



รายงานโครงการวิจัย

การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบยางธรรมชาติ

Internal Reference Material Production for

Natural Rubber Test

ชื่อหัวหน้าโครงการวิจัย

นางสาววิภาวี พัฒนกุล

Miss Wippawee Pattanakul

ปี พ.ศ. 2563



รายงานโครงการวิจัย

การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบยางธรรมชาติ

Internal Reference Material Production for

Natural Rubber Test

ชื่อหัวหน้าโครงการวิจัย

นางสาววิภาวี พัฒนกุล

Miss Wipawee Pattanakul

ปี พ.ศ. 2563

คำปรารภ

การผลิตและจำหน่ายยางแท่งเอสทีอาร์ต้องมีการทดสอบสมบัติของยางแท่งเอสทีอาร์จากห้องปฏิบัติการทดสอบ จำนวน 8 สมบัติ คือ ปริมาณสิ่งสกปรก ปริมาณเถ้า ปริมาณสิ่งระเหย ปริมาณไนโตรเจน ความอ่อนตัวเริ่มแรก ดัชนีความอ่อนตัว ความหนืดมูนี และสี แล้วออกใบรับรองคุณภาพยางเพื่อประกอบการจำหน่าย การควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการทดสอบจึงมีความสำคัญต่อผลการทดสอบให้มีความน่าเชื่อถือ กระบวนการควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการทดสอบมีหลายแนวทาง การใช้วัสดุอ้างอิงเป็นแนวทางหนึ่งในการควบคุมผลการทดสอบที่ได้จากเครื่องมือและวิธีการทดสอบ โดยที่วัสดุอ้างอิงที่นำมาใช้ต้องมีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความเสถียรในช่วงระยะเวลาหนึ่งให้เหมาะสมต่อการใช้งานตามวัตถุประสงค์ในกระบวนการวัด

ปัจจุบัน ห้องปฏิบัติการทดสอบยางแท่งเอสทีอาร์มีวัสดุอ้างอิงสำหรับการทดสอบยางธรรมชาติประเภทยางแท่งเอสทีอาร์เพียง 1 ชนิด คือ วัสดุอ้างอิงยางมาตรฐาน (Standard Reference Rubber Material) ความหนืดคงที่ สำหรับตรวจสอบเครื่องมือวัดความหนืดมูนี และเครื่องพลาสติกมิเตอร์ ซึ่งต้องนำเข้าจากต่างประเทศ นอกจากนี้ข้อมูลสำหรับการผลิตวัสดุอ้างอิงสำหรับการทดสอบยางธรรมชาติมีไม่มาก ดังนั้น จึงได้พัฒนาวัสดุอ้างอิงขึ้นมาเพื่อใช้ในการประกันคุณภาพผลการทดสอบสมบัติยางแท่งเอสทีอาร์สำหรับควบคุมคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการ ซึ่งเรียกว่า วัสดุอ้างอิงภายใน (Internal Reference Material)

ความสำเร็จจากการวิจัยนี้จะทำให้ได้วัสดุอ้างอิงภายในไว้ใช้ในห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ จะช่วยลดการนำเข้าวัสดุอ้างอิงยางมาตรฐานความหนืดคงที่ และได้ผลิตวัสดุอ้างอิงภายในใหม่ เพื่อใช้ประกันคุณภาพผลการทดสอบ

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	1
ผู้วิจัย	2
บทคัดย่อ	3
บทนำ	5
การทดลองที่ 1 การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบ ความหนืดมูนนี้	7
การทดลองที่ 2 การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบ ความอ่อนตัวเริ่มแรก	32
การทดลองที่ 3 การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหา ปริมาณสิ่งสกปรก	55
การทดลองที่ 4 การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหา ปริมาณเถ้า	66
บทสรุปและข้อเสนอแนะ	88

เอกสารอ้างอิง

90

ภาคผนวก

92

กรมวิชาการเกษตร

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยครั้งนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้ดีเนื่องจากการได้รับการให้คำปรึกษา ข้อคิดเห็น และข้อเสนอแนะ จากคณะกรรมการที่ปรึกษาด้านวิชาการกองการยาง

ขอขอบคุณห้องปฏิบัติการยางแห้ง ศูนย์ควบคุมยางฉะเชิงเทรา และศูนย์บริการทดสอบรับรองภาคกลาง ฝ่ายวิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมยาง การยางแห่งประเทศไทย ที่ให้ความอนุเคราะห์ทดสอบน้ำยางสดและยางแห้ง ศูนย์บริการทดสอบรับรองภาคตะวันออกเฉียงเหนือ ฝ่ายวิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมยาง การยางแห่งประเทศไทย ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ในการทำวิจัย

ขอขอบคุณห้องปฏิบัติการที่ได้รับใบอนุญาตเป็นผู้จัดทำมีการวิเคราะห์หรือการทดสอบคุณภาพยางจาก กองการยาง กรมวิชาการเกษตร ที่ให้ความอนุเคราะห์ข้อมูลสำหรับการวิจัย

คณะผู้วิจัย

มีนาคม 2564

ผู้วิจัย

นางสาววิภาวี พัฒนกุล Ms. Wipawee Pattanakul	กองการยาง
นางสาวพัชรา อินทแสง Ms. Patchara Inthasang	กองการยาง
นายกิตติคุณ บุญวานิช Mr. Kittikun Boonvanich	กองการยาง
ดร. จรรย์ ยะฟา Dr. Jarun Yafa	สถาบันมาตรวิทยา
นางสาวปฏิมาภรณ์ สังข์น้อย Ms. Patimaphon Sangnoi	ศูนย์ควบคุมยางสงขลา
นางสาวอิตยาณัท แก้วประดับ Ms. Isyanut Kaewpradub	ศูนย์ควบคุมยางสงขลา
นางสาวภัทรียา เอื้อสว่างพร Ms. Pattareeya Uasawangporn	ศูนย์ควบคุมยางหนองคาย
นางสาวพรทิพย์ ประกายมณีวงศ์ Ms. Porntip prakaimaneewong	กองการยาง
นางสาวจรัสศรี พันธุ์ไม้ Ms. Jarassri Phanmai	ศูนย์ควบคุมยางฉะเชิงเทรา
นายสุรชัย ศิริพัฒน์ Mr. Surachai Siripat	ศูนย์ควบคุมยางบุรีรัมย์
นางสาวสุภาพร พรหมพันธุ์ Ms. Supaporn Phromphan	กองการยาง

บทคัดย่อ

วัสดุยางมาตรฐานที่ใช้ควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการยางแห่งเอสทีอาร์ของภาครัฐและภาคเอกชน เพื่อควบคุมความสามารถของห้องปฏิบัติการ และเป็นการประกันคุณภาพผลการทดสอบ ต้องนำเข้าจากต่างประเทศและมีราคาแพง โครงการนี้จึงพัฒนาวัสดุอ้างอิงภายในเพื่อทดแทนการนำเข้าวัสดุอ้างอิงมาตรฐาน ความหนืดคงที่และผลิตวัสดุอ้างอิงภายในใหม่ สำหรับการทดสอบยางแห่งเอสทีอาร์ จำนวน 4 สมบัติ คือ การทดสอบความหนืดมูนี ความอ่อนตัวเริ่มแรก ปริมาณสิ่งสกปรก และปริมาณเถ้า ซึ่งแต่ละสมบัติมีค่า 3 ระดับ โดยเตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในรูปของยางแท่ง หลังจากนั้นทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและความเสถียรด้วยการวิเคราะห์ทางสถิติ การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนีและความอ่อนตัวเริ่มแรก โดยการบดยางธรรมชาติด้วยจำนวนครั้งของการบดที่ทำให้ยางมีค่าความหนืดมูนี 3 ระดับ คือ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย และมีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก 3 ระดับ คือ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย แล้วทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันด้วยการใช้ 2 เกณฑ์ คือ ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน ไม่เกิน ± 3 หน่วย สำหรับการความหนืดมูนี และ ไม่เกิน ± 2.5 หน่วยสำหรับความอ่อนตัวเริ่มแรก กับการวิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความหนืดมูนีและความอ่อนตัวเริ่มแรก ทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน ผลจากศึกษาความเสถียร (Stability) ของวัสดุอ้างอิงภายในโดยใช้การประเมินการถดถอย (Regression Analysis) พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย และระดับ 65 ± 3 หน่วย มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ 150 วัน และความหนืดมูนีระดับ 75 ± 3 หน่วย มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ 195 วัน และความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ที่ระยะเวลา 150, 180 และ 150 วัน ตามลำดับ การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรก จากการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานแทนสิ่งสกปรก 4 ชนิด คือ ซีลี้อย ซิลิกา เคลย์ และแคลเซียมคาร์บอเนต ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในจากการผสมยางธรรมชาติกับซีลี้อย ทั้ง 3 ระดับ เหมาะสมที่สุด และมีความ

เป็นเนื้อเดียวกันจากการประเมินด้วยสถิติตาม ISO 13528 (2015) และสถิติ ANOVA โดยมีความเสถียรภายในระยะเวลา 90 วัน จากการประเมินปริมาณสิ่งสกปรกที่อยู่ในยางมีค่าไม่เกิน $\text{mean} \pm 2SD$ ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้าจากการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานแทนเถ้า 3 ชนิด คือ สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และแคลเซียมคาร์บอเนต ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ มีค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับ และนำมาประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันจากการใช้ข้อมูลโปรแกรมทดสอบความชำนาญและสถิติตาม ISO 13528 (2015) และประเมินความเสถียร ด้วยการพิจารณาค่าปริมาณเถ้าในยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับ มีค่าอยู่ในช่วง ค่าเฉลี่ย $\pm 2SD$ ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้าจากยางธรรมชาติผสมสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.4 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความเสถียรตลอดระยะเวลา 240 วัน

Abstract

Standard Reference Rubber Material (SRM) was used for quality control in public and private sector - Standard Thai Rubber (STR) laboratory in order to control the competency of laboratory and be for quality assurance of test result. It was imported from foreign country and high-price. To replace imported-SRM and produce new internal reference material (IRM) for STR test, this study was to develop internal reference material for STR properties; mooney viscosity, initial plasticity, dirt content and ash content, each of 3 levels. IRM as dry rubber was prepared, as well as then assessed the homogeneity and stability by statistical analysis. Internal reference material for mooney viscosity test (IRM-MV) and Internal reference material for initial plasticity test (IRM-P₀) was carried out by varying the number of mastication to get its mooney viscosity of 45 ± 3 , 65 ± 3 and 75 ± 3 units as well as its initial plasticity of 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 and 35 ± 2.5 units respectively. Homogeneity test of IRM-MV and IRM-P₀ used 2 criteria, including standard deviation within ± 3 units for mooney viscosity and within ± 2.5 units for initial plasticity as well as Analysis of Variance (ANOVA) with P-value more than 0.05 and F_{cal} less than F_{cal} at 95% confidence level. It was found that IRM-MV and IRM-P₀ were homogeneous. The study of stability of IRM-MV and IRM-P₀ by using Regression Analysis showed that IRM-MV with mooney viscosity of 45 ± 3 and 65 ± 3 units was stable at 150 days and IRM-MV with mooney viscosity of

75 ± 3 units was stable at 195 days, as well as IRM-P₀ with initial plasticity of 25 ± 2.5, 30 ± 2.5 and 35 ± 2.5 units were stable at 150, 180 and 150 days, respectively. Preparation of Internal reference material for dirt content test (IRM-D) was to mix the dry natural rubber with 4 kinds of standard material; saw dust, silica, clay and calcium carbonate, each with the level of 0.03, 0.10 and 0.20 part per hundred of rubber (phr). IRM-dirt from mixing dry natural rubber with saw dust (IRM-D-S) of all 3 levels, was the most appropriate. Statistical analysis for homogeneity of IRM-D-S by using ISO 13528 (2015) and ANOVA, and stability of IRM-D-S by considering their dirt content within mean ± 2 SD of homogeneity test, showed that IRM-D-S of all 3 levels were homogeneous and stable within 90 days. Internal reference material for ash content test (IRM-A) was produced by mixing dry natural rubber with 3 kinds of standard material; magnesium oxide, calcium oxide and calcium carbonate, each with the level of 0.2, 0.4 and 0.6 phr. IRM-A from mixing natural rubber with magnesium oxide (IRM-A-MgO) had % mean recovery within the accepted range. Proficiency program data and ISO 13528 (2015) were used to assess their homogeneity. The stability of IRM-A was considered from their ash content within mean ± 2 SD of homogeneity test. It was found that IRM-A-MgO at the level 0.4 phr was homogeneous and stable within 240 days.

บทนำ

กองการยาง ถูกจัดตั้งขึ้นตามคำสั่งกรมวิชาการเกษตรที่ 837/2559 ลงวันที่ 1 พฤษภาคม 2558 โดยให้มีอำนาจหน้าที่รับผิดชอบปฏิบัติงานตามพระราชบัญญัติควบคุมยาง พ.ศ. 2542 ในการควบคุมการผลิต การค้า การส่งออก และการนำเข้ายาง ให้การรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการเกี่ยวกับยาง และให้บริการวิเคราะห์ตรวจสอบคุณภาพยาง ยางแท่งเอสทีอาร์เป็นยางชนิดหนึ่งที่กองการยางมีภารกิจในการควบคุม กำกับ ดูแลคุณภาพยางของประเทศไทยให้ได้มาตรฐาน ตามพระราชบัญญัติควบคุมยาง พ.ศ. 2542 ซึ่งได้ออกประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เล่ม 122 ตอนพิเศษที่ 106 ง วันที่ 27 กันยายน 2548 เรื่องการกำหนดมาตรฐานยาง และวิธีการมัดยาง และการบรรจุหีบห่อยางเพื่อการส่งออก ประกาศดังกล่าวได้กำหนดมาตรฐานและจัดชั้นยางแท่งเอสทีอาร์ จำนวน 8 ชั้น คือ STR XL, STR 5L, STR5, STR 5CV, STR 10, STR 10 CV, STR 20 และ STR 20CV โดยการใช้การทดสอบสมบัติยางแท่งจากห้องปฏิบัติการ จำนวน 8 รายการเป็นเกณฑ์จัดชั้นยาง ได้แก่ ปริมาณสิ่งสกปรก ปริมาณเถ้า ปริมาณสิ่งระเหย ปริมาณไนโตรเจน ความอ่อนตัวเริ่มแรก ดัชนีความอ่อนตัว ความหนืดมูนิ และสี ดังนั้น ผู้ผลิตยางแท่งเอสทีอาร์จึงต้องส่งยางแท่งเอสทีอาร์ให้ห้องปฏิบัติการยางแท่งของภาครัฐ (เดิม จนถึง เดือน

กรกฎาคม พ.ศ. 2558 คือสถาบันวิจัยยาง ปัจจุบัน จากเดือนกรกฎาคม พ.ศ. 2558 เป็นต้นมา คือกองการยาง) เพื่อทดสอบและออกใบรับรองคุณภาพยางประกอบการจำหน่าย ผู้ประกอบการขออนุญาตตั้งโรงทำยางประเภทยางแท่งเอสทีอาร์มีจำนวนมากขึ้น ทำให้การบริการทดสอบยางแท่งเอสทีอาร์ของห้องปฏิบัติการภาครัฐไม่สามารถรองรับการออกใบรับรองคุณภาพยางแท่งเอสทีอาร์ให้ภาคเอกชนได้ทันเวลา กรมวิชาการเกษตรจึงมีการถ่ายโอนภารกิจทดสอบคุณภาพยางแท่งเอสทีอาร์ให้ภาคเอกชน ซึ่งภาคเอกชนสามารถทดสอบและออกใบรับรองคุณภาพยางได้เอง โดยภาคเอกชนที่ขออนุญาตตั้งห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ต้องปฏิบัติตามที่กำหนดในพระราชบัญญัติควบคุมยาง พ.ศ. 2542 มาตรา 29 ว่า ผู้ใดจะจัดให้มีการวิเคราะห์หรือการทดสอบคุณภาพยางต้องได้รับใบอนุญาตจากผู้อนุญาต และผู้รับใบอนุญาตต้องใช้เครื่องมือเครื่องใช้สำหรับการวิเคราะห์หรือการทดสอบคุณภาพยาง รวมทั้งผู้ปฏิบัติงาน (พระราชบัญญัติควบคุมยาง พ.ศ. 2542, 2542)

การให้การรับรองและให้ใบอนุญาตห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์แก่ภาคเอกชนภายใต้การดำเนินงานของกองการยาง กรมวิชาการเกษตร มีขั้นตอนตั้งแต่การตรวจประเมินสถานที่ห้องปฏิบัติการ ความสามารถของบุคลากร ประสิทธิภาพของเครื่องมือทดสอบ และการทดสอบเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ ปัจจุบันห้องปฏิบัติการยางแท่งของภาครัฐ มี 4 แห่ง และห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของภาคเอกชนที่ได้รับอนุญาตจากกองการยาง กรมวิชาการเกษตร มี 77 แห่ง (ข้อมูลจากกองการยาง กรมวิชาการเกษตร National Single Window; NSW เดือนกุมภาพันธ์ 2564) ทั้งนี้ เพื่อให้การควบคุมกำกับกับการดำเนินงานของห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของภาคเอกชนเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพและน่าเชื่อถือ กองการยางจึงได้มีการตรวจสอบความสามารถของห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของภาคเอกชนจากการตรวจติดตามและประเมินห้องปฏิบัติการยางแท่งอย่างน้อย 1 ครั้งต่อปี และมีการทดสอบเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการยางแท่งของภาครัฐกับภาคเอกชน โดยกองการยางเตรียมตัวอย่างทดสอบเปรียบเทียบส่งให้ห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของภาครัฐและภาคเอกชนทดสอบตามวันเวลาที่กำหนด แล้วนำผลการทดสอบมาประเมิน อย่างไรก็ตามห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของกองการยางในฐานะที่เป็นผู้ควบคุมกำกับก็ต้องรักษาประสิทธิภาพและความสามารถของห้องปฏิบัติการเป็นประจำด้วย ดังนั้น ห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ทั้งภาครัฐจำเป็นต้องใช้วัสดุอ้างอิง เป็นเครื่องมือกำกับดูแลความสามารถของห้องปฏิบัติการ และห้องปฏิบัติการยางภาคเอกชนใช้วัสดุอ้างอิงเพื่อการประกันคุณภาพผลการทดสอบ

วัสดุอ้างอิง (Reference Materials, RM) หมายถึง วัสดุหรือสารที่มีสมบัติหนึ่งอย่างหรือหลายอย่าง ที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีเสถียรภาพของสมบัติที่ระบุเพียงพอให้เหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ในกระบวนการวัด ได้แก่ การสอบเทียบอุปกรณ์ การประเมินวิธีวัด หรือใช้ในการกำหนดค่าวัสดุต่างๆ ปัจจุบัน วัสดุอ้างอิงที่ใช้ในห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ มีเพียง 1 ชนิด คือ วัสดุอ้างอิงมาตรฐานความหนืดคงที่ (Standard Reference Rubber Material) สำหรับตรวจสอบเครื่องมือวัดความหนืดมูนนี่ (Mooney Viscometer) และเครื่องพลาสติกมิเตอร์ (Plastimeter) เนื่องจากความหนืดของยางธรรมชาติเปลี่ยนแปลงตามสภาวะแวดล้อมและระยะเวลาเก็บ หากเก็บยางธรรมชาติเป็นระยะเวลานานจะเกิดปรากฏการณ์ที่เรียกว่า การเกิดความแข็งขณะเก็บ (Storage Hardening Phenomena) ทำให้ยางธรรมชาติมีความแข็งและความหนืดเพิ่มขึ้นซึ่งไม่เป็นที่ต้องการสำหรับโรงงานผลิตยางแท่งที่มีความหนืดคงที่ (Constant Viscosity) และโรงงานผลิต

ผลิตภัณฑ์ที่มีการกำหนดค่าความหนืดเริ่มต้นของยางแท่งสำหรับผลิตภัณฑ์ยางบางประเภท ดังนั้น การตรวจสอบค่าความหนืดในยางธรรมชาติจึงมีความสำคัญต่อกระบวนการแปรรูปและสมบัติของผลิตภัณฑ์ ส่งผลให้โรงงานผู้ผลิตยางแท่ง 89 แห่ง (ข้อมูลจากกองการยาง กรมวิชาการเกษตร National Single Window; NSW เดือนกุมภาพันธ์ 2564) ในประเทศไทยจำเป็นต้องนำเข้ายางมาตรฐานความหนืดคงที่มาใช้ในการควบคุมคุณภาพของยางแท่งในห้องปฏิบัติการ สูญเสียเงินกว่าปีละ 2,000,000 บาท (คำนวณจากการใช้ยางมาตรฐานความหนืดคงที่จำนวน 2 ชั้น ราคาชิ้นละ 40 บาท สำหรับตรวจสอบเครื่องทดสอบความหนืดมูนี่ประจำวันของผู้ผลิตยางแท่งจำนวน 89 แห่ง) ซึ่งนอกจากเป็นการเพิ่มต้นทุนในการผลิตยางแท่งแล้วนั้น ยางมาตรฐานดังกล่าวยังหาซื้อยากและมีอายุการใช้งานสั้น นอกจากนี้ สมบัติอื่นๆ ของยางแท่งเอสทีอาร์ ได้แก่ ดัชนีความอ่อนตัว ความอ่อนตัวเริ่มแรก ปริมาณสิ่งสกปรก ปริมาณสิ่งระเหย ปริมาณเถ้า และปริมาณไนโตรเจน ก็มีความสำคัญต่อคุณภาพยางแท่งและกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์ยางด้วย กองการยาง กรมวิชาการเกษตรซึ่งมีบทบาทสำคัญในการสนับสนุนการผลิตยางแท่งของภาคเอกชนทั้งในด้านปริมาณและคุณภาพ จึงตระหนักถึงความจำเป็นในการพัฒนาวัสดุอ้างอิงภายใน (Internal reference material, IRM) ซึ่งเป็นวัสดุอ้างอิงที่ได้รับการถ่ายค่าระดับจากห้องปฏิบัติการที่ได้รับการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานอุตสาหกรรม มอก. 17025:2548 (ISO/IEC, 17025:2005) เพื่อนำมาใช้ควบคุมคุณภาพผลการทดสอบภายในห้องปฏิบัติการสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี่ ดัชนีความอ่อนตัว ปริมาณสิ่งสกปรก และปริมาณเถ้า รวมถึงเป็นการส่งเสริมห้องปฏิบัติการทดสอบยางในประเทศไทยให้มีวัสดุอ้างอิงภายในไว้ใช้ในการประกันคุณภาพของห้องปฏิบัติการ เพิ่มมูลค่าสินค้าทางการเกษตร ลดการนำเข้าวัสดุอ้างอิงจากต่างประเทศ อีกทั้งสามารถนำองค์ความรู้ที่ได้จากกระบวนการวิจัยนี้ไปต่อยอดผลิตวัสดุอ้างอิงสำหรับยางธรรมชาติเพื่อส่งออกต่างประเทศได้อีกด้วย

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

เพื่อผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับควบคุม กำกับ ดูแล ความสามารถของห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของภาคเอกชนที่ได้รับอนุญาตจากกองการยาง กรมวิชาการเกษตร

ขอบเขตของการวิจัย

1. ผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่ซึ่งมีค่าความหนืดมูนี่ในช่วง 45 - 75 หน่วย และมีความอ่อนตัวเริ่มแรกในช่วง 25 - 40 หน่วย
2. ผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติที่มีปริมาณสิ่งสกปรก 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม และ ปริมาณเถ้า 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

โครงการวิจัยประกอบด้วย 4 การทดลอง คือ

- การทดลองที่ 1 การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี่
- การทดลองที่ 2 การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก
- การทดลองที่ 3 การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรก
- การทดลองที่ 4 การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้า

