดังนี้

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0073 และ 0.0019 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 3.8855 และค่า P-value เท่ากับ 0.0025

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0046 และ 0.0023 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.0134 และค่า P-value เท่ากับ 0.0692

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0058 และ 0.0022 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.6221 และค่า P-value เท่ากับ 0.0237

วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และค่า P-value มากกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 180 วัน มีความเสถียร ในขณะที่วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) แต่มีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ไม่มีความเสถียร ที่ระยะเวลาการเก็บ 180 วัน ดังนั้นจึงนำผลการทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 2 ระดับ มาประเมินความเสถียรโดยการประเมินการถดถอย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 – 165 วัน (ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150, และ 165 วัน) และ 0 – 150 วัน (ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135 และ 150 วัน) แสดงตามตารางที่ 13

ตารางที่ 13 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 - 165 วัน และ 0 - 150 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ (หน่วย)			
	25 ± 2.5		35 ± 2.5	
	ระยะเวลาการเก็บ 0 – 165 วัน	ระยะเวลาการเก็บ 0 – 150 วัน	ระยะเวลาการเก็บ 0 – 165 วัน	ระยะเวลาการเก็บ 0 – 150 วัน
Slope (b_1)	0.0061	0.0032	0.0063	0.0038
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0021	0.0015	0.0026	0.0026
$ b_1 /S(b_1)$	2.9537	2.1932	2.4434	1.4821
P-value	0.0144	0.0560	0.0346	0.1724
t_{crit}	12.71	12.71	12.71	12.71

จากตารางที่ 13 ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 165 และ 150 วัน ดังนี้

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย ระยะเวลาการเก็บ 165 วัน มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0061 และ 0.0021 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.9537 และค่า P-value เท่ากับ 0.0144

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย ระยะเวลาการเก็บ 150 วัน มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0032 และ 0.0015 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.1932 และค่า P-value เท่ากับ 0.0560

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย ระยะเวลาการเก็บ 165 วัน มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0063 และ 0.0026 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.4434 และค่า P-value เท่ากับ 0.0346

4) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย ระยะเวลาการเก็บ 150 วัน มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0038 และ 0.0026 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 1.4821 และค่า P-value เท่ากับ 0.1724

จากผลการประเมิน พบว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 165 วัน มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่า ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกทั้ง 2 ระดับ ที่ระยะเวลาการเก็บ 165 วัน ไม่มีความเสถียร แต่ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 150 วัน มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value มากกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 2 ระดับ ที่ระยะเวลาการเก็บ 150 วัน มีความเสถียร

5.2.3 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระยะเวลาการเก็บ 270 วัน

ศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกอย่างต่อเนื่องโดยนำข้อมูลจากตารางที่ 10 มาประเมินการถดถอย แสดงผลการประเมินความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150, 165, 180, 195, 210, 225, 240, 255 และ 270 วัน แสดงตามตารางที่ 14

ตารางที่ 14 การศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150, 165, 180, 195, 210, 225, 240, 255 และ 270 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับ การทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ (หน่วย)		
	25 ± 2.5	30 ± 2.5	35 ± 2.5
Slope (b_1)	0.0106	0.0094	0.0101
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0011	0.0014	0.0013
$ b_1 /S(b_1)$	9.9030	6.6996	7.8081
P-value	1.78×10^{-8}	3.73×10^{-6}	5.07×10^{-7}
t_{crit}	12.71	12.71	12.71

จากตารางที่ 14 พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ไม่มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บที่ 270 วัน จึงนำผลการทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ มาประเมินความเสถียรโดยการประเมินการถดถอย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 – 195, 0 – 210, 0 – 225, 0 – 240 และ 0 – 255 วัน ได้ผลการศึกษาความเสถียร แสดงดังตารางที่ 15, 16 และ 17 ตามลำดับ

ตารางที่ 15 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 – 195, 0 – 210, 0 – 225, 0 – 240 และ 0 – 255 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	ระยะเวลาการเก็บตัวอย่าง (วัน)				
	0 - 195	0 - 210	0 - 225	0 - 240	0 - 255
Slope (b_1)	0.0085	0.0085	0.0093	0.0101	0.0103
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0018	0.0015	0.0014	0.0013	0.0012
$ b_1 /S(b_1)$	4.8541	5.6016	6.6203	7.6401	8.7210
P-value	0.0004	8.61×10^{-5}	1.15×10^{-5}	1.51×10^{-6}	1.78×10^{-7}
t_{crit}	12.71	12.71	12.71	12.71	12.71