การทดลองที่ 1

การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี่

Internal Reference material Production for Mooney Viscosity Test

กิตติคุณ บุญวานิช พัชรา อินทะแสง วิภาวี พัฒนกุล และจรัญ ยะผา

Kiitikon Boonvanich Patchara Inthasang Wipawee Pattanakul and Jarun Yafa

คำสำคัญ (keywords) : วัสดุอ้างอิงภายใน (Internal reference material) ยางธรรมชาติความหนืดคงที่ (Constant viscosity natural rubber) ความหนืดมูนนี่ (Mooney viscosity)

บทคัดย่อ

การควบคุมคุณภาพผลการทดสอบสมบัติความหนืดมูนนี่ของสินค้ายางแท่งเอสทีอาร์ ทำได้โดยการใช้ยางมาตรฐานความหนืดมูนนี่ในการตรวจสอบเครื่องทดสอบความหนืดมูนนี่เป็นประจำ แต่เนื่องจากยางมาตรฐานมีราคาสูงเพราะต้องนำเข้าจากต่างประเทศ งานวิจัยนี้จึงศึกษาการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่ โดยการนำน้ำยางสดมาเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทริลซัลเฟต ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน เพื่อควบคุมค่าความหนืดมูนนี่ของยางให้คงที่ และปรับค่าความหนืดของยางให้ได้ 3 ระดับ ด้วยวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมีและวิธีทางกล พบว่า การลดน้ำหนักโมเลกุลของยางโดยวิธีทางเคมี เมื่อใส่สารลดน้ำหนักโมเลกุลไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตลงในน้ำยางสดที่รักษาสภาพด้วยแอมโมเนียส่งผลให้ไม่สามารถจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิกได้ ในขณะที่การลดน้ำหนักโมเลกุลของยางโดยวิธีทางกล โดยการนำน้ำยางสดที่เติมสารควบคุมความหนืดมาจับตัวด้วยกรด อบยางจนได้ยางแห้ง บดยางแห้งที่มีค่าความหนืดมูนนี่ประมาณ 62 หน่วย ด้วยเครื่องบดยางสองลูกกลิ้ง จำนวน 50 ครั้ง ได้วัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับทดสอบความหนืดมูนนี่ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย และบดยางแห้งที่มีค่าความหนืดมูนนี่ประมาณ 80 หน่วย จำนวน 50 และ 20 ครั้ง ได้วัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับทดสอบความหนืดมูนนี่ที่ระดับ 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ตามลำดับ นำวัสดุอ้างอิงภายในดังกล่าวมาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) โดยใช้เกณฑ์ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานไม่เกิน 3 หน่วย การวิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่ทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และศึกษาความเสถียร (Stability) ของวัสดุอ้างอิงภายในโดยใช้การประเมินการถดถอย (Regression Analysis) พบว่า ความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย และความหนืดมูนนี่ระดับ 65 ± 3 หน่วย มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ 150 วัน และความหนืดมูนนี่ระดับ 75 ± 3 หน่วย มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ 195 วัน

Abstract

Quality control for mooney viscosity property test result of Standard Thai Rubber (STR) was carried out by regular inspection of the mooney viscometer with constant viscosity

standard rubber (CV-Rubber). CV-Rubber was expensive because it was imported from foreign country, therefore this research studied the production of internal reference material for mooney viscosity testing (IRM-MV). IRM-MV was prepared by treating fresh field latex with 0.15 parts per hundred of rubber (phr) of 10 % (w/v) hydroxylamine neutral sulfate to stabilize mooney viscosity and adjust mooney viscosity value to three level by two methods including chemical and mechanical method to reduce molecular weight. Chemical method was not successful method because the latex preservation with ammonia and the molecular weight reduction of rubber by using hydrogen peroxide and potassium persulfate affected treated latex so that such latex could not be coagulated by formic acid. Mechanical method was carried out by treating fresh field latex with viscosity stabilizers agents before coagulating the rubber in latex with formic acid and drying the rubber. Dry rubber which had mooney viscosity about 62 units was passed 50 times through a two-roll mill to get IRM-MV which had mooney viscosity of 45 ± 3 units. Dry rubber which had mooney viscosity about 80 units was passed 50 and 20 times through a two-roll mill to get IRM-MV which had mooney viscosity of 65 ± 3 and 75 ± 3 units, respectively. IRM-MV would pass the homogeneity testing if its standard deviation less than 3 units, p-value more than 0.05 and F_{cal} less than F_{cat} at 95% confidence level for ANOVA analysis. IRM-MV of 3 levels in this research were homogeneous. The stability of IRM-MV was studied by Regression Analysis. IRM-MV had mooney viscosity of 45 ± 3 , 65 ± 3 and 75 ± 3 units were stable at 150, 150 and 195 days, respectively.

บทนำ

ยางแท่งเอสทีอาร์ (Standard Thai Rubber) เป็นยางธรรมชาติที่อาศัยการทดสอบทางวิทยาศาสตร์เป็นเกณฑ์ในการแบ่งเกรดยาง ปัจจุบันประเทศไทยแบ่งเกรดยางแท่งเอสทีอาร์ตามประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เล่ม 122 ตอนพิเศษที่ 106 ง วันที่ 27 กันยายน 2548 (กระทรวงเกษตรและสหกรณ์, 2548) เรื่องการกำหนดมาตรฐานยาง และวิธีการมัดยางและการบรรจุหีบห่อเพื่อการส่งออก ประกาศดังกล่าวได้กำหนดมาตรฐานและจัดชั้นยางแท่งเอสทีอาร์ จำนวน 8 ชั้น คือ STR XL, STR 5L, STR5, STR 5CV, STR 10, STR 10 CV, STR 20 และ STR 20CV โดยยางแท่งเอสทีอาร์แต่ละชั้นจะผ่านการทดสอบสมบัติยางแท่งจากห้องปฏิบัติการจำนวน 8 รายการ ได้แก่ ปริมาณสิ่งสกปรก ปริมาณเถ้า ปริมาณสิ่งระเหย ปริมาณไนโตรเจน ความอ่อนตัวเริ่มแรก ดัชนีความอ่อนตัว ความหนืดมูนนี่ และสี ปัจจุบันห้องปฏิบัติการยางแท่งของภาคีรัฐมี 4 แห่ง และห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของภาคเอกชนที่ได้รับอนุญาตจากกองการยาง กรมวิชาการเกษตร มี 77 แห่ง (ข้อมูลจากกองการยาง กรมวิชาการเกษตร National Single Window; NSW เดือนกุมภาพันธ์ 2564) เพื่อให้การควบคุมกำกับการค้าเงินงานของห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของภาคเอกชนเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพและน่าเชื่อถือ กองการยางจึงได้มีการตรวจสอบความสามารถของห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของภาคเอกชนจากการตรวจติดตาม

และประเมินห้องปฏิบัติการยางแท่งอย่างน้อย 1 ครั้งต่อปี และมีการทดสอบเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการยางแท่งของภาครัฐกับภาคเอกชน โดยกองการยาง กรมวิชาการเกษตร เตรียมตัวอย่างทดสอบเปรียบเทียบส่งให้ห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของภาครัฐและภาคเอกชนทดสอบตามวันเวลาที่กำหนด แล้วนำผลการทดสอบมาประเมิน อย่างไรก็ตามห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ของกองการยาง กรมวิชาการเกษตร ในฐานะที่เป็นผู้ควบคุมกำกับก็ต้องรักษาประสิทธิภาพและความสามารถของห้องปฏิบัติการเป็นประจำด้วย ดังนั้นห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ทั้งภาครัฐจำเป็นต้องใช้วัสดุอ้างอิงยางเป็นเครื่องมือกำกับดูแลความสามารถของห้องปฏิบัติการ และห้องปฏิบัติการภาคเอกชนใช้วัสดุอ้างอิงยางเพื่อการประกันคุณภาพผลการทดสอบ

วัสดุอ้างอิงมีการแบ่งตามแหล่งการผลิต ได้ 3 ชนิด คือ วัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material, CRM) เป็นวัสดุอ้างอิงที่ระบุค่าสมบัติหนึ่งหรือหลายอย่าง ที่ผลิตและรับรองโดยองค์กรที่ได้รับการยอมรับในความสามารถทางวิชาการวัสดุอ้างอิงมาตรฐาน (Standard Reference material, SRM) เป็นวัสดุอ้างอิงรับรองที่ผลิตโดยสำนักงานมาตรฐานแห่งชาติ (Nation Bureau of Standard, NBS หรือ National Institute of Standards and Technology, NIST) และวัสดุอ้างอิงภายใน (Internal Reference Material, IRM) เป็นวัสดุอ้างอิงที่ห้องปฏิบัติการพัฒนาขึ้นมาเพื่อใช้ประโยชน์ในห้องปฏิบัติการ

ความหนืดมูนนี่เป็นสมบัติการต้านทานการไหลหรือการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของยาง ซึ่งสัมพันธ์โดยตรงต่อน้ำหนักโมเลกุลของยาง ยางที่มีความหนืดสูงหมายความว่ายางนั้นมีน้ำหนักโมเลกุลมาก ยางที่มีความหนืดสูง จะแข็งมาก แต่ความหนืดของยางธรรมชาติเปลี่ยนแปลงตามสภาวะแวดล้อมและระยะเวลาเก็บหากเก็บยางธรรมชาติเป็นระยะเวลานานจะเกิดปรากฏการณ์ที่เรียกว่า การเกิดความแข็งขณะเก็บ (Storage Hardening Phenomena) (Yungyongwattanakorn, 2007) ไม่เป็นที่ต้องการสำหรับโรงงานผลิตผลิตภัณฑ์ยาง เนื่องจากสิ้นเปลืองเวลาและพลังงานในการบดให้ยางนิ่ม (พรรษา, 2538) ดังนั้นการตรวจสอบค่าความหนืดในยางธรรมชาติจึงมีความสำคัญต่อกระบวนการแปรรูปผลิตภัณฑ์ยาง ส่งผลให้โรงงานผู้ผลิตยางแท่ง 89 แห่ง (ข้อมูลจากกองการยาง กรมวิชาการเกษตร National Single Window; NSW เดือนกุมภาพันธ์ 2564) ในประเทศไทย จำเป็นต้องนำเข้ายางมาตรฐานความหนืดคงที่มาใช้ในการควบคุมคุณภาพของยางแท่งในห้องปฏิบัติการ สูญเสียเงินกว่าปีละ 2,000,000 บาท (คำนวณจากการใช้ยางมาตรฐานความหนืดคงที่จำนวน 2 ชิ้น ราคาชิ้นละ 40 บาท สำหรับตรวจสอบเครื่องทดสอบความหนืดมูนนี่ประจำวันของผู้ผลิตยางแท่งจำนวน 89 แห่ง) ซึ่งนอกจากเป็นการเพิ่มต้นทุนในการผลิตยางแท่ง ในขบวนการทดสอบต้องใช้วัสดุอ้างอิงยางมาตรฐานซึ่งหาซื้อยาก และมีอายุการใช้งานสั้น งานวิจัยนี้จึงตระหนักถึงความจำเป็นในการผลิตวัสดุอ้างอิงภายใน (Internal reference material, IRM) เพื่อใช้เป็นวัสดุอ้างอิงในห้องปฏิบัติการ ซึ่งใช้น้ำยางสดเป็นวัตถุดิบ โดยได้ศึกษากระบวนการผลิตยางธรรมชาติความหนืดคงที่ และกระบวนการปรับค่าระดับความหนืดจากวิธีลดน้ำหนักโมเลกุลจาก

Yungyongwattanakorn และคณะ (2006) ศึกษาสมบัติทางกายภาพของยางแท่งเกรด STR XL, STR 5L และ STR CV60 โดยเก็บยางไว้เป็นเวลา 14 เดือน พบว่ายางทั้งสามชนิดมีปริมาณเจล ค่าความหนืดมูนนี่ และ

ค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกเพิ่มขึ้นเนื่องจากเกิดโครงสร้างแบบโซ่กิ่งขึ้นระหว่างการเก็บ ที่เรียกว่าความแข็งขณะเก็บ โดยยางเกรด STR CV60 มีอัตราการเพิ่มของทั้งสามสมบัติที่น้อยที่สุด เนื่องจากยางชนิดนี้เติมสารไฮดรอกซิลเอมีน ซึ่งเป็นสารควบคุมความหนืดที่มีประสิทธิภาพยับยั้งการเกิดเจลได้และเมื่อทดสอบค่าความหนืดมูนนี่เมื่อคลายตัว (Mooney relaxation) พบว่ายางเกรด STR CV60 มีค่าความหนืดมูนนี่เมื่อคลายตัวน้อยที่สุดเนื่องจากยางชนิดนี้มีโครงสร้างที่เป็นโซ่กิ่งลดลงจึงส่งผลให้ความยืดหยุ่นลดลง

หรรษา และคณะ (2541) ศึกษาวิธีผลิตยางแท่งเอสทีอาร์ 5 ชนิดความหนืดคงที่ โดยการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยาง การฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดบนก้อนยางฝอย และทั้งเติมและฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดลงในยาง ยางที่ผลิตได้มีสมบัติตามมาตรฐานยางแท่งเอสทีอาร์ จากนั้นเก็บยางไว้เป็นเวลาหนึ่งปี พบว่ายางที่ฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดบนก้อนยางฝอยไม่สามารถทำให้ความหนืดของยางคงที่ แต่ยางที่ผลิตจากการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยาง ทั้งที่เติมและฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดลงในยาง ส่งผลทำให้ความหนืดของยางคงที่ตลอดระยะเวลาการเก็บ แต่อย่างไรก็ตามวิธีการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยางเป็นวิธีใช้สารในปริมาณน้อย สามารถทำการผลิตได้สะดวกและรวดเร็ว

Sekhar *et al.* (1961) การเติมสารควบคุมความหนืด (Viscosity stabilizer) ในยางธรรมชาติโดยเลือกใช้ semicarbazide, hydroxylamine sulphate และ dimedone (1,1 dimethyl cyclohexane-3,5-dione) อย่างไรก็ตามสารแต่ละตัวยังมีข้อจำกัด เพราะผลที่ได้ยังไม่มีความสม่ำเสมอ ดังนั้นการเลือกใช้สารแต่ละชนิดต้องแน่ใจว่าสารเคมีทั้งหมดต้องไปจับหมู่อัลดีไฮด์หรือหมู่ที่คล้ายกัน ซึ่งเป็นสาเหตุการแข็งตัวของยาง รวมทั้งสารเคมีจะต้องกระจายในยางได้เป็นอย่างดี

อรสา และคณะ (2546) ศึกษาการผลิตยางธรรมชาติประหยัดพลังงานโดยวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติโดยวิธีบดยางแท่งธรรมชาติด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง และการเติมสารเคมีลงในน้ำยางสด ได้แก่ สารไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โซเดียมไนไตรท์ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ไนโตรเบนซีน และสารย่อยยาง พบว่าสมบัติความหนืดของยางธรรมชาติมีค่าลดลงตามระยะเวลาการบดยางแท่งธรรมชาติและปริมาณสารเคมีที่เติมลงในน้ำยางสด เมื่อนำยางดังกล่าวมาบดผสมสารเคมีเพื่อผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ ใช้พลังงานในการผสมลดลงประมาณร้อยละ 20 การแปรรูปง่ายขึ้น สมบัติยางวัลคาไนซ์และสมบัติทางฟิสิกส์ใกล้เคียงกับยางธรรมชาติเกรดปกติ อีกทั้งยังที่ผ่านการลดน้ำหนักโมเลกุลเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลา 3 เดือน สมบัติความหนืดมูนนี่ น้ำหนักโมเลกุล ความอ่อนตัว และปริมาณเจลยังมีแนวโน้มลดลง จึงมีแนวโน้มในการใช้พลังงานในการแปรรูปเป็นผลิตภัณฑ์ยางน้อยลง

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่ โดยการนำน้ำยางสดมาการเจือจางให้มีปริมาณเนื้อยางแห้งร้อยละ 20-22 โดยน้ำหนัก และเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต ที่มีประสิทธิภาพยับยั้งการเกิดเจล ส่งผลทำให้ความหนืดมูนนี่ของยางคงที่ตลอดระยะเวลาการเก็บ จากนั้นนำยางแห้งที่มีความหนืดมูนนี่คงที่ไปลดน้ำหนักโมเลกุลโดยบดยางด้วยเครื่องบดยางสองลูกกลิ้งเพื่อปรับระดับค่าความหนืดมูนนี่ให้อยู่ในช่วงที่กำหนด ซึ่งงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์คือการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในที่ผลิตได้โดยการวิเคราะห์ ค่าเฉลี่ย ค่า

ความเป็ยเบนมาตรฐาน และการหาความแปรปรวน (ANOVA) รวมทั้งศึกษาความเสถียร (Stability) ของของวัสดุอ้างอิงภายในโดยใช้การประเมินการถดถอย (Regression Analysis) (จันทร์รัตน์, 2557)

ระเบียบวิธีการวิจัย

การทดลองนี้ศึกษาวิธีผลิตวัสดุอ้างอิงภายในอย่างธรรมชาติสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย โดยวิธีทางเคมีและวิธีทางกล

สถานที่ทำการวิจัย กองการยาง และศูนย์ควบคุมยางฉะเชิงเทรา กรมวิชาการเกษตร

ระยะเวลาดำเนินงาน ตุลาคม 2560 - กันยายน 2563

อุปกรณ์และสารเคมี

1. ตัวกรอง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช
2. เครื่องรีดยางแผ่น
3. ตู้อบลมร้อน
4. เครื่องทดสอบความหนืดมูนนี้
5. เครื่องเจลเพอร์มีเอชันโครมาโทกราฟี
6. เครื่องบดสองลูกกลิ้ง
7. เครื่องกวน
8. กรดฟอร์มิก
9. ไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต
10. ฟอสฟอรัสเพนตะออกไซด์
11. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์
12. โปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต

วิธีการดำเนินการ

1. ทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน
 - 1.1 คัดเลือกต้นยางพันธุ์ RRIM 600 อายุ 15-16 ปี จำนวน 50 ต้น
 - 1.2 เก็บน้ำยางสดจากต้นยาง และกรองน้ำยางสดผ่านตัวกรอง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช ตามลำดับ
 - 1.3 ทดสอบสมบัติน้ำยางสด ได้แก่ ปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณเนื้อยางแห้ง ปริมาณกรดไขมัน ระเหย และปริมาณแมกนีเซียม
 - 1.4 เจือจางน้ำยางสดให้มีปริมาณเนื้อยางแห้งร้อยละ 22 โดยน้ำหนัก
 - 1.5 นำน้ำยางสดมาจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน แล้วปล่อยให้ น้ำยางจับตัวที่อุณหภูมิห้อง

1.6 ล้างก้อนยางด้วยน้ำสะอาดและรีดก้อนยางให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องรีดให้มีความหนาไม่เกิน 5 มิลลิเมตร แล้วอบยางให้แห้งในตู้อบ

1.7 นำตัวอย่างยางแห้งไปทดสอบสมบัติความหนืดมูนนี่ (Mooney Viscosity; MV) และน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีเจลเพอร์มีเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography; GPC)

2. การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่ซึ่งมีค่าความหนืดมูนนี่ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย

2.1 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่จากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล

2.1.1 เตรียมน้ำยางสดตามขั้นตอนที่ 1.2 - 1.4

2.1.2 เติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน ลงในน้ำยางสด และจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน แล้วปล่อยให้ยางจับตัวที่อุณหภูมิห้อง

2.1.3 ล้างก้อนยางด้วยน้ำสะอาดและรีดให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องรีดให้มีความหนาไม่เกิน 5 มิลลิเมตร แล้วอบยางให้แห้งในตู้อบ

2.1.4 นำตัวอย่างยางมาบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ซึ่งมีการควบคุมอุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส ที่จำนวนครั้งของการบดยาง 0, 5, 10, 15, 20 และ 25 ครั้ง จำนวนละ 3 ชั่วโมง

2.1.5 นำตัวอย่างที่ได้ไปทดสอบสมบัติความหนืดมูนนี่ (Mooney Viscosity; MV) การทดสอบความแข็งที่ภาวะเร่ง (Accelerated storage hardening test; A.S.H.T.) และน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีเจลเพอร์มีเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography; GPC)

2.1.6 เลือกกรรมวิธีที่สามารถให้ตัวอย่างมีสมบัติค่าความหนืดมูนนี่อยู่ในช่วง 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วยและมีค่าความแข็งที่ภาวะเร่งไม่เกิน 8 หน่วยไปผลิตวัสดุอ้างอิงต่อไป

2.1.7 หากกรรมวิธีในข้อ 2.1.4 ไม่ได้ตัวอย่างที่มีค่าความหนืดมูนนี่ตามที่กำหนด ให้แปรจำนวนครั้งของการบดยางจนได้ค่าความหนืดมูนนี่ที่กำหนด

2.2 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่จากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี

2.2.1 เก็บน้ำยางสดจากต้นยางและกรองน้ำยางสด ผ่านตัวกรอง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช ตามลำดับ รักษาสภาพน้ำยางสดด้วยแอมโมเนียและทดสอบสมบัติน้ำยางสด ได้แก่ ปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณเนื้อยางแห้ง ปริมาณความเป็นต่าง ปริมาณกรดไขมันระเหย และปริมาณแมกนีเซียม

2.2.2 เจือจางน้ำยางสดให้มีปริมาณเนื้อยางแห้งร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก

2.2.3 เติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในน้ำยางสดปริมาณ 1.0 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาที แล้วเติม

สารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในน้ำอย่างสด ปริมาณ 10.0 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้ออย่างแห้ง 100 ส่วนโดยใช้ระยะเวลาการผสมน้ำอย่างกับสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 0, 30, 60, 120 และ 240 นาที ระยะเวลาละ 3 ชั่วโมง

2.2.4 เติมสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในน้ำอย่างสดปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้ออย่างแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำอย่าง เป็นเวลา 30 นาที

2.2.5 จับตัวเนื้ออย่างด้วยกรดฟอร์มิคความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้ออย่างแห้ง 100 ส่วน แล้วปล่อยให้เนื้ออย่างจับตัวที่อุณหภูมิห้อง

2.2.6 ล้างก้อนยางด้วยน้ำสะอาดและรีดก้อนยางให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องรีดให้มีความหนาไม่เกิน 5 มิลลิเมตร แล้วอบยางให้แห้งในตู้อบ

2.2.7 เตรียมตัวอย่างแต่ละชุดสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่ (Mooney Viscosity; MV) การทดสอบความแข็งที่ภาวะเร่ง (Accelerated storage hardening test; A.S.H.T.) และน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography; GPC)

2.2.8 หากกรรมวิธีในข้อ 2.2.3 ไม่ได้ตัวอย่างที่มีค่าความหนืดมูนนี่ตามที่กำหนด ให้แปรระยะเวลาในการกวนผสมน้ำอย่างกับสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตจนได้ค่าความหนืดมูนนี่ที่กำหนด

3. ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

3.1 เตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากกรรมวิธีที่ให้ค่าความหนืดมูนนี่ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย จำนวน 3 ชั่วโมง

3.2 สุ่มตัวอย่างจากจุดต่างๆ ของแผ่นยางที่เตรียมได้ จำนวน 10 ตัวอย่าง

3.3 ส่งตัวอย่างไปทดสอบสมบัติความหนืดมูนนี่ยังห้องปฏิบัติการที่ได้รับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025

3.4 นำผลการทดสอบจากข้อ 3.3 มาประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในโดยมีเกณฑ์การพิจารณา ดังนี้

3.4.1 ค่าเฉลี่ย \pm ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน ไม่เกิน 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 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) ของความหนืดมูนนี่ในยางสำหรับตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน นำค่าเฉลี่ยความหนืดมูนนี่ของตัวอย่างผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ในข้อ 3. มากำหนดเป็นค่าระดับของความหนืดมูนนี่ในตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

5. ศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

5.1 เตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากกรรมวิธีที่ให้ค่าความหนืดมูนิ 45 ± 3, 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย จำนวน 3 ซ้ำ

5.2 เตรียมตัวอย่างทดสอบโดยบดตัวอย่างด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง จำนวน 6 ครั้ง ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้ง 1.65 มิลลิเมตร ตัดตัวอย่างทดสอบจำนวน 2 ชิ้น แต่ละชิ้นมีความหนาประมาณ 6 มิลลิเมตร และมีน้ำหนักประมาณ 12.5 กรัม บรรจุใส่ถุงพอลิเอทิลีนและปิดให้สนิท จำนวน 72 ถุงต่อหนึ่งชุด

5.3 ทดสอบความหนืดมูนิของตัวอย่างทดสอบ ทุกระดับค่าความหนืดมูนิทุก 15 วัน เป็นระยะเวลา 1 ปี

5.4 ประเมินความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในโดยใช้การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)

6. รวบรวม วิเคราะห์ และสรุปผล

ผลการทดลองและอภิปราย

1. ทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน

1.1 สมบัติน้ำยางสด

เก็บน้ำยางสดซึ่งเป็นวัตถุดิบสำหรับผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนิจำนวน 4 แปลง เพื่อเป็นแปลงสำรองในการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนิ และทดสอบสมบัติน้ำยางสด ได้แก่ ปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณเนื้อยางแห้ง จำนวนกรดไขมันระเหย และปริมาณแมกนีเซียม ผลการทดสอบสมบัติน้ำยางสด ตามตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สมบัติน้ำยางสด จำนวน 4 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
4	39.93	37.05	0.021	751

จากตารางที่ 1 สมบัติน้ำยางสดที่ได้เป็นสมบัติพื้นฐาน ซึ่งสมบัติต่างๆ จะใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติในรูปของยางแห้ง และบ่งชี้ถึงการเสถียรภาพของน้ำยาง ดังนี้

1) ปริมาณของแข็งทั้งหมด และปริมาณเนื้อยางแห้ง ใช้ในการคำนวณปริมาณแมกนีเซียม และคำนวณปริมาณสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต และกรดฟอร์มิก ที่จะเติมลงในน้ำยางสด เพื่อเตรียมตัวอย่างธรรมชาติในรูปของยางแห้ง

2) จำนวนกรดไขมันระเหยบ่งชี้ว่าน้ำยางสดเสียหายหรือไม่ โดยมีค่าไม่เกิน ร้อยละ 0.05 ซึ่งผลที่ได้ตามตารางที่ 1 มีค่าจำนวนกรดไขมันระเหยไม่เกิน ร้อยละ 0.05 จึงเป็นน้ำยางสดที่ไม่เสียหาย

3) ปริมาณแมกนีเซียม มีผลต่อการเสียหายของน้ำยางสดในการผลิตน้ำยางชั้น สำหรับงานวิจัยนี้ทดสอบปริมาณแมกนีเซียมเพื่อเก็บเป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับน้ำยางสดที่นำมาใช้ผลิตวัสดุอ้างอิงภายใน

1.2 สมบัติยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน

ศึกษาสมบัติยางแห้งโดยเก็บน้ำยางสดจากทั้ง 4 แปลง มาจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิก ริดเป็นแผ่น และอบให้แห้ง ได้แผ่นยางแห้งสำหรับเป็นตัวอย่างยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน แล้วทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน ได้แก่ ความหนืดมูนิ น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ได้ผลการทดสอบ ตามตารางที่ 2

ตารางที่ 2 สมบัติความหนืดมูนิ น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน จำนวน 4 แปลง

แปลงที่	สมบัติความหนืดมูนิ (หน่วย)	น้ำหนักโมเลกุล ($\times 10^6$ กรัมต่อโมล)	การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล (M_w/M_n)
1	66.4	2.74	1.21
2	67.9	2.73	1.27
3	66.8	2.85	1.22
4	82.85	2.99	1.51

จากสมบัติยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในที่ได้ตามตารางที่ 2 สมบัติที่จะนำมาพิจารณา คือ สมบัติความหนืดมูนิ ในการเลือกแปลงยางมาเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในที่ระดับความหนืดมูนิที่กำหนด เมื่อพิจารณาค่าความหนืดมูนิ พบว่า ความหนืดมูนิเริ่มต้นของแปลงที่ 1 - 3 มีค่าประมาณ 66 หน่วย จะใช้สำหรับเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในที่ระดับความหนืดมูนิ 45 ± 3 หน่วย และความหนืดมูนิเริ่มต้นของแปลงที่ 4 มีค่าประมาณ 82 หน่วย ใช้สำหรับเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในที่ระดับความหนืดมูนิ 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย

2. การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่ซึ่งมีค่าความหนืดมูนิ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย

การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่ซึ่งมีค่าความหนืดมูนิ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ประกอบด้วย 2 วิธี ได้แก่ การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่จากวิธีการลด

น้ำหนักโมเลกุลด้วยวิธีทางกล โดยการแปรจำนวนครั้งของการบดยางเพื่อให้ได้ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย และการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่จากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลด้วยวิธีทางเคมี โดยแปรจำนวนสารโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตจนได้ค่าความหนืดมูนิที่กำหนด

2.1 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติจากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล

เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่ซึ่งมีค่าความหนืดมูนิ 45 ± 3 หน่วย โดยเก็บน้ำยางสดจากแปลงที่ 1 มาเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต จับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิก ริดเป็นแผ่น และอบให้แห้ง จากนั้นนำยางแห้งที่ผลิตได้ไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และควบคุมอุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส ซึ่งแปรระยะเวลาการบดยาง 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที ปริมาณ 750 กรัม ต่อ 1 ระยะเวลาการบดยาง และทดสอบสมบัติความหนืดมูนิ ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของยางแห้ง ได้ผลการทดสอบตามตารางที่ 3

ตารางที่ 3 สมบัติความหนืดมูนิ ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ที่แปรระยะเวลาบดยาง 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที

ระยะเวลา บดยาง (นาที)	สมบัติความหนืดมูนิ (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	61.9	62.1	62.2	-1.5	-2.0	-1.0	2.60	2.61	2.48	1.08	1.42	1.37
1	60.2	60.4	60.7	-1.0	-1.0	0.5	2.46	2.44	2.47	1.38	1.39	1.43
2	57.4	57.7	57.3	0.5	1.0	1.5	2.39	2.39	2.34	1.33	1.39	1.32
3	53.3	53.6	50.1	0.5	1.5	1.0	2.33	2.26	2.06	1.69	1.72	1.68
4	50.0	49.8	50.1	1.0	1.5	2.0	1.82	1.99	1.98	1.52	1.52	1.64
5	45.0	45.5	46.0	1.5	2.0	1.0	1.58	1.89	1.97	1.77	1.63	1.73

จากตารางที่ 3 เมื่อระยะเวลาการบดยางแห้งเพิ่มขึ้น สมบัติความหนืดมูนิและน้ำหนักโมเลกุลยางมีแนวโน้มลดลง เนื่องจากยางธรรมชาติเป็นพอลิเมอร์ที่มีสายโซ่โมเลกุลยาว ทำให้มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ส่งผลให้มีสมบัติความหนืดมูนิสูง ดังนั้นการบดยางด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง ซึ่งเป็นวิธีทางกล ทำให้สายโซ่โมเลกุลยางแตกหักและขาดออกจากกัน ส่งผลให้ยางมีสายโซ่โมเลกุลสั้นลง น้ำหนักโมเลกุลและความหนืดมูนิจึงมีค่าลดลง

การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์อาจแสดงค่าเป็นน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยแบบน้ำหนัก (Weight average molecular weight, M_w) หรือ น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยแบบจำนวน (Number average molecular weight, M_n) การหารค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยแบบน้ำหนักด้วยน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยแบบจำนวนแสดงถึงค่าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล (Polydispersity index, PDI) ถ้าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 1 หมายความว่า พอลิเมอร์มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากันทุกโมเลกุล ดังนั้น ค่าการกระจายตัวของน้ำหนัก

โมเลกุลของยางธรรมชาติที่แปรระยะเวลาการบดยาง ตามตารางที่ 3 พบว่า เมื่อระยะเวลาบดยางเพิ่มขึ้น ค่าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลยางธรรมชาติเพิ่มขึ้น เนื่องจากเวลาการบดยางที่เพิ่มขึ้น นอกจากจะทำให้สายโซ่โมเลกุลสั้นลงแล้ว ยังทำให้เกิดลักษณะของการแตกหักของสายโซ่โมเลกุลที่มีความยาวและสั้นไม่เท่ากัน

การทดสอบความแข็งที่ภาวะเร่งของยางเป็นการทดสอบที่แสดงถึงการเกิดความแข็งของยางที่เพิ่มขึ้นในระหว่างการเก็บ ถ้าผลการทดสอบความแข็งที่ภาวะเร่งของยางมีค่าไม่เกิน 8 หน่วย แสดงว่า ยางมีสมบัติความหนืดคงที่ จากผลการทดสอบในตารางที่ 3 พบว่า เมื่อระยะเวลาบดยางเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งที่ภาวะเร่งมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม ยางที่ทุกระยะเวลาการบดยาง มีค่าความแข็งที่ภาวะเร่งไม่เกิน 8 หน่วย แสดงว่า ยางที่เตรียมได้ยังมีสมบัติเป็นยางธรรมชาติความหนืดคงที่

เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่ จากการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล น้ำหนัก 2,000 กรัม เพื่อใช้เตรียมศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกัน แต่พบว่าระหว่างกระบวนการบดยางที่เวลา 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที ยางบางส่วนจะรวมอยู่ด้านบนของลูกกลิ้ง ส่งผลให้ไม่สามารถเตรียมตัวอย่างปริมาณมากสำหรับนำไปทดสอบได้ จึงปรับวิธีการบดยางจากแปรระยะเวลาการบดยาง เป็นการแปรจำนวนครั้งของการบดยางที่ 0, 5, 10, 15, 25, 30, 35, 40, 45 และ 50 ครั้ง และทดสอบสมบัติของตัวอย่างยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ที่แปรจำนวนครั้งของการบดยาง ได้แก่ ความหนืดมูนิ ความแข็งที่ภาวะเร่ง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ได้ผลการทดสอบตามตารางที่ 4

ตารางที่ 4 สมบัติความหนืดมูนิ ความแข็งที่ภาวะเร่ง น้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ของยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ที่แปรจำนวนครั้งของการบดยางที่ 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 และ 50 ครั้ง

ระยะเวลา บดยาง (นาที)	สมบัติความหนืดมูนิ (หน่วย)			ความแข็งที่ภาวะเร่ง (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	62.2	62.4	62.5	1.0	1.5	1.5	2.78	2.85	2.71	1.41	1.27	1.15
5	61.4	61.7	61.6	0.5	0.5	1.0	2.74	2.69	2.73	1.37	1.46	1.42
10	59.9	60.0	59.9	1.0	2.0	1.0	2.70	2.61	2.58	1.48	1.45	1.41
15	58.1	58.5	58.3	1.5	1.0	0.5	2.53	2.47	2.36	1.62	1.57	1.69
20	56.4	56.8	56.8	1.0	1.5	0.5	2.37	2.29	2.26	1.59	1.64	1.61
25	54.3	54.6	54.2	1.5	2.0	1.0	2.09	1.96	1.99	1.73	1.82	1.65
30	52.0	52.7	52.5	1.0	0.5	1.0	2.10	2.06	2.03	1.84	1.79	1.81
35	50.2	50.5	50.3	0.5	0.5	0.5	1.78	1.69	1.83	1.87	1.80	1.77
40	48.5	48.8	49.0	1.5	2.0	0.5	1.67	1.72	1.74	2.01	1.98	1.85
45	47.3	47.7	47.9	1.0	1.5	2.0	1.51	1.59	1.65	2.23	2.39	2.07
50	44.4	44.9	45.9	2.0	0.5	1.0	1.52	1.61	1.56	2.19	2.43	2.27

จากตารางที่ 4 พบว่า เมื่อเพิ่มจำนวนครั้งของการบดยาง ความหนืดมูนิของยางมีค่าลดลง เช่นเดียวกับการเพิ่มระยะเวลาการบดยาง แต่การเพิ่มจำนวนครั้งของการบดยางสามารถบดยางได้ในปริมาณ

มากกว่าการเพิ่มระยะเวลาการบดยาง อีกทั้งตัวอย่างที่ได้จากวิธีแปรจำนวนครั้งการบดยางมีความหนาสม่าเสมอมากกว่าวิธีแปรเวลาการบดยาง ดังนั้นวิธีแปรจำนวนครั้งการบดยางจึงเป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับเตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิง โดยยางที่ได้มีค่าความหนืดมูนีและน้ำหนักโมเลกุลเริ่มต้น ประมาณ 62 หน่วย และ 2.8×10^6 กรัมต่อโมล ตามลำดับ ผ่านการบดจำนวน 50 ครั้ง ทำให้โมเลกุลยางเกิดการแตกหัก และได้ยางที่มีค่าความหนืดมูนีและน้ำหนักโมเลกุลลดลง ซึ่งมีค่าประมาณ 45 หน่วย และ 1.5×10^6 กรัมต่อโมล ตามลำดับ โดยมีค่าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลยาง ประมาณ 2.4 บ่งถึงลักษณะของการแตกหักของสายโซ่โมเลกุลยางที่มีความยาวและสั้นไม่เท่ากัน สำหรับค่าความแข็งที่ภาวะแรงของยางที่ผ่านการบด 50 ครั้ง พบว่า มีค่าในช่วง 0.5 – 2.0 หน่วย ซึ่งต่ำกว่า 8 หน่วย แสดงว่ายางที่ได้มีความหนืดคงที่ ดังนั้น วิธีผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ซึ่งมีค่าความหนืดมูนี 45 ± 3 หน่วย คือ การบดยางที่มีค่าความหนืดมูนี ประมาณ 62 หน่วย จำนวน 50 ครั้ง

เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่ซึ่งมีค่าความหนืดมูนี 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย โดยเก็บน้ำยางสดจากแปลงที่ 4 มาผ่านกระบวนการผลิตเช่นเดียวกับการเตรียมยางธรรมชาติความหนืดคงที่ความหนืดมูนี 45 ± 3 หน่วย ได้ยางธรรมชาติที่มีความหนืดมูนีเริ่มต้น 82.85 หน่วย จากนั้นบดยางธรรมชาติโดยแปรจำนวนครั้งของการบดยางที่ 0, 10, 20, 30, 40 และ 50 ครั้ง ยางที่บดได้มีค่าความหนืดมูนีความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลตามตารางที่ 5

ตารางที่ 5 สมบัติความหนืดมูนี ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ที่แปรจำนวนครั้งของการบดยางที่ 0, 10, 20, 30, 40 และ 50 ครั้ง

ระยะเวลา บดยาง (นาท)	สมบัติความหนืดมูนี (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	80.9	81.0	80.9	-1.0	0.5	1.5	2.85	2.84	2.89	1.19	1.18	1.23
10	78.4	78.1	78.3	0.5	1.5	1.5	2.84	2.79	2.80	1.34	1.30	1.25
20	75.3	75.4	74.8	1.5	1.0	1.0	2.77	2.63	2.71	1.35	1.34	1.39
30	72.7	72.0	72.4	1.5	2.0	1.0	2.56	2.59	2.61	1.40	1.59	1.42
40	68.5	68.2	68.3	1.5	1.0	2.0	2.40	2.39	2.40	1.66	1.67	1.59
50	65.3	64.5	65.4	0.5	2.0	1.5	2.25	2.28	2.20	1.72	1.81	1.79

จากตารางที่ 5 พบว่า ยางธรรมชาติความหนืดคงที่ มีค่าความหนืดเริ่มต้นประมาณ 80 หน่วย โดยยางที่เตรียมได้มีแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงสมบัติต่างๆ เช่นเดียวกับยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย กล่าวคือ มีค่าความหนืดมูนี และน้ำหนักโมเลกุลลดลงตามจำนวนครั้งการบด ในขณะที่การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้นตามจำนวนครั้งของการบด และความแข็งที่ภาวะแรงต่ำกว่า 8 หน่วย ซึ่งยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ที่ระดับ 75 ± 3 และ 65 ± 3 หน่วย เตรียมได้โดยการนำยางที่มีค่าความหนืดมูนีประมาณ 80 หน่วย มาบดจำนวน 20 และ 50 ครั้ง ตามลำดับ

2.2 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติจากการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี

เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่จากการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี โดยใช้น้ำยางสดแปลงที่ 1 ซึ่งรักษาสภาพด้วยแอมโมเนียปริมาณร้อยละ 0, 0.1, 0.2 และ 0.3 โดยน้ำหนัก มาเติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ สารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต และสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต แล้วกวนน้ำยาง พบว่า เมื่อนำน้ำยางสดที่ไม่เติมสารรักษาสภาพแอมโมเนียมาเติมสารและกวนเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง น้ำยางมีลักษณะจับตัวเป็นก้อนเล็กๆ ซึ่งเกิดจากการเสื่อมสภาพของน้ำยาง แต่เมื่อเติมสารรักษาสภาพแอมโมเนียในปริมาณไม่น้อยกว่าร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก น้ำยางสามารถคงลักษณะสารคอลลอยด์ได้ โดยไม่มีการจับตัว จากนั้นนำน้ำยางที่มีปริมาณสารรักษาสภาพแอมโมเนียทั้ง 4 ระดับ ที่ผ่านกระบวนการลดน้ำหนักโมเลกุลทางเคมีมาจับตัวด้วยกรด ระยะเวลาการจับตัวของน้ำยางที่รักษาสภาพด้วยแอมโมเนียปริมาณร้อยละ 0, 0.1 และ 0.2 โดยน้ำหนัก คือ 3, 12 และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ แต่น้ำยางที่มีปริมาณแอมโมเนีย ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ไม่สามารถจับตัวได้ ดังนั้นปริมาณแอมโมเนียที่เหมาะสมสำหรับใช้รักษาสภาพน้ำยางสดสำหรับนำมาใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นสำหรับการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่จากการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี คือ ไม่เกิน ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก

เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่จากการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี โดยเติมสารรักษาสภาพแอมโมเนียปริมาณร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก ลงในน้ำยางสดจากนั้นเติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 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 เติมสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำน้ำยางไปจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิคและอบให้แห้ง พบว่า น้ำยางสดที่แปรระยะเวลาการกวน (ระยะเวลาการกวนภายหลังจากการเติมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ปริมาณ 10.0 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน) ที่เวลาต่างๆ ให้ผลการทดลอง ดังนี้

1) ระยะเวลาการกวน 0 และ 30 นาที น้ำยางสดผสมสารเคมีมีสภาพเป็นของเหลว เมื่อนำน้ำยางสดที่ได้ไปจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิค พบว่า น้ำยางสดบางส่วนไม่จับตัวเป็นเนื้อยาง เนื่องจากการเติมสารรักษาสภาพแอมโมเนียและสารเคมีส่งผลให้น้ำยางเกิดการจับตัวเป็นเนื้อยางไม่สมบูรณ์

2) ระยะเวลาการกวน 60, 120 และ 240 นาที น้ำยางสดบางส่วนจับตัวเป็นเนื้อยางในขณะกวนน้ำยาง จึงไม่สามารถนำมาจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิคได้

จากผลการแปรระยะเวลาการกวนน้ำยางสดหลังเติมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นเวลา 0, 30, 60, 120 และ 240 นาที แสดงให้เห็นว่า การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติความหนืดคงที่จากการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี ไม่สามารถเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ได้

ดังนั้น จึงได้เลือกวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกลสำหรับการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ซึ่งมีค่าความหนืดมูนนี้ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย คือ นำน้ำยางสดมาเติม

สารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน และเติมกรดฟอร์มิก ความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน เพื่อเตรียมเป็นยางแห้ง แล้วนำยางแห้งที่ผลิตได้ไปบดด้วยเครื่อง บดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และควบคุมอุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส โดยใช้จำนวนครั้งของการบดยาง ดังนี้

- 1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย คือ บดยางที่มีค่า ความหนืดมูนี ประมาณ 62 หน่วย จำนวน 50 ครั้ง
- 2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี ที่ระดับ 65 ± 3 หน่วย คือ บดยางที่มีค่า ความหนืดมูนี ประมาณ 80 หน่วย จำนวน 50 ครั้ง
- 3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี ที่ระดับ 75 ± 3 หน่วย คือ บดยางที่มีค่า ความหนืดมูนี ประมาณ 80 หน่วย จำนวน 20 ครั้ง

3. ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน เตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ระดับละ 3 ชุด จากนั้นสุ่มตัวอย่างยางแห้ง จำนวน 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ ส่งให้ ห้องปฏิบัติการที่ได้รับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ทดสอบสมบัติความหนืดมูนี นำผลการทดสอบที่ได้มา ประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ด้วยการคำนวณค่าเฉลี่ย (Mean) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) แล้ววิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 การ ประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี ทั้ง 3 ระดับ มีเกณฑ์การพิจารณา 2 เกณฑ์ ได้แก่

- 1) ค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ไม่เกิน 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย
- 2) วิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) แล้ว ได้ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

ได้ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืด มูนี ทั้ง 3 ระดับ จากการพิจารณา 2 เกณฑ์ ดังนี้

3.1 การประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน โดยการพิจารณาค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

นำผลการทดสอบความหนืดมูนีของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย มาคำนวณหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน ได้ผลแสดงใน ตารางที่ 6, 7 และ 8 ตามลำดับ

ตารางที่ 6 ผลการทดสอบความหนืดมูนีของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนี ที่ระดับ

45 ± 3 หน่วย

ตัวอย่างที่	ความหนืดมูนิ (หน่วย)					
	ยางชุดที่ 1		ยางชุดที่ 2		ยางชุดที่ 3	
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2
1	45.3	45.6	45.8	46.1	45.4	45.9
2	45.7	45.2	45.6	45.2	45.8	45.3
3	45.2	45.8	46.0	45.3	46.1	46.4
4	44.9	45.3	45.3	44.6	45.3	45.6
5	45.1	45.7	44.7	45.3	44.6	45.0
6	44.6	45.0	44.9	45.7	44.3	45.3
7	45.5	45.9	45.1	45.4	45.4	45.5
8	45.7	45.3	45.3	44.6	45.9	45.2
9	44.8	45.1	45.7	45.2	44.3	45.1
10	45.3	45.2	45.4	44.9	45.0	45.8
Mean	45.3		45.3		45.4	
SD	0.3493		0.4310		0.5557	

ตารางที่ 7 ผลการทดสอบความหนืดมูนิของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนิ ที่ระดับ
65 ± 3 หน่วย

ตัวอย่างที่	ความหนืดมูนิ (หน่วย)
-------------	----------------------

	ยางชุดที่ 1		ยางชุดที่ 2		ยางชุดที่ 3	
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2
1	65.4	65.1	65.2	65.6	65.7	65.2
2	65.3	65.9	65.4	65.1	65.4	65.7
3	66.0	65.7	65.6	65.9	65.5	65.1
4	64.7	65.1	65.5	65.1	65.1	65.5
5	65.1	65.5	65.3	64.8	65.8	65.4
6	65.4	65.5	65.7	65.0	65.4	65.6
7	64.9	65.3	65.4	65.3	65.3	65.6
8	65.3	65.7	65.2	65.8	65.9	65.6
9	65.8	65.2	64.8	65.4	65.1	65.5
10	64.8	65.0	65.9	65.3	64.8	65.3
Mean	65.3		65.4		65.4	
SD	0.3617		0.3233		0.2731	