ตารางที่ 16 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 – 195, 0 – 210, 0 – 225, 0 – 240 และ 0 – 255 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	ระยะเวลาการเก็บตัวอย่าง (วัน)				
	0 - 195	0 - 210	0 - 225	0 - 240	0 - 255
Slope (b_1)	0.0055	0.0065	0.0080	0.0080	0.0090
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0020	0.0018	0.0018	0.0016	0.0016
$ b_1 /S(b_1)$	2.7157	3.5208	4.3854	4.9532	5.8119
P-value	0.0188	0.0038	0.0006	0.0002	2.65×10^{-5}
t_{crit}	12.71	12.71	12.71	12.71	12.71

ตารางที่ 17 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 – 195, 0 – 210, 0 – 225, 0 – 240 และ 0 – 255 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	ระยะเวลาการเก็บตัวอย่าง (วัน)				
	0 - 195	0 - 210	0 - 225	0 - 240	0 - 255
Slope (b_1)	0.0078	0.0084	0.0091	0.0098	0.0102
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0022	0.0020	0.0018	0.0016	0.0014
$ b_1 /S(b_1)$	3.5149	4.2931	5.1738	6.1154	7.0542
P-value	0.0043	0.0009	0.0001	1.98×10^{-5}	2.72×10^{-6}
t_{crit}	12.71	12.71	12.71	12.71	12.71

จากตารางที่ 15, 16 และ 17 ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 – 195, 0 – 210, 0 – 225, 0 – 240 และ 0 – 255 วัน พบว่าวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกทั้ง 3 ระดับ มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกทั้ง 3 ระดับ ไม่มีความเสถียร ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 – 195, 0 – 210, 0 – 225, 0 – 240 และ 0 – 255 วัน

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ :

1. วิธีการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

จากการศึกษาการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ได้วิธีการผลิตวัสดุอ้างอิงภายใน คือ การนำน้ำยางสดมาเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต และเติมกรดฟอร์มิก อบให้แห้ง จากนั้นนำไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และคุ่มอุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส จำนวน 5, 20 และ 30 ครั้ง ได้วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ตามลำดับ

2. การศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย 30 ± 2.5 หน่วย และ 35 ± 2.5 หน่วย ผ่านเกณฑ์การประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน จากการพิจารณา 2 เกณฑ์ ดังนี้

2.1 ค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก อยู่ในช่วง 25 ± 2.5 หน่วย 30 ± 2.5 หน่วย และ 35 ± 2.5 หน่วย ซึ่งวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ดังนี้

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 25.9 ± 0.3582 , 25.2 ± 0.4940 และ 25.3 ± 0.4667 หน่วย

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 30.5 ± 0.3796 , 30.2 ± 0.4723 และ 30.4 ± 0.4472 หน่วย

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 35.40 ± 0.5026 , 35.10 ± 0.5094 และ 35.33 ± 0.5684 หน่วย

2.2 ผลการวิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก มีค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 ซึ่งวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ มีค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ ดังนี้

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย มีค่า P-value เท่ากับ 0.5857, 0.2266 และ 0.2056 และค่า $F_{cal.}$ เท่ากับ 0.8586, 1.6370 และ 1.7179

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย มีค่า P-value เท่ากับ 0.6543, 0.3028 และ 0.3420 และค่า $F_{cal.}$ เท่ากับ 0.7607, 1.4000 และ 1.3016

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย มีค่า P-value เท่ากับ 0.1588, 0.3808 และ 0.3597 และค่า F_{cal} เท่ากับ 1.9365, 1.2147 และ 1.2609

3. การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ดำเนินการโดยทดสอบตัวอย่าง ระดับละ 3 ซ้ำ ทุก 15 วัน เป็นระยะเวลา 270 วัน จากนั้นนำผลการทดสอบที่ได้มาประเมินการถดถอย (Regression Analysis) โดยวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่มีความเสถียร ต้องมีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value มากกว่า 0.05 ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 ซึ่งวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ ดังนี้

1) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 หน่วย มีความเสถียรถึงระยะเวลาการเก็บที่ 150 วัน โดยมีค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.1932 และค่า P-value เท่ากับ 0.0560

2) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 30 ± 2.5 หน่วย มีความเสถียรถึงระยะเวลาการเก็บที่ 180 วัน โดยมีค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.0134 และค่า P-value เท่ากับ 0.0692

3) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 35 ± 2.5 หน่วย มีความเสถียรถึงระยะเวลาการเก็บที่ 150 วัน โดยมีค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 1.4821 และค่า P-value เท่ากับ 0.1724

10 การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์ :

10.1 ได้กรรมวิธีการควบคุมสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกในยางธรรมชาติซึ่งสามารถนำไปต่อยอดเป็นวัตถุดิบสำหรับผลิตผลิตภัณฑ์ยางต่อไป

10.2 ได้กระบวนการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกในยางธรรมชาติเพื่อใช้ในการควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการยางแห่งเอสทีอาร์ทั้งภาครัฐและเอกชน

11 คำขอขอบคุณ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ ห้องปฏิบัติการยางแห่ง ศูนย์ควบคุมยางฉะเชิงเทรา และศูนย์บริการทดสอบรับรองภาคกลาง ฝ่ายวิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมยาง การยางแห่งประเทศไทย ที่ให้ความอนุเคราะห์ทดสอบน้ำยางสดและยางแห้ง ศูนย์บริการทดสอบรับรองภาคตะวันออกเฉียงเหนือ ฝ่ายวิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมยาง การยางแห่งประเทศไทย ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ในการทำวิจัย และขอขอบคุณคณะกรรมการที่ปรึกษาด้านวิชาการ กองการยางที่ให้คำปรึกษา แนะนำ จนกระทั่งงานวิจัยนี้เสร็จสิ้นสมบูรณ์

12 เอกสารอ้างอิง

- กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. 2548. ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง การกำหนดมาตรฐานยาง และวิธีการมัดยางและการบรรจุหีบห่อยางเพื่อการส่งออก พ.ศ. 2548 ประกาศ ณ วันที่ 27 กันยายน 2548 ประกาศในราชกิจจานุเบกษา วันที่ 24 สิงหาคม 2548.
- Yungyongwattanakorn, J. and Sakdapipanich, J. 2006. Physical Property Changes in Commercial Natural Rubber during Long Term Storage. *Rubber Chemistry and Technology* 79(1): 72-81.
- พรรษา อุดุลยธรรม. 2538. ยางแท่งความคงที่. *วารสารยางพารา*15(3): 163-174
- Yunyongwattanakorn, J., Tanaka, Y., Kawahara, S., Klinklai, W., and Sakdapipanich, J. 2003. Effect of Non-rubber Components on Storage Hardenig and Gel Formation of Natural Rubber During Accelerated Storage Under Various Conditions. *Rubber Chemistry and Technology* 76(5): 1228-1240.
- จันทร์ต้น วรสรรพวิทย์. 2557. การศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิง/วัสดุอ้างอิงรับรอง โดยใช้การวิเคราะห์ การถดถอย. *วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ*. 62(194): 26-29
- พรรษา อเนกชัย จักรี เลื่อนราม ปรีดีเปรม ทศนกุล และสุรศักดิ์ สุทธิสงค์. 2541. การผลิตยางแท่ง เอสทีอาร์ 5 ชนิดความหนืดคงที่. *รายงานผลการวิจัยยางพารา*15(3): 1-14.
- Sekhar, B. C. 1962. Inhibition of Hardening in Natural Rubber. *Rubber Chemistry and Technology* 35(4): 889–895.
- กฤษณา คงศิลป์ จักรี เลื่อนราม และจรี จันทนา. 2532. ความเปลี่ยนแปลงความอ่อนตัวของยางระหว่างเก็บ. *รายงานผลการค้นคว้าทดลองและวิจัย ศูนย์ควบคุมยางสงขลา*: 1-4
- Si-Dong, L. He-Ping, Y. Zheng, P. and Pei-Sen, L. 1998. Study on Variation of Structure and Properties of Natural Rubber During Accelerated Storage. *Journal of Applied Polymer Science* 70: 1779-1783.
- Varghese, L. Thomas, K. T. and Mathew, N. M. 2005. Impact of bactericidal treatment of field coagulum on quality of Technically Specified Rubber. *International Natural Rubber Conference, India*. 418-421

13 ภาคผนวก

-