ตารางที่ 8 ผลการทดสอบความเหนียวนี้ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความเหนียวนี้ ที่ระดับ 75 ± 3 หน่วย

ตัวอย่างที่	ความเหนียวนี้ (หน่วย)					
	ยางชุดที่ 1		ยางชุดที่ 2		ยางชุดที่ 3	
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2
1	75.9	75.3	74.6	75.1	74.9	75.4
2	75.1	75.4	75.1	75.4	75.4	75.5
3	75.5	75.4	75.8	75.5	75.6	75.1
4	75.2	75.8	75.3	75.8	75.9	75.3
5	75.8	75.7	75.1	74.9	74.4	74.5
6	75.5	75.6	74.6	75.1	75.4	75.6
7	74.8	75.4	76.0	75.4	75.6	75.3
8	75.3	74.9	75.6	75.2	75.7	75.0
9	75.4	75.9	75.3	75.7	75.1	74.9
10	76.0	75.6	74.8	75.3	75.4	75.6
Mean	75.5		75.3		75.3	
SD	0.3259		0.3874		0.3901	

จากตารางที่ 6, 7 และ 8 ผลการทดสอบตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ได้ค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ดังนี้

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 มีค่าผลการทดสอบ 45.3 ± 0.3493 , 45.3 ± 0.4310 และ 45.4 ± 0.5557 หน่วย

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 65 ± 3 มีค่าผลการทดสอบ 65.3 ± 0.3617 , 65.4 ± 0.3233 และ 65.4 ± 0.2731 หน่วย

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 75 ± 3 มีค่าผลการทดสอบ 75.5 ± 0.3259 , 75.3 ± 0.3874 และ 75.3 ± 0.3901 หน่วย

เมื่อพิจารณาค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนี้ของทั้ง 3 ระดับ พบว่า ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนี้ดังกล่าว มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ผ่านตามเกณฑ์การประเมิน คือ มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ไม่เกิน ± 3

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

นำผลการทดสอบความหนืดมูนี้ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย มาวิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) แบบ Single Factor ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 แสดงผลการวิเคราะห์ตามตารางที่ 9

ตารางที่ 9 ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ด้วยการวิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

ผลการประเมิน	ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ (หน่วย)								
	45 ± 3			65 ± 3			75 ± 3		
	ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3	ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3	ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3
MS of Between Groups	0.1576	0.2083	0.4509	0.1878	0.0912	0.0769	0.1258	0.2113	0.2336
MS of within Groups	0.0900	0.1655	0.1810	0.0795	0.1165	0.0725	0.0885	0.0950	0.0790
P-value	0.1977	0.3607	0.0857	0.0983	0.6386	0.4599	0.2948	0.1145	0.0532
F_{cal}	1.7506	1.2585	2.4911	2.3627	0.7825	1.0613	1.4218	2.2246	2.9564
F_{crit}	3.0204								

จากตารางที่ 9 พิจารณาค่า P-value และ F_{cal} ของตัวอย่างตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ทั้ง 3 ระดับ มีค่า P-value มากกว่า 0.05 และค่า F_{cal} น้อยกว่า F_{crit} (F_{crit} ที่ระดับความ

เชื่อมั่น ร้อยละ 95 เท่ากับ 3.0204) ซึ่งผ่านตามเกณฑ์การประเมิน คือ ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ผลที่ได้นี้แปลว่าที่ระดับความเชื่อมั่นที่ร้อยละ 95 ค่าเฉลี่ยของข้อมูลไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญจากการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย พบว่า ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ทั้ง 3 ระดับ มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ไม่เกิน 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity)

4. การให้ค่าระดับ (Assigned Value) ของความหนืดมูนนี้ในยางสำหรับตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

ได้ค่าระดับ (Assigned Value) ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย 65 ± 3 หน่วย และที่ระดับ 75 ± 3 หน่วย โดยนำค่าความหนืดมูนนี้ของตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) มาคำนวณค่าเฉลี่ย $\pm 2SD$ ได้ผลการหาค่าระดับ (Assigned Value) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย 65 ± 3 หน่วย และที่ระดับ 75 ± 3 หน่วย ตามตารางที่ 10

ตารางที่ 10 ค่าระดับ (Assigned Value) ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย 65 ± 3 หน่วย และที่ระดับ 75 ± 3 หน่วย

วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบ ความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ (หน่วย)	ค่าระดับความหนืดมูนนี้ (หน่วย)		
	ยางชุดที่ 1	ยางชุดที่ 2	ยางชุดที่ 3
45 ± 3	45.3 ± 0.6986	45.3 ± 0.8620	45.4 ± 1.1114
65 ± 3	65.3 ± 0.7234	65.4 ± 0.6466	65.4 ± 0.5462
75 ± 3	75.5 ± 0.6518	75.3 ± 0.7748	75.3 ± 0.7802

5. ศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

5.1 ผลการทดสอบสมบัติความหนืดมูนนี้ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้

เตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ จำนวน 3 ระดับ ได้แก่ ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ระดับละ 3 ซ้ำ จากนั้นส่งตัวอย่างไปทดสอบยังห้องปฏิบัติการที่ได้รับการรับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ทุก 15 วัน โดยมีอุณหภูมิการเก็บตัวอย่าง อยู่ในช่วง 25.1 – 26.3 องศาเซลเซียส และความชื้นสัมพัทธ์ ร้อยละ 55 - 59 ได้ผลการทดสอบความหนืดมูนนี้ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ทั้ง 3 ระดับ ตามตารางที่ 11

ตารางที่ 11 ผลการทดสอบความหนืดมูนี้ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 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)	ความหนืดมูนี้ (หน่วย) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ (หน่วย)											
	45 ± 3				65 ± 3				75 ± 3			
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	เฉลี่ย	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	เฉลี่ย	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	เฉลี่ย
0	44.5	44.3	44.1	44.3	65.0	65.1	64.8	65.0	75.4	75.7	74.9	75.3
15	44.4	44.3	44.6	44.4	65.4	66.1	65.4	65.6	75.9	75.2	75.1	75.4
30	44.5	44.4	44.3	44.4	65.7	65.6	66.1	65.8	75.1	75.1	75.9	75.4
45	44.1	44.5	44.1	44.2	64.0	65.8	64.7	64.8	75.2	75.0	75.3	75.2
60	44.1	44.0	44.5	44.2	64.2	64.0	65.2	64.5	75.3	75.0	75.9	75.4
75	44.5	44.1	44.7	44.4	64.7	65.1	64.9	64.9	75.7	74.8	75.2	75.2
90	44.7	44.8	44.1	44.5	65.2	65.3	65.1	65.2	74.6	75.3	75.8	75.2
105	45.3	45.1	45.4	45.3	65.8	65.3	64.7	65.3	75.1	74.4	75.3	74.9
120	46.7	46.1	45.9	46.2	65.2	66.1	64.3	65.2	76.1	76.9	75.8	76.3
135	44.4	45.6	44.1	44.7	65.3	66.1	66.5	66.0	75.6	74.8	75.2	75.2
150	45.5	44.8	44.2	44.8	64.2	65.7	64.7	64.9	75.6	75.7	75.1	75.5
165	45.0	44.9	45.3	45.1	65.2	65.1	64.9	65.1	75.2	75.4	75.7	75.4
180	45.6	46.1	44.7	45.5	65.7	65.9	64.5	65.4	75.8	75.3	75.1	75.4
195	46.7	46.1	45.8	46.2	67.0	67.9	67.6	67.5	76.5	76.8	75.4	76.2
210	46.1	46.4	46.1	46.2	66.4	66.9	67.6	67.0	76.1	76.6	77.1	76.6
225	46.2	47.2	46.6	46.7	67.2	67.7	67.5	67.5	75.9	76.3	77.2	76.5
240	46.5	46.4	45.7	46.2	67.5	68.2	68.1	67.9	77.2	77.5	77.8	77.5
255	46.4	46.8	45.9	46.4	68.1	68.9	67.5	68.2	75.9	77.8	79.1	77.6
270	46.9	47.4	46.2	46.8	68.2	69.1	67.9	68.4	79.8	76.5	77.3	77.9

5.2 การประเมินการถดถอย (Regression Analysis) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้

ศึกษาความเสถียรจากการประเมินการถดถอยของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ทุก 90 วัน โดยการประเมินการถดถอย (Regression Analysis) โดยสร้างกราฟระหว่างค่าความหนืดมูนนี้กับระยะเวลาการเก็บตามสมการที่ (1)

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

เมื่อ X = ระยะเวลาการเก็บตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

Y = ค่าความหนืดมูนนี้ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

b_0 = จุดตัดแกน Y

b_1 = ความชันของเส้นถดถอย (Slope)

คำนวณค่าความชันของเส้นถดถอย (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 เพื่อประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน ซึ่งตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ จะมีความเสถียรเมื่อ

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)

ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ทั้ง 3 ระดับ ดังนี้

5.2.1 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระยะเวลาการเก็บ 90 วัน

นำข้อมูลผลการทดสอบความหนืดมูนนี้ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย จากตารางที่ 11 มาประเมินการถดถอย แสดงผลการประเมินความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75 และ 90 วัน แสดงตามตารางที่ 12

ตารางที่ 12 การศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75 และ 90 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ (หน่วย)		
	45 ± 3	65 ± 3	75 ± 3
Slope (b_1)	0.0012	-0.0050	-0.0014
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0016	0.0061	0.0011
$ b_1 /S(b_1)$	0.7532	0.8255	1.2805
P-value	0.4853	0.4467	0.2566
$t_{0.025, n-2}$	12.71	12.71	12.71

จากตารางที่ 12 ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ของแต่ละระดับ ดังนี้

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ระดับ 45 ± 3 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0012 และ 0.0016 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 0.7532 และค่า P-value เท่ากับ 0.4853

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ระดับ 65 ± 3 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ -0.0050 และ 0.0061 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 0.8255 และค่า P-value เท่ากับ 0.4467

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ระดับ 75 ± 3 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ -0.0014 และ 0.0011 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 1.2805 และค่า P-value เท่ากับ 0.2566

จากผลการประเมิน พบว่าวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 45 ± 3, 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และค่า P-value มากกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ทั้ง 3 ระดับ ที่ระยะเวลาการเก็บ 90 วัน มีความเสถียร

5.2.2 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระยะเวลาการเก็บ 180 วัน

นำข้อมูลผลการทดสอบความหนืดมูนนี้ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3, 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย จากตารางที่ 13 มาประเมินการถดถอย แสดงผลการประเมินความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150, 165 และ 180 วัน แสดงตามตารางที่ 13

ตารางที่ 13 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150, 165 และ 180 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับ การทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ (หน่วย)		
	45 ± 3	65 ± 3	75 ± 3
Slope (b_1)	0.0067	0.0004	0.0009
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0023	0.0022	0.0016
$ b_1 /S(b_1)$	2.8863	0.1807	0.5900
P-value	0.0148	0.8599	0.5671
t_{crit}	12.71	12.71	12.71

จากตารางที่ 13 ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ของแต่ละระดับ ดังนี้

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ระดับ 45 ± 3 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0067 และ 0.0023 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.8863 และค่า P-value เท่ากับ 0.0148

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 65 ± 3 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0004 และ 0.0022 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 0.1807 และค่า P-value เท่ากับ 0.8599

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 75 ± 3 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0009 และ 0.0016 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 0.5900 และค่า P-value เท่ากับ 0.5671

จากผลการประเมิน พบว่าวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) แต่มีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 180 วัน ไม่มีความเสถียร ในขณะที่วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และค่า P-value มากกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ทั้ง 2 ระดับ ที่ระยะเวลาการเก็บ 180 วัน มีความเสถียร

วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย ไม่มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บที่ 180 วัน จึงนำผลการทดสอบสมบัติความหนืดมูนนี้ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

สำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย 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, 150 วัน) มาประเมินความเสถียร (Stability) โดยการประเมินการถดถอย แสดงตามตารางที่ 14

ตารางที่ 14 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 – 165 วัน และ 0 – 150 วัน โดยการประเมินการถดถอย ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95

การประเมินการถดถอย (Regression Analysis)	ระยะเวลาการเก็บตัวอย่าง (วัน)	
	0 – 165	0 – 150
Slope (b_1)	0.0064	0.0071
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0027	0.0032
$ b_1 /S(b_1)$	2.3453	2.1726
P-value	0.0401	0.0579
t_{crit}	12.71	12.71

จากตารางที่ 14 ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 165 และ 150 วัน ดังนี้

1) ระยะเวลาการเก็บ 165 วัน มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0064 และ 0.0027 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.3453 และค่า P-value เท่ากับ 0.0401

2) ระยะเวลาการเก็บ 150 วัน มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0071 และ 0.0032 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.1726 และค่า P-value เท่ากับ 0.0579

จากผลการประเมิน พบว่า ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 165 วัน มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย ไม่มีความเสถียร แต่ที่ระยะเวลาการเก็บ 150 วัน มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value มากกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย มีความเสถียร ที่ระยะเวลาการเก็บ 150 วัน

5.2.3 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระยะเวลาการเก็บ 270 วัน

นำข้อมูลผลการทดสอบความหนืดมูนี้ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย จากตารางที่ 11 มามาประเมินการถดถอย เพื่อหาระยะเวลาการเก็บของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ของทั้ง 2 ระดับ รวมทั้งนำข้อมูลผลการทดสอบความหนืดมูนี้ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ $45 \pm$ หน่วย จากตารางที่ 11 มาประเมินการถดถอยเพื่อเป็นการศึกษาความเสถียรอย่างต่อเนื่อง แสดงผลการประเมินความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, 120, 135, 150, 165, 180, 195, 210, 225, 240, 255 และ 270 วัน แสดงตามตารางที่ 15

ตารางที่ 15 การศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 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 การทดสอบความหนืดมูนี้ ที่ระดับ (หน่วย)		
	45 ± 3	65 ± 3	75 ± 3
Slope (b_1)	0.0098	0.0122	0.0086
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0012	0.0022	0.0016
$ b_1 /S(b_1)$	7.9126	5.4735	5.4755
P-value	4.24×10^{-7}	4.12×10^{-5}	4.10×10^{-5}
t_{crit}	12.71	12.71	12.71

จากตารางที่ 15 ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ของแต่ละระดับ ดังนี้

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ระดับ 45 ± 3 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0098 และ 0.0012 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 7.9126 และค่า P-value เท่ากับ 4.24×10^{-7}

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนี้ ระดับ 65 ± 3 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0122 และ 0.0022 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 5.4735 และค่า P-value เท่ากับ 4.12×10^{-5}

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ระดับ 75 ± 3 หน่วย มีค่า Slope (b_1) และ SD of Slope ($S(b_1)$) เท่ากับ 0.0086 และ 0.0016 ตามลำดับ จะได้ค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 5.4755 และค่า P-value เท่ากับ 4.10×10^{-5}

จากผลการประเมินที่ได้ พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ทั้ง 3 ระดับ ไม่มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ 270 วัน

วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ไม่มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บที่ 270 วัน จึงนำผลการทดสอบสมบัติความหนืดมูนนี้ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ทั้ง 3 ระดับ ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 - 195, 0 - 210, 0 - 225, 0 - 240 และ 0 - 255 วัน มาประเมินความเสถียรโดยการประเมินการถดถอย ได้ผลการศึกษาความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ 0 - 195, 0 - 210, 0 - 225, 0 - 240 และ 0 - 255 วัน ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ตามตารางที่ 16, 17 และ 18 ตามลำดับ

ตารางที่ 16 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 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)	0.0080	0.0087	0.0097	0.0096	0.0095
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0021	0.0019	0.0017	0.0015	0.0014
$ b_1 /S(b_1)$	3.7733	4.6253	5.5655	6.2089	6.9314
P-value	0.0026	0.0005	6.96×10^{-5}	1.67×10^{-5}	3.38×10^{-6}
t_{crit}	12.71	12.71	12.71	12.71	12.71

ตารางที่ 17 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 65 ± 3 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)	0.0047	0.0065	0.0083	0.0100	0.0112
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0031	0.0029	0.0027	0.0026	0.0024
$ b_1 /S(b_1)$	1.5157	2.2565	3.0452	3.8502	4.6550
P-value	0.1555	0.0419	0.0087	0.0016	0.0003
t_{crit}	12.71	12.71	12.71	12.71	12.71

ตารางที่ 18 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 75 ± 3 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)	0.0024	0.0039	0.0046	0.0064	0.0076
SD of Slope ($S(b_1)$)	0.0016	0.0016	0.0015	0.0016	0.0016
$ b_1 /S(b_1)$	1.5087	2.3992	3.1217	3.8558	4.6595
P-value	0.1573	0.0321	0.0075	0.0016	0.0003
t_{crit}	12.71	12.71	12.71	12.71	12.71

จากตารางที่ 16 ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 - 195, 0 - 210, 0 - 225, 0 - 240 และ 0 - 255 วัน พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ทั้ง 3 ระดับ มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย ไม่มีความเสถียร ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 - 195, 0 - 210, 0 - 225, 0 - 240 และ 0 - 255 วัน

จากตารางที่ 17 และ 18 ได้ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 - 195 วัน พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ทั้ง 2 ระดับ มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value มากกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ทั้ง 2 ระดับ มีความเสถียร ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 - 195 วัน แต่ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 - 210, 0 - 225, 0 - 240 และ 0 - 255 วัน วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย มีค่า $|b_1|/S(b_1)$

น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่าตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ทั้ง 2 ระดับ ไม่มีความเสถียร ที่ระยะเวลาการเก็บ 0 - 210, 0 - 225, 0 - 240 และ 0 - 255 วัน

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย สำหรับควบคุมคุณภาพผลการทดสอบในห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ ประกอบด้วย 3 ขั้นตอน ได้แก่

1. ศึกษาสภาวะการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ทำได้โดยการนำน้ำยางสดมาเติมเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทริลซัลเฟต และเติมกรดฟอร์มิก เพื่อเตรียมเป็นยางแห้ง แล้วนำยางแห้งที่ผลิตได้ไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และคุมอุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส โดยวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ระดับ 45 ± 3 หน่วย เตรียมโดยบดยางที่มีค่าความหนืดมูนนี้ ประมาณ 62 หน่วย จำนวน 50 ครั้ง วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย เตรียมโดยบดยางที่มีค่าความหนืดมูนนี้ ประมาณ 80 หน่วย จำนวน 50 ครั้ง และ 20 ครั้ง ตามลำดับ

2. ศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนนี้โดยมีเกณฑ์การประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน 2 เกณฑ์ ดังนี้

2.1 ผลการทดสอบความหนืดมูนนี้ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนนี้แต่ละระดับ ต้องมีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน อยู่ในช่วง 75 ± 3 หน่วย 65 ± 3 หน่วย และ 45 ± 3 หน่วย ได้ผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ดังกล่าว ทั้ง 3 ระดับ ได้แก่

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย จำนวน 3 ชุด ตัวอย่าง ค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ของความหนืดมูนนี้ เท่ากับ 45.3 ± 0.3493 , 45.3 ± 0.4310 และ 45.4 ± 0.5557 หน่วย

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 65 ± 3 หน่วย จำนวน 3 ชุด ตัวอย่าง ค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ของความหนืดมูนนี้ เท่ากับ 65.3 ± 0.3617 , 65.4 ± 0.3233 และ 65.4 ± 0.2731 หน่วย

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 75 ± 3 หน่วย จำนวน 3 ชุด ตัวอย่าง มีค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ของความหนืดมูนนี้ เท่ากับ 75.5 ± 0.3259 , 75.3 ± 0.3874 และ 75.3 ± 0.3901 หน่วย

2.2 ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันจากการวิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนนี้แต่ละระดับ ต้องมีค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 (3.0204) ได้ผลการทดสอบผ่านเกณฑ์ดังกล่าว ทั้ง 3 ระดับ ได้แก่

1) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย จำนวน 3 ชุด ตัวอย่าง มีค่า P-value 0.1977, 0.3607 และ 0.0857 โดยมีค่า $F_{cal.}$ เท่ากับ 1.7506, 1.2585 และ 0.0857 ตามลำดับ

2) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 65 ± 3 หน่วย จำนวน 3 ชุด ตัวอย่าง มีค่า P-value 0.0983, 0.6386 และ 0.4599 โดยมีค่า $F_{cal.}$ เท่ากับ 2.3627, 0.7825 และ 1.0613 ตามลำดับ

3) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 75 ± 3 หน่วย มีค่า P-value 0.2948, 0.1145 และ 0.0532 โดยมีค่า $F_{cal.}$ เท่ากับ 1.4218, 2.2246 และ 2.9564 ตามลำดับ

3. ศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ดำเนินการโดยทดสอบตัวอย่าง ระดับละ 3 ซ้ำ ทุก 15 วัน โดยมีระยะเวลาการเก็บตัวอย่าง 270 วัน วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้มีความเสถียรเมื่อผลการประเมินการถดถอย (Regression Analysis) มีค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value มากกว่า 0.05 ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 ซึ่งวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ทั้ง 3 ระดับ มีความเสถียรที่ระยะเวลาการเก็บ ดังนี้

1) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย มีความเสถียรถึงระยะเวลาการเก็บที่ 150 วัน โดยมีค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 2.1726 และค่า P-value เท่ากับ 0.0579

2) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 65 ± 3 หน่วย มีความเสถียรถึงระยะเวลาการเก็บที่ 195 วัน โดยมีค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 1.5157 และค่า P-value เท่ากับ 0.1555

3) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี้ที่ระดับ 75 ± 3 หน่วย มีความเสถียรถึงระยะเวลาการเก็บที่ 195 วัน โดยมีค่า $|b_1|/S(b_1)$ เท่ากับ 1.5087 และค่า P-value เท่ากับ 0.1573

กรมวิชาการเกษตร

การทดลองที่ 2

การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

Internal Reference Material Production for Initial Plasticity Test

กิตติคุณ บุญวานิช พ็ชรา อินทะแสง วิภาวี พัฒนกุล ภัทริยา เอื้อสว่างพร และ จริญญา ยะฝา

Kiitikon Boonvanich Patchara Inthasang Wipawee Pattanakul

Pattareeya Uasawangporn and Jarun Yafa

คำสำคัญ (keywords) : วัสดุอ้างอิงภายใน (Internal reference material) ความอ่อนตัวเริ่มแรก
ของยางธรรมชาติ (Initial plasticity of natural rubber) ดัชนีความอ่อน
ตัว (Plasticity retention index)

บทคัดย่อ

วัสดุยางมาตรฐานที่ใช้ในการควบคุมคุณภาพผลการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกในยางแท่งเอสทีอาร์ให้ความเชื่อมั่น จำเป็นต้องนำเข้าจากต่างประเทศ และมีราคาแพง ในงานวิจัยนี้จึงตระหนักถึงความจำเป็นในการพัฒนาวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก เพื่อใช้ทดแทนวัสดุเดิม โดยศึกษาวิธีผลิตวัสดุอ้างอิงภายใน 2 วิธี ได้แก่ วิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี และวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล ซึ่งวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมีไม่เหมาะสมสำหรับการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน เนื่องจากการเติมสารรักษาสภาพแอมโมเนีย รวมทั้งสารลดน้ำหนักโมเลกุลไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตส่งผลให้ไม่สามารถจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิกได้ ดังนั้นวิธีการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในที่เหมาะสม คือวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกล โดยการนำน้ำยางสดมาเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน เพื่อรักษาสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกให้คงที่ จับตัวเนื้อยางในน้ำยางสดด้วยกรดฟอร์มิกความเข้มข้น ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน รีดเนื้อยางเป็นแผ่น และอบให้แห้ง บดยางที่อบแห้งด้วยเครื่องบดยางสองลูกกลิ้งจำนวน 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 การหาความแปรปรวนค่า 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 หน่วยมีความเสถียรที่ระยะเวลา 150, 180 และ 150 วัน ตามลำดับ

Abstract

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 sulfate 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_{cal} 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.

บทนำ

ความอ่อนตัวเริ่มแรก (Initial Plasticity; P₀) เป็นสมบัติของยางดิบหรือยางผสมที่ไม่ได้วัลคาไนซ์ แสดงการเคลื่อนที่ของโมเลกุลยาง การเปลี่ยนแปลงรูปร่างของยาง และองศาของการไหลของยางภายใต้สภาวะอุณหภูมิและแรงอัดที่กำหนด ใช้ประมาณขนาดโมเลกุลของยาง ยางที่มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกสูง แสดงว่ามีขนาดโมเลกุลของยางใหญ่ มีความแข็งมาก 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) อีกทั้งการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกยังเป็นการทดสอบที่ถูกนำไปใช้คำนวณค่าดัชนีความอ่อนตัว (Plasticity Retention Index; PRI) ซึ่งเป็นสมบัติที่ต้องระบุในยางแท่งเอสทีอาร์ทุกชนิด ส่งผลให้ห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ให้ความสำคัญต่อการประกันคุณภาพผลการทดสอบดังกล่าว ซึ่งนอกจากเครื่องทดสอบพลาสติกมิเตอร์ (Plastimeter) จะต้องผ่านการสอบเทียบจากหน่วยงานสอบเทียบที่ได้รับการรับรองห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มอก. 17025 (ISO/IEC 17025) แล้วนั้น การใช้วัสดุอ้างอิงมาเป็นตัวควบคุมถือเป็นปัจจัยสำคัญในการสร้างความน่าเชื่อถือให้ผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการ

วัสดุอ้างอิง (Reference Materials, RM) หมายถึง วัสดุหรือสารที่มีสมบัติหนึ่งอย่างหรือหลายอย่าง ที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีเสถียรภาพของสมบัติที่ระบุเพียงพอให้เหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ในกระบวนการวัด ได้แก่ การสอบเทียบอุปกรณ์ การประเมินวิธีวัด หรือใช้ในการกำหนดค่าวัสดุต่างๆ ปัจจุบันวัสดุ

อ้างอิงที่ใช้สำหรับตรวจสอบเครื่องทดสอบพลาสติกมิเตอร์ (Plastimeter) ในห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ คือ วัสดุอ้างอิงมาตรฐานความหนืดคงที่ (Standard Reference Rubber Material) จำเป็นต้องนำเข้าจากต่างประเทศ ซึ่งนอกจากเป็นการเพิ่มต้นทุนในการผลิตยางแท่งเอสทีอาร์แล้วนั้น ยางมาตรฐานดังกล่าวยังหาซื้อยาก และมีอายุการใช้งานสั้น กองการยาง กรมวิชาการเกษตร ซึ่งมีบทบาทสำคัญในการสนับสนุนการผลิตยางแท่งของภาคเอกชนทั้งในด้านปริมาณและคุณภาพ จึงตระหนักถึงความจำเป็นในการพัฒนาวัสดุอ้างอิงภายใน (Internal reference material, IRM) ซึ่งเป็นวัสดุอ้างอิงที่ได้รับการถ่ายค่าระดับจากห้องปฏิบัติการที่ได้รับการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานอุตสาหกรรม มอก. 17025:2548 (ISO/IEC 17025:2005) เพื่อนำมาใช้ควบคุมคุณภาพผลการทดสอบภายในห้องปฏิบัติการสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

ความอ่อนตัวเริ่มแรกของยางธรรมชาติจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามสภาวะแวดล้อมและระยะเวลาเก็บ เรียกว่า การเกิดปรากฏการณ์ความแข็งระหว่างเก็บ (Storage Hardening Phenomena) ของยางธรรมชาติ ดังนั้นการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในให้มีความอ่อนตัวเริ่มแรกคงที่จึงจำเป็นต้องใช้สารควบคุมความหนืดเพื่อให้ได้ยางที่เรียกว่า ยางความหนืดคงที่ (Constant Viscosity) ซึ่งมีงานวิจัยที่ได้ศึกษาเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดในยางธรรมชาติและวิธีการผลิตยางความหนืดคงที่ ดังนี้

Yunyongwattanakorn และคณะ (2003) ศึกษาผลของส่วนประกอบที่ไม่ใช่ยางต่อการเกิดเจลและการเกิดความแข็งระหว่างเก็บของยางธรรมชาติ และศึกษาผลของเจลต่อพฤติกรรมการเกิดผลึกของยางธรรมชาติ หลังจากการทดสอบความแข็งระหว่างเก็บ พบว่า องค์ประกอบและโครงสร้างในโมเลกุลยางส่งผลโดยตรงต่อค่าความหนืด จากการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของยางธรรมชาติ โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FT-IR) และเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโคปี (Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy; NMR) ซึ่งให้เห็นว่าโมเลกุลของยางประกอบด้วยหมู่ปลาย 2 ชนิด ได้แก่ ปลายที่ต่อกับโปรตีนเรียกว่า ω -terminal และปลายที่มีหมู่ฟอสเฟต หรือ ไดฟอสเฟต (mono- or di-phosphate) ต่อกับฟอสโฟไลปิดเรียกว่า α -terminal สามารถสันนิษฐานกลไกการเกิดปรากฏการณ์ความแข็งขณะเก็บได้ดังนี้ โมเลกุลยางเริ่มต้นนั้นโครงสร้างด้านที่ต่อกับหมู่โปรตีนและหมู่ฟอสโฟไลปิดแยกกันเป็นอิสระทำให้โครงสร้างส่วนใหญ่เป็นแบบเส้นตรง แต่เมื่อเก็บยางไว้เป็นเวลานานในภาวะความชื้นต่ำเมื่อโมเลกุลน้ำถูกกำจัดออกจากโมเลกุลของยาง ส่วนปลายที่ต่อกับโปรตีนหรือส่วนที่ต่อกับฟอสโฟไลปิดเกิดพันธะไฮโดรเจนเชื่อมกับโมเลกุลยางเกิดเป็นโครงสร้างแบบโซ่กิ่งและโครงสร้างแบบร่างแห ส่งผลให้ค่าความหนืดเพิ่มขึ้น

หรรษาและคณะ (2541) ศึกษาวิธีผลิตยางแท่งเอสทีอาร์ 5 ชนิดความหนืดคงที่ โดยการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยาง การฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดบนก้อนยางฝอย และทั้งเติมและฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดลงในยาง ยางที่ผลิตได้มีสมบัติตามมาตรฐานยางแท่งเอสทีอาร์ จากนั้นเก็บยางไว้เป็นเวลาหนึ่งปี พบว่ายางที่ฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดบนก้อนยางฝอยไม่สามารถทำให้ความหนืดของยางคงที่ แต่ยางที่ผลิตจากการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยาง ทั้งที่เติมและฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดลงในยาง ส่งผลทำให้ความหนืดของยางคงที่ตลอดระยะเวลาการเก็บ แต่อย่างไรก็ตามวิธีการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยางเป็นวิธีใช้สารในปริมาณน้อย สามารถทำการผลิตได้สะดวกและรวดเร็ว

Sekhar *et al.* (1962) การเติมสารควบคุมความหนืด (Viscosity stabilizer) ในยางธรรมชาติโดยเลือกใช้ semicarbazide, hydroxylamine sulphate และ dimedone (1,1 dimethyl cyclohexane-3,5-dione) อย่างไรก็ตาม สารแต่ละตัวยังมีข้อจำกัดเพราะผลที่ได้ยังไม่มีความสม่ำเสมอ ดังนั้นการเลือกใช้สารแต่ละชนิดต้องแน่ใจว่าสารเคมีทั้งหมดต้องไปจับหมู่อัลดีไฮด์หรือหมู่ที่คล้ายกัน ซึ่งเป็นสาเหตุการแข็งตัวของยาง รวมทั้งสารเคมีจะต้องกระจายในยางได้เป็นอย่างดี

กฤษณาและคณะ (2532) ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกของยางระหว่างเก็บพบว่า เมื่อเก็บยางแท่งเอสทีอาร์ (TSR) ไว้ระยะหนึ่งแล้ว นำยางนั้นมาวัดค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก และวัดดัชนีความอ่อนตัว ค่าเหล่านี้จะเปลี่ยนแปลงเนื่องจากการเกิดความแข็งขณะเก็บ (Storage Hardening) ในยางธรรมชาติเนื่องจากปฏิกิริยาการรวมตัวชนิด Condensation ระหว่างกลุ่มอะมีน (Amine Group) ซึ่งเป็นส่วนที่ไม่ใช่เนื้อยาง (Non Rubber) กับกลุ่มอัลดีไฮด์ (Aldehyde Group) ในระหว่างโมเลกุลของยาง ทำให้เกิดการเชื่อมโยงโมเลกุล ยางจะแข็งและแข็งตัวขึ้น ดังนั้น เมื่อนำมาวัดค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก และวัดดัชนีความอ่อนตัว จึงเกิดการเปลี่ยนแปลง

Si-Dong *et al.* (1998) ศึกษาโครงสร้างและสมบัติทางกายภาพของยางแท่งที่ผลิตจากน้ำยางสดเมื่อเก็บยางไว้ในภาวะเร่งพบว่า การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลมีลักษณะแคบลง ปริมาณเจลทั้งหมดและเจลขนาดใหญ่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น แต่เจลขนาดกลางและเจลขนาดเล็กมีแนวโน้มลดลงค่าความอ่อนตัวเริ่มต้น (initial plasticity) เพิ่มขึ้น แต่ค่าดัชนีความอ่อนตัว (plasticity retention index) ลดลง ค่าดังกล่าวสอดคล้องกับค่าการวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักด้วยความร้อน (thermogravimetric analysis) ที่มีค่าเพิ่มขึ้น แสดงว่ายางมีความเสถียรทางความร้อนลดลง อีกทั้งเมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี พบหมู่ไฮโดรเปอร์ออกไซด์ หมู่ไฮดรอกซิลและสารประกอบคาร์บอนิลซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาควบแน่นของส่วนประกอบที่ไม่ใช่ยางส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้นและเกิดการเปลี่ยนขนาดของเจลจากขนาดเล็กเป็นขนาดใหญ่

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

ในงานวิจัยนี้ ดำเนินการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่โดยใช้น้ำยางสดเป็นวัตถุดิบในการผลิต เติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลามีนนิวทริลซัลเฟตเพื่อยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาการรวมตัวชนิด 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) จากการวิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน และศึกษาความเสถียร (Stability) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในยาง

ธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกโดยใช้การประเมินการถดถอย (Regression Analysis) (จันทรัตน์, 2557)

ระเบียบวิธีการวิจัย

การทดลองนี้ศึกษาวิธีผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย โดยวิธีทางเคมีและวิธีทางกล

สถานที่ทำการวิจัย กองการยาง และศูนย์ควบคุมยางฉะเชิงเทรา

ระยะเวลาดำเนินงาน ตุลาคม 2560 - กันยายน 2563

อุปกรณ์และสารเคมี

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

วิธีการดำเนินการ

1. ทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน
 - 1.1 คัดเลือกต้นยางพันธุ์ RRIM 600 อายุ 15-16 ปี จำนวน 50 ต้น
 - 1.2 เก็บน้ำยางสดจากต้นยาง และกรองน้ำยางสดผ่านตัวกรอง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช ตามลำดับ
 - 1.3 ทดสอบสมบัติน้ำยางสด ได้แก่ ปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณเนื้อยางแห้ง ปริมาณกรดไขมัน ระเหย และปริมาณแมกนีเซียม
 - 1.4 เจือจางน้ำยางสดให้มีปริมาณเนื้อยางแห้งร้อยละ 22 โดยน้ำหนัก
 - 1.5 นำน้ำยางสดมาจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน แล้วปล่อยให้ น้ำยางจับตัวที่อุณหภูมิห้อง

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 เติมน้ำยาควนความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน ลงในน้ำยางสด และจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน แล้วปล่อยให้ น้ำยางจับตัวที่อุณหภูมิห้อง

2.1.3 ล้างก้อนยางด้วยน้ำสะอาดและรีดให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องรีดให้มีความหนาไม่เกิน 5 มิลลิเมตร แล้วอบยางให้แห้งในตู้อบ

2.1.4 นำตัวอย่างยางมาบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ซึ่งมีการควบคุมอุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส ที่จำนวนครั้งของการบดยาง 0, 5, 10, 15, 20 และ 25 ครั้ง จำนวนละ 3 ชั่วโมง

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 หน่วย และมีค่าความแข็งที่ภาวะเร่งไม่เกิน 8 หน่วยไปผลิตวัสดุอ้างอิงภายในต่อไป

2.1.7 หากกรรมวิธีในข้อ 2.1.4 ไม่ได้ตัวอย่างที่มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกตามที่กำหนด ให้แปรจำนวนครั้งของการบดยางจนได้ค่าความหนืดมูนนี้ที่กำหนด

2.2 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติจากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี

2.2.1 เก็บน้ำยางสดจากต้นยางและกรองน้ำยางสด ผ่านตัวกรอง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช ตามลำดับ รักษาสภาพน้ำยางสดด้วยแอมโมเนียและทดสอบสมบัติน้ำยางสด ได้แก่ ปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณเนื้อยางแห้ง ปริมาณความเป็นต่าง ปริมาณกรดไขมันระเหย และปริมาณแมกนีเซียม

2.2.2 เจือจางน้ำยางสดให้มีปริมาณเนื้อยางแห้งร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก

2.2.3 เติมน้ำยาละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในน้ำยางสดปริมาณ 1.0 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาที แล้วเติมน้ำยาละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในน้ำยางสด ปริมาณ 10.0

ส่วนต่อน้ำหนักเนื้ออย่างแห้ง 100 ส่วนโดยใช้ระยะเวลาการผสมน้ำยางกับสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 0, 30, 60, 120 และ 240 นาที ระยะเวลาละ 3 ชั่วโมง

2.2.4 เติมสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในน้ำยางสด ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้ออย่างแห้ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาที

2.2.5 จับตัวเนื้ออย่างด้วยกรดฟอร์มิกความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้ออย่างแห้ง 100 ส่วน แล้วปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

2.2.6 ล้างก้อนยางด้วยน้ำสะอาดและรีดก้อนยางให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องรีดให้มีความหนาไม่เกิน 5 มิลลิเมตร แล้วอบแห้งให้แห้งในตู้อบ

2.2.7 เตรียมตัวอย่างแต่ละชุดสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก (Initial Plasticity; P_0) การทดสอบความแข็งที่ภาวะเร่ง (Accelerated storage hardening test; A.S.H.T.) และน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography; GPC)

2.2.8 หากกรรมวิธีในข้อ 2.2.3 ไม่ได้ตัวอย่างที่มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกตามที่กำหนด ให้แปรระยะเวลาในการกวนผสมน้ำยางกับสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตจนได้ค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกตามที่กำหนด

3. ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

3.1 เตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากกรรมวิธีที่ให้ค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย จำนวน 3 ชั่วโมง

3.2 สุ่มตัวอย่างจากจุดต่างๆ ของแผ่นยางที่เตรียมได้ จำนวน 10 ตัวอย่าง

3.3 ส่งตัวอย่างไปทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกยังห้องปฏิบัติการที่ได้รับรองมาตรฐาน 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

นำค่าเฉลี่ยความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างยางที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ในข้อ 3. มากำหนดเป็นค่าระดับของความหนืดมูนนี้ในตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

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 เตรียมตัวอย่างทดสอบโดยบดตัวอย่างด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง จำนวน 6 ครั้ง ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้ง 1.65 มิลลิเมตร
 - 5.2.2 ตัดตัวอย่างจากข้อ 5.2.1 ให้น้ำหนักประมาณ 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

ผลการทดลองและอภิปราย

1. ทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน
 - 1.1 สมบัติน้ำยางสด

ศึกษาสมบัติเบื้องต้นของวัตถุดิบที่นำมาผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก โดยนำน้ำยางสด จำนวน 3 แปลง มาทดสอบสมบัติปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณเนื้อยางแห้ง จำนวนกรดไขมันระเหย และปริมาณแมกนีเซียม แสดงสมบัติน้ำยางสด ตามตารางที่ 19

ตารางที่ 19 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 19 ปริมาณของแข็งทั้งหมด และปริมาณเนื้อยางแห้งมีความสำคัญต่อการนำไปใช้คำนวณปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการผลิตยางแห้งและการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน กรดไขมันระเหยบ่งชี้ถึงการเสียสภาพของน้ำยางสด ซึ่งผลการทดสอบตามตารางที่ 19 มีค่าจำนวนกรดไขมันระเหยไม่เกิน ร้อยละ 0.05 แสดงว่าน้ำยางสดยังไม่เสียสภาพ และปริมาณแมกนีเซียมสำหรับในงานวิจัยนี้ใช้เก็บเป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับน้ำยางสดที่นำมาใช้ผลิตวัสดุอ้างอิงภายในต่อไป

1.2 สมบัติยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน

เตรียมตัวอย่างยางแห้งโดยนำน้ำยางสดทั้ง 3 แปลง มาจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิค ริดเป็นแผ่นและอบให้แห้ง จากนั้นนำยางแห้งที่ได้มาทดสอบสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล แสดงผลการทดสอบ ตามตารางที่ 20

ตารางที่ 20 สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ของยางธรรมชาติก่อนเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน จำนวน 3 แปลง

แปลงที่	สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก (หน่วย)	น้ำหนักโมเลกุล ($\times 10^6$ กรัมต่อโมล)	การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล (M_w/M_n)
1	66.4	2.74	1.21
2	67.9	2.73	1.27
3	66.8	2.85	1.22

จากตารางที่ 20 พบว่า ยางธรรมชาติทั้ง 3 แปลง มีสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลใกล้เคียงกัน ซึ่งเหมาะสมสำหรับนำไปผลิตเป็นตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่มีค่า 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 จับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิค ริดเป็นแผ่น และอบให้แห้ง จากนั้นนำยางแห้งที่ผลิตได้ไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของ

ลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และคุณสมบัติของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส ซึ่งแปรระยะเวลาการบด ยาง 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที จำนวน 750 กรัม ต่อ 1 ระยะเวลาการบดยาง ได้สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของยางแห้ง ได้ผลการทดสอบตาม ตารางที่ 21

ตารางที่ 21 สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ของยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่แปรระยะเวลาบดยาง 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที

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	36.0	36.0	35.5	-1.5	-2.0	-1.0	2.60	2.61	2.48	1.08	1.42
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 21 พบว่า เมื่อระยะเวลาการบดยางเพิ่มขึ้น สายโซ่ยางถูกกระทำด้วยแรงกลจนแตกหักมากขึ้น สายโซ่ยางมีขนาดสั้นลง การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติเพิ่มขึ้น น้ำหนักโมเลกุลยางและความยืดหยุ่นของยางลดลง ส่งผลให้ความอ่อนตัวเริ่มแรกมีค่าลดลง เนื่องจากยางธรรมชาติเป็นพอลิเมอร์ที่มีสายโซ่โมเลกุลยาว ซึ่งมีสมบัติความเป็นพลาสติก (Plasticity) และความยืดหยุ่น (Elasticity) นั่นคือ ยางสามารถไหลไปตามแรงกระทำได้ด้วยความเป็นพลาสติก และสามารถกลับคืนสภาพเดิมได้ด้วยความยืดหยุ่น ดังนั้น ยางที่มีสายโซ่โมเลกุลยาวมีแนวโน้มที่มีสมบัติความยืดหยุ่นสูง การทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกเป็นการให้แรงกดและความร้อนแก่ยาง ถ้ายางมีสายโซ่โมเลกุลยาว ยางสามารถทนต่อแรงกดและความร้อนได้ดีกว่ายางที่มีสายโซ่โมเลกุลยางสั้น 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 ดังนั้นจึงปรับวิธีการบดยางจากแปรระยะเวลาการบดยาง เป็นการแปรจำนวนครั้งของการบดยางที่ 0, 5, 10, 15, 25 และ 30 ครั้ง ตัวอย่างยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่แปรจำนวนครั้งของการบดยาง มีสมบัติความหนืดอ่อนตัวเริ่มแรก ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล แสดงตาม ตารางที่ 22

ตารางที่ 22 สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก ความแข็งที่ภาวะแรง น้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล ของยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่แปรจำนวนครั้งของการบดยางที่ 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 และ 50 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 22 พบว่า ยางธรรมชาติที่ผลิตได้มีความอ่อนตัวเริ่มแรกคงที่เนื่องจากมีค่าความแข็งที่ภาวะแรงไม่เกิน 8 หน่วย ความอ่อนตัวเริ่มแรกและน้ำหนักโมเลกุลมีค่าลดลงตามจำนวนครั้งของการบดยาง เนื่องจากการแตกหักของสายโซ่โมเลกุลยางเมื่อถูกบด และผลจากการแตกหักของสายโซ่โมเลกุลยาง ทำให้สายโซ่โมเลกุลยางมีความสั้นยาวแตกต่างกันมากขึ้นค่าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลจึงมีค่าเพิ่มขึ้นตามจำนวนครั้งของการบดยาง โดยการเตรียมยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ซึ่งมีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ทำได้โดยบดยางจำนวน 30, 20 และ 5 ครั้ง ตามลำดับ

2.2 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติจากวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมี

นำนํายางสดแปลงที่ 1 ซึ่งรักษาสภาพด้วยแอมโมเนียปริมาณร้อยละ 0, 0.1, 0.2 และ 0.3 โดยนํานํายางมาเติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ สารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต และสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนนิวทริลซัลเฟต แล้วกวนนํายาง พบว่า นํายางสดที่ไม่เติมสารรักษาสภาพแอมโมเนีย มีลักษณะจับตัวเป็นก้อนเล็กๆ เมื่อกวนเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งเกิดจากการเสื่อมสภาพของนํายาง แต่นํายางสดที่เติมสารรักษาสภาพแอมโมเนีย 0.1, 0.2 และ 0.3 โดยนํานํายาง ยังคงลักษณะเป็นคอลลอยด์อยู่ได้ เมื่อนํานํายางที่ผ่านการทำปฏิกิริยา

มาจับตัวเพื่อผลิตเป็นยางแท่ง 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 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแท่ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาที เติมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ปริมาณ 10.0 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแท่ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 0, 30, 60, 120 และ 240 นาที เติมสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแท่ง 100 ส่วน กวนน้ำยาง เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปจับตัวและอบให้แห้ง พบว่า การกวนน้ำยางสดเป็นระยะเวลา 0 และ 30 นาที ส่งผลให้น้ำยางสดบางส่วนไม่สามารถจับตัวได้อย่างด้วยกรดฟอร์มิค และเมื่อเพิ่มระยะเวลาการกวนเป็น 60, 120 และ 240 นาที น้ำยางสดทั้งหมดไม่สามารถนำมาจับตัวได้อย่างด้วยกรดฟอร์มิคได้ แสดงให้เห็นว่า ไม่สามารถเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกจากการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมีได้จากนั้นนำไปจับตัวและอบให้แห้ง พบว่าการกวนน้ำยางสดเป็นระยะเวลา 0 และ 30 นาที ส่งผลให้น้ำยางสดบางส่วนไม่สามารถจับตัวได้อย่างด้วยกรดฟอร์มิค และเมื่อเพิ่มระยะเวลาการกวนเป็น 60, 120 และ 240 นาที น้ำยางสดทั้งหมดไม่สามารถนำมาจับตัวได้อย่างด้วยกรดฟอร์มิคได้ แสดงให้เห็นว่า ไม่สามารถเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกจากการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางเคมีได้

ดังนั้น จึงได้เลือกวิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลโดยวิธีทางกลสำหรับการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ซึ่งมีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 30 ± 2.5 หน่วย คือนำน้ำยางสดมาเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ต่อปริมาตร ปริมาณ 0.15 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแท่ง 100 ส่วน และเติมกรดฟอร์มิคความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาณ 4 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแท่ง 100 ส่วน เพื่อเตรียมเป็นยางแท่ง แล้วนำยางแท่งที่มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก ประมาณ 33 – 36 หน่วย ไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และคูดอกของลูกกลิ้งที่ 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 สุ่มตัวอย่างจำนวน 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 23, 24 และ 25 ตามลำดับ

ตารางที่ 23 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 24 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 25 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

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 26 ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันจากการวิเคราะห์หาความแปรปรวน (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) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 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) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 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) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกที่ระดับ 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) ของความอ่อนตัวเริ่มแรกในทางสำหรับตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน

การให้ค่าระดับของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก คำนวณจากการนำค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) มาคำนวณค่าเฉลี่ย $\pm 2SD$ ได้ค่าระดับ (Assigned Value) ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย แสดงดังตารางที่ 27

ตารางที่ 27 ค่าระดับ (Assigned Value) ของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย

วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบ ความอ่อนตัวเริ่มแรก 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 ได้ผลการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกทั้ง 3 ระดับ ตามตารางที่ 28

ตารางที่ 28 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 28 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 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัว

เริ่มแรก ที่ระยะเวลาการเก็บ 90 วัน

ศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกโดยนำข้อมูลจากตารางที่ 28 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 29

ตารางที่ 29 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)

ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับ
การทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก 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 29 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 โดยวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกทั้ง 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 28 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 30

ตารางที่ 30 การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก 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 30 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 ในขณะที่ วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก 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 31

ตารางที่ 31 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 31 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 32

ตารางที่ 32 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

$lb_1/S(b_1)$	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 32 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 33, 34 และ 35 ตามลำดับ

ตารางที่ 33 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
$lb_1/S(b_1)$	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 34 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 35 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 33, 34 และ 35 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

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

1. วิธีการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

จากการศึกษาการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ได้วิธีการผลิตวัสดุอ้างอิงภายใน คือ การนำน้ำยางสดมาเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต และเติมกรดฟอร์มิก อบให้แห้ง จากนั้นนำไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และคุ่มอนุหุมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศา

เซลเซียส 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) 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

2.2 ผลการวิเคราะห์หาค่าความแปรปรวน (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) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 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) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 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) วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 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. ศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก

ผลการประเมินความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 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

กรมวิชาการเกษตร

การทดลองที่ 3

การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรก

Preparation of Internal Reference material for Dirt Content Testing

ปฏิมาภรณ์ สังข์น้อย อิศยาณัท แก้วประดับ พรทิพย์ ประกายมณีวงศ์

จรัสศรี พันธุ์ไม้ สุรชัย ศิริพัฒน์ และสุภาพร พรหมพันธุ์

Patimaphon sangnoi, Isayanut kaewpradub, Porntip Prakaimaneewong,

Jarassri Phanmai, Surachai Siripat and Supaporn Phromphan

คำสำคัญ (keywords) : วัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติ (Internal Reference Material) ความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ความเสถียร (Stability) ปริมาณสิ่งสกปรก (Dirt Content)

บทคัดย่อ

การประกันคุณภาพผลการทดสอบมีความสำคัญในการดำเนินการทดสอบของห้องปฏิบัติการและวัสดุอ้างอิงก็เป็นวิธีหนึ่งในการควบคุมคุณภาพ ดังนั้น วัสดุอ้างอิงสำหรับยางธรรมชาติที่เหมาะสมจึงมีความจำเป็นในการปฏิบัติงาน ในการศึกษาการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรกในยางธรรมชาติ มีการเตรียมวัสดุอ้างอิงที่ 3 ระดับ คือ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม โดยทดลองใช้วัสดุขนาดมาตรฐาน 4 ชนิด ได้แก่ Clay, Silica, CaCO₃ และ ซีลี้อย ซึ่งผลการทดสอบพบว่า ซีลี้อยเป็นตัวแทนของสิ่งสกปรกที่เหมาะสมที่สุด โดยพิจารณาจากขนาด การละลายในน้ำมันสน และร้อยละการคืนกลับ โดยวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้เมื่อนำมาทดสอบและประเมินผลทางสถิติ พบว่ามีความเป็นเนื้อเดียวกัน และเมื่อนำมาทดสอบความเสถียรที่ 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 วัน วันละ 3 ชั่วโมง พบว่ามีความเสถียร และค่าระดับของวัสดุอ้างอิงภายในที่ได้ คือ 0.034, 0.090 และ 0.175 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

Abstract

Quality Assurance is significant in laboratory process and internal reference material is one of method for quality control. Therefore, proper internal reference material of Natural rubber for dirt content testing should be used in laboratory. Target level for the reference material is set at 0.03, 0.10 and 0.20 g/100g, respectively. There are 4 types of material for added in natural rubber to produce reference material for examples clay, silica CaCO_3 and Saw dust. From size, soluble and % recovery of materials the result show saw dust is suitable. Homogeneity and stability were studied at 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 days. The result showed assigned value for the reference material at 0.34, 0.09 and 0.175 g/100g.

บทนำ

วัสดุอ้างอิงภายใน (Internal reference material) คือ วัสดุอ้างอิงที่ห้องปฏิบัติการพัฒนาขึ้น เพื่อนำมาใช้ประโยชน์ ในห้องปฏิบัติการ ซึ่งวัสดุอ้างอิงต้องมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ความเสถียร และผ่านการจัดเตรียมมาอย่างดีเพื่อใช้ในการสอบเทียบ การประเมินวิธีวิเคราะห์ และการกำหนดค่าให้กับวัสดุอื่น มีประโยชน์ในการพัฒนาและประเมินวิธีทดสอบ การหาค่าการทดสอบย้อนกลับในการวัด และการประกันคุณภาพ ความสอดคล้องในการวัด (วรางคณา, 2551)

ปริมาณสิ่งสกปรกในยางธรรมชาติ หมายถึง ปริมาณสารที่ได้จากการกรองด้วยตัวกรองที่มีแผ่นตะแกรงกรองขนาดรูตะแกรง 325 เมช (mesh) หรือ 44 ไมครอน (micron) ซึ่งสารที่ได้จากการกรองนั้น ประกอบด้วยสารแปลกปลอมอื่นๆ เช่น เปลือกไม้ ดิน ใบไม้ ปริมาณและชนิดของสิ่งสกปรกมีความสำคัญต่อกระบวนการนำยางไปแปรรูป ทำผลิตภัณฑ์ยาง ถ้าหากยางมีปริมาณสิ่งสกปรกสูง จะมีผลกระทบต่อกระบวนการแปรรูปและคุณภาพของผลิตภัณฑ์สำเร็จรูป ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการควบคุมการผลิตยางให้มีปริมาณสิ่งสกปรกน้อยที่สุด ดังนั้นจึงมีการกำหนดค่าปริมาณสิ่งสกปรกเป็นเกณฑ์ในการพิจารณาคุณภาพยางแท่งเอสทีอาร์ ผู้ผลิตที่ต้องการส่งยางแท่งตามมาตรฐานยางเอสทีอาร์ ออกไปยังต่างประเทศ จำเป็นต้องดำเนินการทดสอบคุณภาพยางแท่ง โดยห้องปฏิบัติการที่ได้รับอนุญาต และเมื่อคุณภาพยางผ่านเกณฑ์ ห้องปฏิบัติการจะดำเนินการออกใบรับรองคุณภาพยางแท่งเอสทีอาร์ เพื่อดำเนินการส่งออกต่อไป ดังนั้นเพื่อให้ห้องปฏิบัติการที่ได้รับอนุญาตในการวิเคราะห์และทดสอบยางแท่งเอสทีอาร์ จากกรมวิชาการเกษตร มีการควบคุมคุณภาพผลการทดสอบ การใช้วัสดุอ้างอิงภายในจึงเป็นทางเลือกหนึ่งในการประกันคุณภาพผลการทดสอบ และเพิ่มความมั่นใจในการปฏิบัติการทดสอบของห้องปฏิบัติการทดสอบคุณภาพ และเป็นที่ยอมรับของลูกค้าต่อไป

ระเบียบวิธีการวิจัย

การทดลองนี้ศึกษาวิธีเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรก ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม โดยใช้วัสดุขนาดมาตรฐาน 4 ชนิด ได้แก่ ซิลิกา (Silica) เคลย์ (Clay) และแคลเซียมคาร์บอเนต (Calcium carbonate, CaCO_3) ผสมกับยางธรรมชาติ

สถานที่ทำการวิจัย ศูนย์ควบคุมยางสงขลา

ระยะเวลาดำเนินงาน ตุลาคม 2560 - กันยายน 2561

อุปกรณ์และสารเคมี

1. ตัวกรอง สำหรับน้ำยาง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช
2. ตัวกรองขนาด 45 ไมครอน (325 เมช)
3. ตู้อบลมร้อน 100 ± 5 องศาเซลเซียส
4. เตาสำหรับละลายยาง
5. เครื่องซีลถุงสุญญากาศ
6. เครื่องบดผสมยาง
7. ยางธรรมชาติ
8. วัสดุมาตรฐานซีลเออย
9. วัสดุมาตรฐานซิลิกา
10. วัสดุมาตรฐานเคลย์
11. วัสดุมาตรฐานแคลเซียมคาร์บอเนต

วิธีการดำเนินการ

1. การทดสอบขีดจำกัดในการตรวจพบ (Limit of Detection, LOD) และขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantitation, LOQ) ของวิธีการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยาง (ASTM D1278-91a, 2015) โดยใช้ยางสังเคราะห์ไอโซพรีนทำหน้าที่แบล็ค ทดสอบ 10 ซ้ำและวิเคราะห์ผลทางสถิติ

2. ศึกษาการเตรียมตัวอย่าง โดยการนำยางธรรมชาติและวัสดุขนาดมาตรฐานมาบดผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

2.1 เตรียมยางธรรมชาติ

2.1.1 เก็บน้ำยางสด และกรองน้ำยางสดผ่านตัวกรอง ขนาด 40 เมช และ 80 เมช ตามลำดับ

2.1.2 นำน้ำยางสดมาจับตัวเนื้ออย่างด้วยกรดฟอร์มิก ความเข้มข้น ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อ

ปริมาตร

2.1.3 ล้างแผ่นยางด้วยน้ำสะอาด และรีดแผ่นยางด้วยเครื่องรีดให้มีความหนา ไม่เกิน 5

มิลลิเมตร ผึ่งในที่ร่ม

2.1.4 อบยงให้หั่งในตู้อบนำมบดตัวอย่างงเป็นเนื้อเดียวกันโดยร็ดผ่านลูกกลิ้งที่มีระยะระหว่างลูกกลิ้ง 1.65 มม.จนวน 6 ครั้งโดยยงที่ผ่านลูกกลิ้งออกมาแต่ละครั้งม้วนเป็นรูปทรงระบอกลงใส่ปลยข้งหนึ่งเข้เครื่องในการบดครั้งต่อไป แล้วร็ดออกมาเป็นแผ่น (SMR Bulletin No.7)

2.2 ทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยง (ASTM D1278-91a, 2015) ก่อนเติมวัสดุขนาดมาตรฐานและทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

2.3 การเตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน โดยผสมยงกับวัสดุขนาดมาตรฐานที่ผ่านการเตรียมและค้ขนาดแล้วที่ชนิดและปริมาณต่างๆ ด้วยเครื่องบดผสมยงแล้วร็ดเป็นแผ่นยงทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกตัวอย่างละจนวน 3 ซ้ ประกอบด้วย

ปัจจัยที่ 1 ชนิดของวัสดุมาตรฐาน มี 4 ชนิด

- 1) ซี้เลื่อย ขนาด 100 – 200 ไมครอน
- 2) ซิลิกา ขนาด 100 – 200 ไมครอน
- 3) เคลย์ ขนาด 100 – 200 ไมครอน
- 4) แคลเซียมคาร์บอเนต ขนาด 100 – 200 ไมครอน

ปัจจัยที่ 2 ปริมาณของวัสดุมาตรฐาน มี 3 ระดับ

- 1) 0.03 กรัม ต่อน้ำหนักยง 100 กรัม
- 2) 0.10 กรัม ต่อน้ำหนักยง 100 กรัม
- 3) 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยง 100 กรัม

2.4 นำซ้ยงที่ผ่านการบดผสมวัสดุมาตรฐานและร็ดเป็นแผ่นแล้วมำกำหนดตำแหน่งหมายเลขตัวอย่าง และค้ตัวอย่างขนาด 10 กรัม โดยเรียงตามลำดับตำแหน่งที่ให้ไว้และบรรจุยงในถุงอลูมิเนียมฟอยล์พร้อมปิดถุงแบบสุญญากาศ

3. ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและให้ค่าระดับ

3.1 สุ่มตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้ จนวน 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ซ้ หาปริมาณสิ่งสกปรกในยงโดยวิธี ASTM D1278-91a นำผลการทดสอบที่ได้ไปประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันโดยวิเคราะห์ทางสถิติ ดังนี้

3.1.1 ใช้สถิติตาม ISO 13528

ตามหลักเกณฑ์ $S_s \leq 0.3 \sigma_{pt}$

เมื่อ S_s = between sample standard deviation

σ = Target SDp, SD from Horwitz

3.1.2 ใช้สถิติ ANOVA

การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดี่ยว (One Way ANOVA) ($p < 0.05$) โดยพิจารณา ถ้า $F_{cal} < F_{crit}$ แสดงว่า ความแปรปรวนมีค่าไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ นั่นคือ ตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2 ให้ค่าระดับ (assigned value) ของปริมาณสิ่งสกปรกในยาง

ใช้วิธีหาค่าระดับจากค่าพ้องกันของห้องปฏิบัติการที่มีความชำนาญ โดยคัดเลือกห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมโปรแกรมทดสอบความชำนาญและมีค่าการทดสอบในรายการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยางผ่านเกณฑ์ไม่น้อยกว่า 4 ครั้ง จำนวน 10 ห้องปฏิบัติการ และส่งตัวอย่างขึ้นยางให้ห้องปฏิบัติการที่ได้รับคัดเลือกทดสอบหาปริมาณสิ่งสกปรกในยาง ก่อนนำผลมาประเมินผลทางสถิติ จาก ค่าเฉลี่ยโรบัสต์ (Robust mean, x^*) และ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ (Robust standard deviation, s^*)

4. การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการปริมาณสิ่งสกปรกในยาง

นำตัวอย่างขึ้นยางเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง มาทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยางโดยวิธี ASTM D1278-91a (2015) ที่เวลา 0, 15, 30, 45, 60, 75 และ 90 วัน วันละ 3 ซ้ำ หลังการเตรียมตัวอย่าง และทำการวิเคราะห์ผลทางสถิติ หากอยู่ในช่วง $\text{mean} \pm 2SD$ ของการทดสอบความแปรปรวนเนื้อเดียวกัน ถือว่าปริมาณสิ่งสกปรกในยางมีค่าเสถียร

5. สรุปผล

ผลการทดลองและอภิปราย

1. การทดสอบขีดจำกัดในการตรวจพบ (Limit of Detection, LOD) และขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantitation, LOQ) ของวิธีการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยาง (ASTM D1278-91a, 2015)

ผลการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยางสังเคราะห์ไอโซพรีน จำนวน 10 ซ้ำ มีค่า ร้อยละ 0.014, 0.011, 0.010, 0.008, 0.050, 0.066, 0.038, 0.028, 0.045 และ 0.013 โดยน้ำหนัก คิดเป็นค่าเฉลี่ย ร้อยละ 0.028 โดยน้ำหนัก ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ร้อยละ 0.0204 โดยน้ำหนัก ค่า LOD ร้อยละ 0.090 โดยน้ำหนัก และค่า LOQ ร้อยละ 1.23 ร้อยละโดยน้ำหนัก

อย่างไรก็ตาม ผลการทดสอบค่าสิ่งสกปรกในยางสังเคราะห์เพื่อหาค่า LOD และ LOQ พบว่า ผลการทดสอบ 10 ซ้ำที่ได้ มีความแตกต่างกันมาก อาจเกิดจากวิธีการทดสอบไม่เหมาะสมกับยางสังเคราะห์ สังเกตได้จากสารละลายยางสังเคราะห์มีความหนืดมากกว่ายางธรรมชาติ เมื่อกรองจะมียางบางส่วนติดกับตัวกรอง และเมื่อให้ความร้อนยางสังเคราะห์เกิน 1 ชั่วโมง มีการตกตะกอน ทำให้ค่าสิ่งสกปรกสูง ดังนั้น จึงนำน้ำยางธรรมชาติที่ผ่านการกรองสิ่งสกปรก และเตรียมเป็นยางแห้ง จำนวน 10 ซ้ำ เพื่อหาค่า LOD และ LOQ แทนยางสังเคราะห์ ได้ปริมาณสิ่งสกปรก 10 ซ้ำ คือ ร้อยละ 0.001, 0.002, 0.001, 0.003, 0.001, 0.001, 0.001, 0.001, 0.002 และ 0.001 โดยน้ำหนัก คิดเป็นค่าเฉลี่ย ร้อยละ 0.0014 โดยน้ำหนัก ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ร้อยละ 0.0007 โดยน้ำหนัก ค่า LOD ร้อยละ 0.0035 โดยน้ำหนัก และ ค่า LOQ ร้อยละ 0.0084 โดยน้ำหนัก

2. ศึกษาการเตรียมตัวอย่าง โดยการนำยางธรรมชาติและวัสดุขนาดมาตรฐานมาบดผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

จากการทดสอบการละลายของวัสดุมาตรฐาน 4 ชนิด ได้แก่ ซีลี้อย ซีลีกา เคลย์ และแคลเซียมคาร์บอเนตในน้ำมันสน แล้วนำวัสดุมาตรฐานไปอบ พบว่า น้ำหนักของ ซีลี้อย เคลย์ และแคลเซียมคาร์บอเนต ไม่เปลี่ยนแปลง แต่น้ำหนักของซีลีกามีการเปลี่ยนแปลงเนื่องจากซีลีกาบางส่วนละลายในน้ำมันสน จึงไม่สามารถใช้ซีลีกาเป็นวัสดุมาตรฐานสิ่งสกปรกได้

จึงเตรียมตัวอย่างโดยการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐาน 3 ชนิด คือ ซีลี้อย เคลย์ และแคลเซียมคาร์บอเนต ที่ผ่านการคัดขนาด 100 -200 ไมครอน ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม อย่างละ 3 ซ้ำ โดยในขั้นตอนการบดเตรียมยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน จำนวน 50 ครั้ง ด้วยความเร็วรอบในอัตราส่วน 1 : 1.38 (ลูกกลิ้งหน้า : ลูกกลิ้งหลัง) โดยการบดอย่างครั้งที่ 1 – 8 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.0 มิลลิเมตร แล้วนำมาผสมวัสดุมาตรฐาน ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม แล้วบดต่อในครั้งที่ 9 – 48 และทำการบดต่อในครั้งที่ 49 – 50 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.65 มิลลิเมตร ได้ผลการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรก และค่าร้อยละการคืนกลับ (% Recovery) ตามตารางที่ 36 โดยใช้สูตรการคำนวณร้อยละการคืนกลับ จากสูตร ดังนี้

$$\text{ค่าร้อยละการคืนกลับ (\%Recovery)} = \frac{\text{ปริมาณสิ่งสกปรกที่ได้จากการทดสอบ}}{\text{ปริมาณวัสดุมาตรฐานที่เติมเข้าไป}} \times 100$$

ตารางที่ 36 ค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ ของปริมาณสิ่งสกปรกที่แปรชนิดและปริมาณของวัสดุมาตรฐาน

ชนิดของวัสดุมาตรฐาน	ปริมาณสิ่งสกปรกของวัสดุมาตรฐาน ที่ระดับ (กรัม ต่อยาง 100 กรัม)								
	0.03			0.10			0.20		
	ค่าเฉลี่ย (ร้อยละ โดย น้ำหนัก)	SD	ค่าเฉลี่ย ร้อยละการคืนกลับ	ค่าเฉลี่ย (ร้อยละ โดย น้ำหนัก)	SD	ค่าเฉลี่ย ร้อยละการคืนกลับ	ค่าเฉลี่ย (ร้อยละ โดย น้ำหนัก)	SD	ค่าเฉลี่ย ร้อยละการคืนกลับ
ซีลี้อย	0.026	0.005	86	0.079	0.007	79	0.144	0.009	72
เคลย์	0.005	0.002	18	0.008	0.004	8	0.004	0.002	2
แคลเซียมคาร์บอเนต	0.007	0.004	23	0.006	0.002	6	0.008	0.003	4

ตารางที่ 36 พบว่า ค่าปริมาณสิ่งสกปรกของวัสดุมาตรฐานเคลย์ และวัสดุมาตรฐานแคลเซียมคาร์บอเนต มีค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ (% Recovery) ในช่วง 2-18 และ 4 – 23 ตามลำดับ ซึ่งน้อยกว่าปริมาณที่เติมมาก สำหรับค่าปริมาณสิ่งสกปรกเฉลี่ยของวัสดุมาตรฐานซีลี้อย มีค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ ในช่วง 72-86 ซึ่งใกล้เคียงปริมาณที่เติม ดังนั้น จึงเลือกวัสดุมาตรฐานซีลี้อยเป็นวัสดุแทนปริมาณสิ่งสกปรก สำหรับเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในเพื่อทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและความเสถียรต่อไป

3. ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและให้ค่าระดับ

เตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงที่ได้จากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม แล้วสุ่มมาจำนวน 10 ตัวอย่าง มาหาปริมาณสิ่งสกปรกโดย แต่ละตัวอย่างวิเคราะห์ 2 ซ้ำ ดังแสดงในตารางที่ 37

ตารางที่ 37 ผลการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกของวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ ที่ระดับต่างๆ เพื่อหาความเป็นเนื้อเดียวกัน

ตัวอย่าง	ปริมาณสิ่งสกปรก (ร้อยละโดยน้ำหนัก) ของ					
	วัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ ที่ระดับ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)					
	0.03		0.10		0.20	
	ซ้ำ 1	ซ้ำ 2	ซ้ำ 1	ซ้ำ 2	ซ้ำ 1	ซ้ำ 2
1	0.034	0.036	0.093	0.091	0.178	0.181
2	0.035	0.035	0.095	0.087	0.180	0.175
3	0.034	0.034	0.095	0.094	0.180	0.176
4	0.034	0.030	0.093	0.089	0.176	0.179
5	0.036	0.032	0.093	0.092	0.177	0.180
6	0.035	0.033	0.095	0.089	0.184	0.183
7	0.033	0.032	0.094	0.087	0.177	0.178
8	0.033	0.033	0.094	0.090	0.179	0.181
9	0.033	0.037	0.093	0.088	0.177	0.174
10	0.033	0.031	0.092	0.092	0.177	0.175

นำผลการทดสอบที่ได้ในตารางที่ 37 ไปประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันและให้ค่าระดับของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ ที่ระดับต่างๆ ได้ผลดังนี้

3.1 ผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันโดยวิเคราะห์ทางสถิติ โดยใช้สถิติตาม ISO 13528 และใช้สถิติ ANOVA

3.1.1 ใช้สถิติตาม ISO 13528

ตามหลักเกณฑ์ $s_s \leq 0.3\sigma$

เมื่อ S_s = between sample standard deviation

σ = Target SDp, SD from Horwitz

- 1) นำผลการทดสอบที่ได้ในตารางที่ 37 มาคำนวณค่า Ss จากสูตร

$$Ss = \sqrt{\frac{MSB - MSw}{n_0}}$$

MSB = mean square between sample จากตาราง ANOVA

MSw = mean square within sample จากตาราง ANOVA

n_0 = จำนวนซ้ำ

ได้ค่า Ss ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับต่างๆ

ดังนี้

- 1) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.03 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ได้ค่า Ss = 0.0003
- 2) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.10 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ได้ค่า Ss = 0.0019
- 3) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.20 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ได้ค่า Ss = 0.0017

- 2) คำนวณค่า σ และ 0.3σ

$$\sigma \text{ มาจากสูตร } RSDp = 2(1 - 0.5 \log C)$$

$$SDp = RSDp \times \text{mean} / 100$$

C = Fraction Concentration

ได้ค่า σ และ 0.3σ ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับต่างๆ ดังนี้

- 1) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.03 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า C = 0.00034, RSDp = 6.67% และ mean = 0.034 กรัมต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ได้ค่า σ หรือ SDp = 0.002 จะได้ $0.3\sigma = 0.0006$
- 2) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.10 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า C = 0.00092, RSDp = 5.73% และ mean = 0.092 กรัมต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ได้ค่า σ หรือ SDp = 0.005 จะได้ $0.3\sigma = 0.0015$
- 3) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.20 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า C = 0.00178, RSDp = 5.19% และ mean = 0.178 กรัมต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ได้ค่า σ หรือ SDp = 0.009 จะได้ $0.3\sigma = 0.0027$

ผลการคำนวณ S_s และ 0.3σ ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ทั้ง 3 ระดับ มีค่า $S_s \leq 0.3\sigma$ ดังนั้น วัสดุที่เตรียมได้ทั้ง 3 ระดับ ผ่านเกณฑ์การประเมิน จึงสรุปได้ว่า วัสดุที่เตรียมได้ทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน

3.1.2 ใช้สถิติ ANOVA

นำผลทดสอบที่ได้ในตารางที่ 37 มาประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันด้วยสถิติ ANOVA ได้ผลตามตารางที่ 38, 39 และ 40 ดังนี้

ตารางที่ 38 ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันด้วย ANOVA ที่ระดับ 0.03 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	2.57117E-05	9	2.85686E-06	0.935727561	0.535045821	3.0203829
Within Groups	3.05309E-05	10	3.05309E-06			
Total	5.62426E-05	19				pass

ตารางที่ 39 ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันด้วย ANOVA ที่ระดับ 0.10 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	2.49699E-05	9	2.77443E-06	0.268922601	0.969596335	3.0203829
Within Groups	0.000103168	10	1.03168E-05			
Total	0.000128138	19				pass

ตารางที่ 40 ผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันด้วย ANOVA ที่ระดับ 0.20 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	9.40377E-05	9	1.04486E-05	2.448709482	0.089624394	3.0203829
Within Groups	4.267E-05	10	4.267E-06			
Total	0.000136708	19				pass

จากตารางที่ 38, 39 และ 40 ค่า F_{cal} ของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม เท่ากับ 0.9357, 0.2689 และ 2.4487 ตามลำดับ ซึ่งมีค่าน้อยกว่า F_{crit} (3.0203) แสดงว่าความแปรปรวนมีค่าไม่แตกต่างกัน สรุปได้ว่า จากการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันด้วย ANOVA ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2 ให้ค่าระดับ (assigned value) ของปริมาณสิ่งสกปรกในยาง

การศึกษาได้ใช้ค่าระดับที่ได้จากการใช้วิธีหาค่าระดับจากค่าพ้องกันของห้องปฏิบัติการที่มีความชำนาญ โดยคัดเลือกห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมโปรแกรมทดสอบความชำนาญและมีค่าการทดสอบในรายการ

ทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยางผ่านเกณฑ์ไม่น้อยกว่า 4 ครั้ง จำนวน 10 ห้องปฏิบัติการ และส่งวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้ ให้ห้องปฏิบัติการที่ได้รับการคัดเลือก ดำเนินการทดสอบ ได้ผลเฉลี่ยดังตารางที่ 41

ตารางที่ 41 ผลเฉลี่ยปริมาณสิ่งสกปรกในวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้ที่ระดับต่างๆ จากห้องปฏิบัติการจำนวน 10 ห้องปฏิบัติการ

ห้องปฏิบัติการที่	ค่าเฉลี่ยของปริมาณสิ่งสกปรก (ร้อยละโดยน้ำหนัก) ของวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลีออย ที่ระดับ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)		
	0.03	0.10	0.20
1	0.034	0.087	0.166
2	0.036	0.104	0.175
3	0.033	0.089	0.175
4	0.033	0.092	0.176
5	0.041	0.092	0.181
6	0.029	0.088	0.175
7	0.040	0.097	0.184
8	0.030	0.083	0.161
9	0.033	0.092	0.176
10	0.032	0.082	0.181

นำข้อมูลในตารางที่ 41 มาประเมินหาค่าเฉลี่ยและค่าระดับจากค่าเฉลี่ยโรบัสต์ (Robust mean, x^*) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ (Robust standard deviation, s^*) โดยมีขั้นตอนการคำนวณ ค่า x^* และ s^* ดังนี้

- เรียงลำดับข้อมูลจากน้อยไปหามาก เป็นค่า x_i
- คำนวณค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
- คำนวณค่ามัธยฐาน (median) ของชุดข้อมูลครั้งที่ 1 เป็นค่า New x^*
- คำนวณค่าแตกต่างระหว่างค่า x_i แต่ละค่า กับค่า New x^* โดยไม่คิดเครื่องหมาย
- คำนวณค่า New s^* ครั้งที่ 1 = $1.483 \times \text{median}$ (ค่าต่างจากข้อ 4)
- คำนวณ δ (δ) = $1.5 \times \text{New } s^*$
- ตรวจสอบข้อมูล x_i โดยข้อมูลที่มีค่าน้อยกว่า New $x^* - \delta$ ให้แทน x_i ด้วย $x^* - \delta$ และข้อมูลที่มีค่ามากกว่า New $x^* + \delta$ ให้แทน x_i ด้วย $x^* + \delta$
- คำนวณค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของชุดข้อมูลใหม่
- คำนวณค่า New x^* ครั้งที่ 2 = $\sum x_i / p$, (p คือ จำนวนข้อมูล)

10) คำนวณค่า New s^* ครั้งที่ 2 = $1.134 \times$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน จากข้อ (9)

11) ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ (7) ถึงข้อ 11 จนกระทั่งค่า New x^* และ New s^* จะ ได้ค่าเท่ากับรอบก่อนหน้า จึงหยุด

ผลจากการคำนวณได้ค่าเฉลี่ยและให้ค่าระดับของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม ดังนี้

1) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.03 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่าเฉลี่ย ร้อยละ 0.034 โดยน้ำหนัก ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ร้อยละ 0.004 โดยน้ำหนัก และให้ค่าระดับจากค่าเฉลี่ยโรบัสต์ robust mean (according to ISO 13528) คือ ร้อยละ 0.034 โดยน้ำหนัก ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ ร้อยละ 0.003 โดยน้ำหนัก

2) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.10 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่าเฉลี่ย ร้อยละ 0.09 โดยน้ำหนัก ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ร้อยละ 0.007 โดยน้ำหนัก และให้ค่าระดับจากค่าเฉลี่ยโรบัสต์ robust mean (according to ISO 13528) ร้อยละ 0.090 โดยน้ำหนัก ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ 0.006 โดยน้ำหนัก

3) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่าเฉลี่ย ร้อยละ 0.175 โดยน้ำหนัก ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ร้อยละ 0.007 โดยน้ำหนัก และให้ค่าระดับจากค่าเฉลี่ยโรบัสต์ robust mean (according to ISO 13528) ร้อยละ 0.175 โดยน้ำหนัก ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ 0.007 โดยน้ำหนัก

4. การศึกษาความเสถียรของตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรกในยางจากการทดสอบความเสถียรที่เวลาต่างๆ กัน ได้แก่ 0, 15, 30, 45, 60, 75 และ 90 วัน ได้ผลตามตารางที่ 42

ตารางที่ 42 ผลการทดสอบความเสถียรที่เวลาต่างๆ กัน

เวลา (วัน)	ปริมาณสิ่งสกปรก (ร้อยละโดยน้ำหนัก) ของวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)								
	0.03			0.10			0.20		
0 (21/3/61)	0.034	0.036	0.034	0.095	0.093	0.091	0.178	0.181	0.179
15 (5/4/61)	0.032	0.032	0.033	0.082	0.081	0.085	0.179	0.182	0.181
30 (20/4/61)	0.028	0.029	0.029	0.086	0.086	0.085	0.181	0.178	0.180

45 (5/5/61)	0.035	0.036	0.036	0.094	0.090	0.092	0.177	0.178	0.179
60 (21/5/61)	0.031	0.031	0.032	0.08	0.86	0.085	0.174	0.183	0.176
75 (4/6/61)	0.034	0.031	0.035	0.09	0.096	0.092	0.183	0.174	0.175
90 (19/6/61)	0.033	0.035	0.033	0.088	0.089	0.088	0.179	0.181	0.179

นำผลจากตารางที่ 42 มาวิเคราะห์ทางสถิติ หากผลการทดสอบอยู่ในช่วง mean \pm 2SD ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน ถือว่าปริมาณสิ่งสกปรกในยางมีค่าเสถียร ผลจากการประเมินความเสถียร พบว่า

1) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.03 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ผลการทดสอบที่ได้อยู่ในช่วง 0.030 - 0.038 ซึ่งอยู่ในช่วง mean \pm 2SD ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน คือ 0.034 ± 0.004

2) ตัวอย่างอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.10 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ผลการทดสอบที่ได้อยู่ในช่วง 0.086 - 0.098 ซึ่งอยู่ในช่วง mean \pm 2SD ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน คือ 0.092 ± 0.006

3) ตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมซีลี้อยู่ที่ระดับ 0.20 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ผลการทดสอบที่ได้อยู่ในช่วง 0.172 - 0.184 ซึ่งอยู่ในช่วง mean \pm 2SD ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน คือ 0.178 ± 0.006

ยกเว้น ผลการทดสอบที่ 15 วัน ของวัสดุอ้างอิงภายใน ที่ระดับ 0.1 กรัมต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ผลการทดสอบที่ 30 วัน ของวัสดุอ้างอิงภายใน ที่ระดับ 0.03 กรัมต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม และผลการทดสอบที่ 60 วัน ของวัสดุอ้างอิงภายใน ที่ระดับ 0.1 กรัมต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม ไม่อยู่ในเกณฑ์ ซึ่งอาจเป็นสาเหตุจากการเปลี่ยนแปลงผู้ปฏิบัติการทดสอบหรือเครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ แต่เมื่อพิจารณาผลการทดสอบ ที่ 75 และ 90 วัน ผลการทดสอบไม่เกินช่วง mean \pm 2SD จึงสรุปได้ว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรกมีความเสถียร

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

1. วิธีการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรก ได้มาจากการการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานซีลี้อยู่ โดยการนำน้ำยางที่ผ่านการกรอง มาจับตัวเนื้ออย่างด้วยกรดฟอร์มิค และอบแห้งก่อนนำยางแห้งที่ได้ไป บดให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยผ่านเครื่องบดผสมยางจำนวน 6 ครั้ง แล้วนำยางธรรมชาติมาผสมกับวัสดุมาตรฐานซีลี้อยู่ที่ผ่านการคัดขนาด 100-200 ไมครอน ปริมาณ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัมต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม จำนวน 50 ครั้ง ด้วยความเร็วรอบในอัตราส่วน 1 : 1.38 (ลูกกลิ้งหน้า : ลูกกลิ้งหลัง) โดยการบดอย่างครั้งที่ 1 - 8 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.0 มิลลิเมตร แล้วนำมาผสมวัสดุมาตรฐาน ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อ น้ำหนักยาง 100 กรัม แล้วบดต่อในครั้งที่ 9 - 48 และทำการบดต่อในครั้งที่ 49 - 50 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.65 มิลลิเมตร

2. วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรกจากการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานซีลียอย ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีความเป็นเนื้อเดียวกัน จากการประเมินด้วยสถิติ ตาม ISO 13528 และสถิติ ANOVA และมีความเสถียรภายในระยะเวลา 90 วัน จากการประเมินปริมาณสิ่งสกปรกที่อยู่ในยางมีค่าไม่เกิน $\text{mean} \pm 2\text{SD}$ ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

กรมวิชาการเกษตร

การทดลองที่ 4

การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้า

Internal Reference Material Preparation for Determination of Ash Content

อิชยานัท แก้วประดับ ปฏิมาภรณ์ สังข์น้อย พรทิพย์ ประกายมณีวงศ์ จรัสศรี พันธุ์ไม้ และสุรชัย ศิริพัฒน์

Isayanut kaewpradub, Patimaphon sangnoi,

Porntip Prakaimaneewong, Jarassri Phanmai and Surachai Siripat

คำสำคัญ (keywords) : วัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติ (Internal Reference Material) ความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ความเสถียร (Stability) ปริมาณเถ้า (Ash Content)

บทคัดย่อ

การประกันคุณภาพมีความสำคัญสำหรับการวิเคราะห์ทดสอบในห้องปฏิบัติการ วัสดุอ้างอิงภายในเป็นวัสดุประเภทหนึ่งที่น่ามาใช้ในกระบวนการวัดเพื่อใช้ในการประกันคุณภาพทำให้ผลวิเคราะห์เป็นที่น่าเชื่อถือ ดังนั้น การศึกษาการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้าเพื่อนำมาใช้ในห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ จึงเป็นแนวทางที่จะช่วยเพิ่มความน่าเชื่อถือให้ห้องปฏิบัติการ โดยการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้าจากการผสมวัสดุมาตรฐาน 3 ชนิด คือ สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และแคลเซียมคาร์บอเนต ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม พบว่า ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มีค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับ และนำมาประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันและความเสถียร ที่เวลา 15, 60, 75, 90, 150, 180, 210 และ 240 วัน พบว่าที่ระดับ 0.4 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีความเสถียรตลอดระยะเวลา 240 วัน จึงเป็นระดับที่เหมาะสมที่จะนำไปใช้เตรียมเป็นวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบปริมาณเถ้า จากการส่งตัวอย่างยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม ให้ห้องปฏิบัติการ จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการทดสอบ ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละ เท่ากับ ร้อยละ 0.272, 0.466 และ 0.661 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งสามารถนำค่าเฉลี่ยร้อยละมาใช้เป็นค่าระดับ (Assigned value) ในการประเมินผลค่าผลทดสอบจากห้องปฏิบัติการได้ และห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่มีความประสงค์ต้องการใช้วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับใช้ในการควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการ

Abstract

Quality assurance is important for any analysis and testing in laboratory. Internal reference material is a type of material that is used in the measurement process for quality

assurance purposes. This research focuses on the preparation of internal reference material for determination of ash content in order to be used in the Standard Thai Rubber Laboratory, therefore increasing the laboratory's reliability. Internal reference material for the determination of ash content was prepared by mixing natural rubber with three standard materials, including magnesium oxide, calcium oxide and calcium carbonate; it's called compound. Each compound has standard material at the level of 0.2, 0.4 and 0.6 part per hundred of rubber (phr). It was found that the compound of natural rubber with magnesium oxide had the mean recovery within the acceptance range. The homogeneity and stability were assessed at 15, 60, 75, 90, 150, 180, 210 and 240 days. It was found that the compound of natural rubber with magnesium oxide at 0.4 phr was stable over 240 days period and suitable to be used as an internal reference material for ash determination. From submission of natural rubber mixed with magnesium oxide standard material samples at levels 0.2, 0.4 and 0.6 phr to 16 laboratories, the Robust mean was 0.272, 0.466 and 0.661 as percentage of ash content by weight respectively. The mean Robust was used as the Assigned value in the evaluation of test results from laboratories and the most laboratories would like to use this internal reference material for quality control purposes in laboratories.

บทนำ

วัสดุอ้างอิงภายใน หมายถึง วัสดุหรือสารที่มีสมบัติอย่างใดอย่างหนึ่งหรือหลายอย่างในห้องปฏิบัติการ พัฒนาขึ้นเพื่อนำมาใช้ประโยชน์ในห้องปฏิบัติการ ซึ่งมีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีความเสถียร และผ่านการจัดเตรียมมาอย่างดีสำหรับใช้ในการสอบเทียบอุปกรณ์ ใช้ในการประเมินวิธี หรือใช้ในการกำหนดค่าให้กับวัสดุอื่น (วรางคณา, 2551) ซึ่งถือว่าเป็นองค์ความรู้และวิธีการที่จะช่วยเพิ่มความน่าเชื่อถือให้กับการวิเคราะห์ ทดสอบในห้องปฏิบัติการ ปัจจุบันห้องปฏิบัติการยางแห่งประเทศไทยและเอกชนที่ได้รับใบอนุญาตเป็นผู้จัดให้มีการวิเคราะห์หรือการทดสอบคุณภาพยางตามพระราชบัญญัติควบคุมยาง พ.ศ. 2542 จากกองการยาง กรมวิชาการ เกษตร ทำหน้าที่วิเคราะห์ ทดสอบ และออกใบรับรองคุณภาพยางแห่งประเทศไทยเพื่อการส่งออก โดยมีขีดจำกัดสมบัติต่างๆ ของยางแห่งประเทศไทย ตามประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่องการกำหนดมาตรฐานยาง และวิธีการมัตยางและการบรรจุหีบห่อเพื่อการส่งออก ได้แก่ ปริมาณสิ่งสกปรก ปริมาณเถ้า ปริมาณสิ่งระเหย ปริมาณไนโตรเจน ความอ่อนตัวเริ่มแรก ดัชนีความอ่อนตัว สี และความหนืด ซึ่งถือว่าภารกิจดังกล่าวของห้องปฏิบัติการมีส่วนสำคัญในการช่วยส่งเสริมผลักดันการส่งออกยางแห่งประเทศไทยที่มีคุณภาพไปยังประเทศคู่ค้า

สำหรับการทดสอบปริมาณเถ้า ซึ่งเป็นหนึ่งในปัจจัยด้านคุณภาพที่ถูกกำหนดให้ต้องมีการทดสอบคุณภาพก่อนการส่งออกยางแห่งประเทศไทยนั้น แสดงถึงปริมาณสารอนินทรีย์ที่มีอยู่ในยางหลังจากที่เฝ้าสารอินทรีย์หมดแล้ว ประกอบด้วย เกลืออนินทรีย์ (Inorganic salt) ประเภทคาร์บอเนต ออกไซด์ และฟอสเฟตของโพแทสเซียม แมกนีเซียม แคลเซียม โซเดียม และแร่ธาตุอื่นๆ นอกจากนี้ เถ้าอาจเป็นพวกซิลิกา หรือซิลิเกต ที่มีอยู่ในยางเอง

หรือปะปนมาจากภายนอก ซึ่งปริมาณเก่าเป็นตัวบ่งชี้ปริมาณแร่ธาตุที่มีอยู่ในยางดิบและเป็นการบ่งชี้ของการเติมสารตัวเติม (Filler) ลงไปในยางธรรมชาติ (กองการยาง, 2561) ดังนั้นการผลิตหรือนำวัสดุอ้างอิงภายในมาใช้ในห้องปฏิบัติการจึงเป็นอีกแนวทางหนึ่งที่จะช่วยเพิ่มความน่าเชื่อถือให้กับการวิเคราะห์ ทดสอบในห้องปฏิบัติการ ช่วยลดเวลา ค่าใช้จ่ายในการตรวจสอบซ้ำ ทำให้เกิดความมั่นใจกับทั้งผู้วิเคราะห์ และผู้มาใช้บริการซึ่งจะส่งผลต่อเนื่องไปยังการนำผลวิเคราะห์ไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ วัสดุอ้างอิงภายในจึงมีความสำคัญในการประกันคุณภาพ และยังเป็นแนวทางเพื่อยกระดับมาตรฐานห้องปฏิบัติการ ให้เป็นที่ยอมรับในระดับสากลนำไปสู่การได้รับการรับรองตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025 และเป็นที่ยอมรับจากประเทศคู่ค้าต่อไป

ระเบียบวิธีการวิจัย

การทดลองนี้ศึกษาวิธีผลิตวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติสำหรับการหาปริมาณเก่า ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม โดยใช้วัสดุมาตรฐาน 3 ชนิด ได้แก่ สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และแคลเซียมคาร์บอเนต (Calcium carbonate, CaCO_3) เป็นวัสดุแทนเก่าผสมกับยางธรรมชาติ

สถานที่ทำการวิจัย ศูนย์ควบคุมยางสงขลา

ระยะเวลาดำเนินงาน ตุลาคม 2561 - กันยายน 2563

อุปกรณ์และสารเคมี

1. น้ำยางสด
2. สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์
3. แคลเซียมออกไซด์
4. แคลเซียมคาร์บอเนต
5. กรดฟอร์มิก
6. ตัวกรองน้ำยางสด
7. ตู้อบ
8. เครื่องบดผสมยาง
9. กล่องพลาสติกสำหรับบรรจุตัวอย่างยาง
10. กรรไกรตัดยาง
11. เครื่องชั่งน้ำหนัก
12. ถ้วยทนความร้อน
13. กระดาษกรองชนิดไร้เถ้า
14. เครื่องวัดอุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์
15. เต้าเผาอุณหภูมิสูง

16. คีม
17. โถดูดความชื้น
18. กล้องกระดาษสำหรับบรรจุตัวอย่างส่งให้ห้องปฏิบัติการภายนอก

วิธีการดำเนินการ

1. การทดสอบขีดจำกัดในการตรวจพบ (Limit of Detection, LOD) และขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantitation, LOQ) ของวิธีการทดสอบปริมาณเก่า (ASTM D1278-91a, 2015) โดยใช้ยางสังเคราะห์ไฮโซพรีนทำหน้าที่แบลนค์ ทดสอบ 10 ซ้ำ และวิเคราะห์ผลทางสถิติ

2. ศึกษาการเตรียมตัวอย่าง โดยการนำยางธรรมชาติและวัสดุขนาดมาตรฐานมาบดผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

2.1 การเตรียมตัวอย่าง

2.1.1 เตรียมน้ำยางข้นซึ่งผ่านการตกตะกอนแมกนีเซียมโดยการวางทิ้งไว้ ไม่น้อยกว่า 30 วัน

2.1.2 นำน้ำยางข้นมาเข้าเครื่องปั่นเหวี่ยง โดยบรรจุใส่หลอดปั่น ประมาณ 40 กรัมต่อหลอด แล้วนำไปเข้าเครื่องปั่นเหวี่ยง ที่ความเร็วรอบ 22,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที

2.1.3 นำน้ำยางข้นมาจับตัวด้วยกรดอะซิติก ความเข้มข้น ร้อยละ 6 โดยปริมาตร โดยตักน้ำยางข้น ประมาณ 10 กรัม ต่อ 1 จาน

2.1.4 นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส จนกระทั่งไม่มีจุดขาวบนแผ่นยาง

2.1.5 นำมาบดเตรียมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้ง 1.60 มิลลิเมตร จำนวน 50 ครั้ง

2.1.6 นำมาบดที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้ง 1.65 มิลลิเมตร จำนวน 6 ครั้ง โดยยางที่ผ่านลูกกลิ้งออกมาแต่ละครั้งม้วนเป็นรูปทรงกระบอกแล้วใส่ปลายข้างหนึ่งเข้าเครื่องในการบดครั้งต่อไป หลังจากการบดครั้งที่ 5 ให้พับยาง แล้วใส่ยางผ่านเครื่องบดตามแนวยาว (SMR Bulletin No.7, 1995)

2.2 ทดสอบปริมาณเก่า (ASTM D1278-91a, 2015) ก่อนการเติมวัสดุแทนเก่าและทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

2.3 การเตรียมตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายใน โดยผสมยางกับวัสดุแทนเก่าที่ชนิดและปริมาณต่างๆ ด้วยเครื่องบดผสมยาง แล้วรีดเป็นแผ่นยาง ทดสอบปริมาณเก่าตัวอย่างละ จำนวน 3 ซ้ำ ประกอบด้วย

ปัจจัยที่ 1 ชนิดของวัสดุมาตรฐาน มี 3 ชนิด

- 1) สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์
- 2) แคลเซียมออกไซด์
- 3) แคลเซียมคาร์บอเนต

ปัจจัยที่ 2 ปริมาณของวัสดุมาตรฐาน มี 3 ระดับ

- 1) 0.2 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม
- 2) 0.4 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

3) 0.6 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

2.4 นำชิ้นยางที่ผ่านการบดผสมวัสดุมาตรฐานและรีดเป็นแผ่นแล้วมากำหนดตำแหน่งหมายเลขตัวอย่าง และตัดตัวอย่างขนาด 10 กรัม โดยเรียงตามลำดับตำแหน่งที่ให้ไว้และบรรจุยางในถุงออลูมิเนียมฟอยล์พร้อมปิดถุงแบบสุญญากาศ

3. การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

นำตัวอย่างชิ้นยางที่มีเลขคู่ทดสอบหาปริมาณเถ้าในยาง โดยนำผลการทดสอบที่ได้ไปวิเคราะห์ทางสถิติ เพื่อประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันและให้ค่าระดับ (Assigned value) ของปริมาณเถ้าในยางโดยใช้วิธีหาค่าระดับจากค่าพ้องกันของห้องปฏิบัติการที่มีความชำนาญ โดยคัดเลือกห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมโปรแกรมทดสอบความชำนาญและมีค่าการทดสอบในรายการทดสอบปริมาณเถ้าในยางผ่านเกณฑ์ไม่น้อยกว่า 4 ครั้ง จำนวนอย่างน้อย 10 ห้องปฏิบัติการ และทำการส่งชิ้นตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการที่ได้รับคัดเลือกทดสอบหาปริมาณเถ้าในยางก่อนนำผลมาประเมินต่อไป

4. การศึกษาความเสถียรของปริมาณเถ้า

นำชิ้นยางที่มีตัวอย่างเลขคู่ เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องมาทดสอบปริมาณเถ้าในยางที่เวลา 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 120, 150, 180, 210 และ 240 วัน วันละ 3 ซ้ำ หลังการเตรียมตัวอย่าง และทำการวิเคราะห์ผลทางสถิติ หากอยู่ในช่วง $\text{mean} \pm 2\text{SD}$ ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันถือว่าปริมาณเถ้าในยางมีค่าเสถียร

5. ส่งตัวอย่างยางที่เตรียมได้ด้วยวิธีการที่เหมาะสมให้ห้องปฏิบัติการอื่นๆ ทดสอบ โดยคัดเลือกจากห้องปฏิบัติการที่ได้รับใบอนุญาตเป็นผู้จัดให้มีการวิเคราะห์หรือการทดสอบคุณภาพยางจากกองการยาง กรมวิชาการเกษตร จำนวน 80 ห้องปฏิบัติการ

6. ประเมินผลค่าผลการทดสอบปริมาณเถ้าที่ได้จากห้องปฏิบัติการทั้งหมด 80 ห้องปฏิบัติการ และประเมินผลความพึงพอใจจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้า

7. สรุปผลการประเมินความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบปริมาณเถ้าในยาง

ผลการทดลองและอภิปราย

1. การทดสอบขีดจำกัดในการตรวจพบ (Limit of Detection, LOD) และขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantitation, LOQ) ของวิธีการทดสอบปริมาณเถ้า (ASTM D1278-91a, 2015) โดยใช้ยางสังเคราะห์ไอโซพรีนทำหน้าที่แบลนด์ ทดสอบ 10 ซ้ำ และวิเคราะห์ผลทางสถิติ

เตรียมยางสังเคราะห์ไอโซพรีน และยางธรรมชาติที่เตรียมจากน้ำยางสดเพื่อหาค่า LOD และ LOQ พบว่า ผลการทดสอบที่ได้ จำนวน 10 ซ้ำ มีค่าปริมาณเถ้าสูง ซึ่งอาจเกิดจากโครงสร้างของยางสังเคราะห์ และในน้ำยางธรรมชาติ มีธาตุอาหารเป็นองค์ประกอบนำไปสู่ปริมาณเถ้าที่สูง แต่เพื่อต้องการยางที่มีปริมาณเถ้าต่ำ (Sample blank) เพื่อนำมาทดสอบค่า LOD และ LOQ ดังนั้น จึงได้เตรียมยางธรรมชาติจากน้ำยางชั้นซึ่งผ่านการตกตะกอนแมกนีเซียมโดยการวางทิ้งไว้ ไม่น้อยกว่า 30 วัน และนำน้ำยางชั้นบรรจุใส่หลอดปั่น ประมาณ 40 กรัม

ต่อหลอด นำมาเข้าเครื่องปั่นเหวี่ยง ที่ความเร็วรอบ 22,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที แล้วนำยางชั้น ประมาณ 10 กรัมต่อ 1 จาน มาเจือจางด้วยน้ำกลั่น ประมาณ 10 มิลลิลิตร และนำมาจับตัวด้วยกรดอะซิติก ความเข้มข้น ร้อยละ 6 โดยปริมาตร และวางจานบนอ่างไอน้ำ เป็นเวลาประมาณ 10 – 15 นาที จนได้เซรุ่มใสจึง รวบรวมยางที่จับตัวทั้งหมดเข้าด้วยกันและล้างด้วยน้ำก่อนนำยางไปบดให้เป็นแผ่น มีความหนาสม่ำเสมอ ไม่เกิน 2 มิลลิเมตร และนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส จนกระทั่งไม่มีจุดขาวบนแผ่นยาง แล้วนำมาบดเตรียมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง จำนวน 50 ครั้ง และสุมตัวอย่างจำนวน 10 ซ้ำ เพื่อนำมาหาค่า LOD และ LOQ พบว่า ได้ค่าปริมาณแก้ว คิดเป็นค่าเฉลี่ย ร้อยละ 0.0432 โดยน้ำหนัก ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ร้อยละ 0.0032 โดยน้ำหนัก ค่า LOD ร้อยละ 0.0095 โดยน้ำหนัก และค่า LOQ ร้อยละ 0.0318 โดยน้ำหนัก ดังนั้น จึง ได้ใช้น้ำยางชั้นแทนน้ำยางสดในการเตรียมตัวอย่าง สำหรับการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุขนาดมาตรฐาน

2. ศึกษาการเตรียมตัวอย่าง โดยการนำยางธรรมชาติและวัสดุขนาดมาตรฐานมาบดผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

2.1 เตรียมยางธรรมชาติที่ไม่ผสมวัสดุมาตรฐานโดยปริมาณแก้วของยางธรรมชาติที่ไม่ผสมวัสดุมาตรฐาน ได้มาจากการเตรียมน้ำยางชั้นที่ผ่านการตกตะกอนแมกนีเซียม แล้วนำมาเข้าเครื่องปั่นเหวี่ยง จับตัวเนื้อยางด้วยกรดอะซิติก ก่อนนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และนำมาบดเตรียมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง ด้วยความเร็วรอบในอัตราส่วน 1 : 1.14 (ลูกกลิ้งหน้า : ลูกกลิ้งหลัง) ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.60 มิลลิเมตร จำนวน 50 ครั้ง และนำมาบดให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง ด้วยความเร็วรอบในอัตราส่วน 1 : 1.35 (ลูกกลิ้งหน้า : ลูกกลิ้งหลัง) ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.65 มิลลิเมตร จำนวน 6 ครั้ง แล้วสุมตัวอย่างเพื่อทดสอบปริมาณแก้ว จำนวน 7 ซ้ำ และเตรียมยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน โดยนำยางธรรมชาติที่ผ่านการบดเตรียมให้เป็นเนื้อเดียวกันแล้วมาทำการบด จำนวน 50 ครั้ง ด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง ด้วยความเร็วรอบในอัตราส่วน 1 : 1.38 (ลูกกลิ้งหน้า : ลูกกลิ้งหลัง) โดยการบดอย่างครั้งที่ 1 – 8 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.0 มิลลิเมตร แล้วนำมาผสมวัสดุมาตรฐาน 3 ชนิด คือ แคลเซียมออกไซด์ แคลเซียมคาร์บอเนต และสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม นำมาบดต่อในครั้งที่ 9 – 48 และทำการบดต่อในครั้งที่ 49 – 50 ที่ระยะห่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.65 มิลลิเมตร

2.2 พิจารณาผลการทดสอบปริมาณแก้วของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน และค่าร้อยละการคืนกลับ (%Recovery) จากสูตร ดังนี้

$$\text{ค่าร้อยละการคืนกลับ (\%Recovery)} = \frac{(\text{ปริมาณแก้วจากตัวอย่างที่ผสมวัสดุมาตรฐาน} - \text{ปริมาณแก้วจากตัวอย่างที่ไม่ผสมวัสดุมาตรฐาน}) \times 100}{\text{ปริมาณวัสดุมาตรฐานที่ผสมเข้าไป}}$$

ได้ค่าเฉลี่ยปริมาณแก้วของยางธรรมชาติที่ไม่ผสมวัสดุมาตรฐานสำหรับการผสมวัสดุมาตรฐาน แคลเซียมออกไซด์ และค่าเฉลี่ยปริมาณแก้วของยางธรรมชาติที่ไม่ผสมวัสดุมาตรฐานสำหรับการผสมวัสดุมาตรฐาน แคลเซียมคาร์บอเนตและสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ มีค่าร้อยละ 0.0525 และ 0.0603 โดยน้ำหนักตามลำดับ จึงนำค่าดังกล่าวมาใช้ในการคำนวณค่าร้อยละการคืนกลับ โดยได้ค่าปริมาณแก้วของยางธรรมชาติผสม

วัสดุมาตรฐาน ร้อยละการคืนกลับของปริมาณเก่า ค่าเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ที่แปรปริมาณตามระดับการผสมวัสดุมาตรฐานกับยางธรรมชาติ ตามตารางที่ 43 พบว่า ค่าปริมาณเก่าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานแคลเซียมออกไซด์ มีค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ 149.58, 150.46 และ 153.92 ตามลำดับ ค่าปริมาณเก่าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานแคลเซียมคาร์บอเนต มีค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ 92.52, 92.59 และ 94.12 ตามลำดับ และค่าปริมาณเก่าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ มีค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ 104.85, 93.68 และ 93.01 ตามลำดับ โดยเมื่อนำค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับของยางธรรมชาติผสมกับวัสดุมาตรฐานมาพิจารณาประกอบกับเกณฑ์การยอมรับค่าร้อยละการคืนกลับ ซึ่งควรอยู่ระหว่าง 95 – 105 (AOAC International, 2016) พบว่า ค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับของยางธรรมชาติผสมกับวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มีค่าใกล้เคียงกับช่วงเกณฑ์การยอมรับมากกว่าค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับของยางธรรมชาติผสมกับวัสดุมาตรฐานแคลเซียมออกไซด์ และแคลเซียมคาร์บอเนต โดยอาจเกิดจากสารประกอบแคลเซียมที่เผาไหม้ไม่หมดทำให้เหลือเป็นปริมาณเก่าของของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานมากกว่าเดิม หรืออาจเกิดจากการดูดความชื้นเพิ่ม ทำให้มีค่าปริมาณเก่าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานน้อยกว่าเดิม ดังนั้นจึงเลือกวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มาใช้สำหรับพัฒนาวิธีการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในเพื่อนำไปทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและความเสถียร

ตารางที่ 43 ค่าปริมาณเก่าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน ร้อยละการคืนกลับของปริมาณเก่า ค่าเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ที่แปรปริมาณตามระดับการผสมวัสดุมาตรฐานกับยางธรรมชาติ

ชนิดของวัสดุมาตรฐาน	ระดับของวัสดุมาตรฐานผสมกับยางธรรมชาติ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)	ปริมาณเก่าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)					ร้อยละการคืนกลับ				
		ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ค่าเฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD)	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ค่าเฉลี่ย	
											ซ้ำที่ 1
แคลเซียมออกไซด์	0.2	0.356	0.349	0.350	0.352	0.0038	151.75	148.25	148.75	149.58	
	0.4	0.647	0.659	0.657	0.653	0.0064	148.63	151.63	151.13	150.46	
	0.6	0.983	0.967	0.978	0.976	0.0082	155.08	152.42	154.25	153.92	
แคลเซียมคาร์บอเนต	0.2	0.252	0.246	0.238	0.245	0.0070	95.85	92.85	88.85	92.52	
	0.4	0.430	0.433	0.429	0.431	0.0021	92.43	93.18	92.18	92.59	
	0.6	0.620	0.627	0.625	0.625	0.0044	93.28	94.45	94.62	94.12	
สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์	0.2	0.272	0.271	0.267	0.270	0.0026	105.85	105.35	103.35	104.85	
	0.4	0.445	0.430	0.430	0.438	0.0087	96.18	92.43	92.43	93.68	
	0.6	0.619	0.615	0.621	0.618	0.0031	93.12	92.45	93.45	93.01	

2.3 ได้มีการพัฒนาวิธีการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่แปรปริมาณเป็น 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม เพื่อให้ค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับ โดยในขั้นตอนการบดเตรียมยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน จำนวน 50 ครั้งด้วยความเร็วรอบในอัตราส่วน 1 : 1.38 (ลูกกลิ้งหน้า : ลูกกลิ้งหลัง) โดยการบดอย่างครั้งที่ 1 – 8 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.0 มิลลิเมตร แล้วนำมาผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม แล้วบดต่อในครั้งที่ 9 – 48 และทำการบดต่อในครั้งที่ 49 – 50 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.65 มิลลิเมตร นั้น จะทำการบดอย่างให้เป็นแผ่นโดยให้พันรอบลูกกลิ้ง แล้วค่อยๆ ใส่วัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ลงไปผสมกับยาง โดยมีแผ่นพลาสติกกรองรับวัสดุมาตรฐานที่อาจร่วงหล่นระหว่างขั้นตอนการบดผสม และนำวัสดุมาตรฐานที่หล่นบนแผ่นพลาสติกมาผสมกับยางจนไม่มีวัสดุมาตรฐานหล่นตกค้างอยู่บนแผ่นพลาสติก ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ 101.68, 103.87 และ 103.52 ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับ ซึ่งควรอยู่ระหว่าง 95 – 105 (AOAC International, 2016) ตามตารางที่ 44 ดังนั้น จึงเลือกวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์เพื่อนำมาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

ตารางที่ 44 ผลการทดสอบปริมาณแก้ว และค่าร้อยละการคืนกลับของวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่แปรปริมาณเป็น 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

ระดับของวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ผสมกับยางธรรมชาติ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)	ปริมาณแก้วของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)					ร้อยละการคืนกลับ			
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ค่าเฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD)	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 3	ค่าเฉลี่ย
0.2	0.262	0.268	0.267	0.266	0.0032	99.85	102.85	102.35	101.68
0.4	0.481	0.471	0.472	0.476	0.0055	105.45	102.95	103.20	103.87
0.6	0.665	0.679	0.697	0.680	0.0160	100.97	103.30	106.30	103.52

3. การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

สุ่มตัวอย่างจากยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม จากตัวอย่างเลขคู่ ระดับละ 10 ตัวอย่าง มาทดสอบหาปริมาณแก้ว จำนวน 2 ซ้ำ ต่อ 1 ตัวอย่าง (ดังตารางที่ 45) เพื่อนำมาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับต่างๆ โดยพิจารณาจาก 2 หลักเกณฑ์ ได้แก่ การใช้ข้อมูลจากโปรแกรมการทดสอบความชำนาญจากกรมวิทยาศาสตร์บริการ และคำนวณทางสถิติตาม ISO 13528 (2015)

ตารางที่ 45 ค่าปริมาณเข้าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับต่างๆ

ตัวอย่าง	ปริมาณเข้าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ (ร้อยละ โดยน้ำหนัก) ที่ระดับ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)					
	0.2		0.4		0.6	
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2
1	0.272	0.276	0.476	0.469	0.660	0.655
2	0.270	0.267	0.467	0.450	0.653	0.656
3	0.278	0.280	0.486	0.490	0.654	0.660
4	0.280	0.282	0.479	0.478	0.664	0.665
5	0.282	0.277	0.475	0.483	0.665	0.666
6	0.276	0.284	0.466	0.476	0.666	0.677
7	0.277	0.278	0.484	0.490	0.671	0.672
8	0.280	0.284	0.484	0.484	0.679	0.672
9	0.284	0.278	0.483	0.467	0.671	0.670
10	0.280	0.274	0.469	0.484	0.666	0.664
ค่าเฉลี่ย	0.278		0.477		0.665	
ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน (SD)	0.0046		0.0099		0.0074	

3.1 การใช้ข้อมูลจากโปรแกรมการทดสอบความชำนาญจากกรมวิทยาศาสตร์บริการ โดยการนำค่าเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม (ดังตารางที่ 45) มาพิจารณาพร้อมกับค่าปริมาณเข้า (Assigned value, X_{pt}) และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (Standard deviation for Proficiency assessment, σ_{pt}) จากรายงานผลสำหรับโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 1/2560 – 2/2562 (ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, 2560ก, ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, 2560ข, ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, 2561ก, ศูนย์

บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, 2561ข, ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, 2562ก และศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, 2562ข) ซึ่งจัดโดยกรมวิทยาศาสตร์บริการ จำนวน 6 ครั้ง (ดังตารางที่ 46) โดยถ้าค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มีค่าน้อยกว่า 0.3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ แสดงว่ายางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานมีความเป็นเนื้อเดียวกัน

ตารางที่ 46 ค่าปริมาณแก้ว และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญจากรายงานผลสำหรับโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ

การทดสอบความชำนาญ	ปริมาณแก้ว (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
	Assigned value, X_{pt}	ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการ ทดสอบความชำนาญ (σ_{pt})
PTCH-BR01-1701	0.287	0.029
PTCH-BR01-1702	0.466	0.047
PTCH-BR01-1801	0.392	0.039
PTCH-BR01-1802	0.421	0.042
PTCH-BR01-1901	0.313	0.031
PTCH-BR01-1902	0.357	0.036

- หมายเหตุ :
1. PTCH-BR01-1701 คือการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 1 ประจำปี พ.ศ. 2560 (ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 2560ก)
 2. PTCH-BR01-1702 คือการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 2 ประจำปี พ.ศ. 2560 (ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 2560ข)
 3. PTCH-BR01-1801 คือการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 1 ประจำปี พ.ศ. 2561 (ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 2561ก)
 4. PTCH-BR01-1802 คือการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 2 ประจำปี พ.ศ. 2561 (ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 2561ข)
 5. PTCH-BR01-1901 คือการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 1 ประจำปี พ.ศ. 2562 (ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 2562ก)
 6. PTCH-BR01-1902 คือการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 2 ประจำปี พ.ศ. 2562 (ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ, กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 2562ข)

เมื่อนำค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มาเปรียบเทียบกับข้อมูลจากโปรแกรมการทดสอบความชำนาญครั้งที่ 1/2560 – 2/2562 จำนวน 6 ครั้ง โดยใช้เกณฑ์ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่เตรียมได้ มีค่าน้อยกว่า 0.3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (σ_{pt}) ที่ระดับปริมาณเก้าอี้ใกล้เคียงกัน ดังตารางที่ 47

ตารางที่ 47 เปรียบเทียบค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม กับค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (σ_{pt}) ที่ระดับปริมาณเก้าอี้ใกล้เคียงกัน

ตัวอย่าง/การทดสอบความชำนาญ	ปริมาณเก้าอี้ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)		ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (σ_{pt})	0.3 σ_{pt}
	ค่าเฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD)		
ระดับ 0.2 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม	0.278	0.0046	-	-
PTCH-BR01-1701	0.287	-	0.029	0.0087
ระดับ 0.4 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม	0.477	0.0099	-	-
PTCH-BR01-1702	0.466	-	0.047	0.0141
ระดับ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม	0.665	0.0074	-	-
PTCH-BR01-1702	0.466	-	0.047	0.0141

จากตารางที่ 47 สามารถสรุปได้ว่า

1) เมื่อเปรียบเทียบค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม ซึ่งมีค่าเฉลี่ยปริมาณเก้าอี้เท่ากับร้อยละ 0.278 โดยน้ำหนัก มาเปรียบเทียบกับค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (σ_{pt}) จากโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 1/2560 (PTCH-BR01-1701) ซึ่งมีระดับปริมาณเก้าอี้ใกล้เคียงกันพบว่า ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มีค่า ร้อยละ

0.0046 โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าน้อยกว่า 0.3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.0087

2) เมื่อเปรียบเทียบค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม ซึ่งมีค่าเฉลี่ยปริมาณแก้วเท่ากับ 0.477 และ 0.665 โดยน้ำหนัก มาเปรียบเทียบกับค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (σ_{pt}) จากโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 2/2560 (PTCH-BR01-1702) ซึ่งมีระดับปริมาณแก้วใกล้เคียงกัน พบว่า ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มีค่าร้อยละ 0.0099 และ 0.0074 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งมีค่าน้อยกว่า 0.3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ ซึ่งมีค่าเท่ากับ ร้อยละ 0.0141 โดยน้ำหนัก ดังนั้นค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ที่ระดับปริมาณแก้วใกล้เคียงกันของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับ มีค่าน้อยกว่า 0.3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ

จึงสรุปได้ว่ายางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2 คำนำหนทางสถิติตาม ISO 13528 (International Organization for Standardization (ISO), 2015)

3.2.1 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (Between sample standard deviation, S_s) น้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (Standard deviation for Proficiency assessment, σ_{pt}) หรือ $S_s \leq 0.3 \sigma_{pt}$ โดยค่า $\sigma_{pt} =$ ร้อยละ 10 ของค่าเฉลี่ย โดยอ้างอิงค่า σ_{pt} จากโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ ที่จัดโดยกรมวิทยาศาสตร์บริการ ซึ่งกำหนดให้ $\sigma_{pt} =$ ร้อยละ 10 ของค่าระดับ ได้ผลการคำนวณ ดังนี้

1) ผลการทดสอบปริมาณแก้วของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับต่างๆ จากตารางที่ 3 มาคำนวณค่าเฉลี่ยความแปรปรวนระหว่างกลุ่ม (Mean square between sample, MSB) ค่าเฉลี่ยความแปรปรวนภายในกลุ่ม (Mean square within sample, MSW) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (S_s)

$$\text{จากสูตร } S_s = \sqrt{\frac{MSB - MSW}{n_0}}$$

โดยที่

$S_s =$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (Between sample standard deviation)

MSB = ค่าเฉลี่ยความแปรปรวนระหว่างกลุ่ม (Mean square between sample)

$$\text{โดย } MSB = \frac{SSB}{k-1}$$

SSB = ความแปรปรวนระหว่างกลุ่ม (Between groups sum of square) โดย

$$SSB = \sum_{i=1}^k n_i (\bar{X}_i - \bar{X})^2 \text{ และ } k = \text{จำนวนกลุ่มตัวอย่าง}$$

MSW = ค่าเฉลี่ยความแปรปรวนภายในกลุ่ม (Mean square within sample)

$$\text{โดย MSW} = \frac{SSW}{n-k}$$

SSW = ความแปรปรวนภายในกลุ่ม (Within group sum of square)

$$\text{โดย SSW} = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (X_{ij} - \bar{X}_i)^2 \text{ และ } n = \text{จำนวนข้อมูลในแต่ละกลุ่มตัวอย่าง}$$

n_0 = จำนวนซ้ำ

ได้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (S_s) ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 48

ตารางที่ 48 ค่าเฉลี่ยความแปรปรวนระหว่างกลุ่ม (MSB) ค่าเฉลี่ยความแปรปรวนภายในกลุ่ม (MSW) จำนวนซ้ำ (n_0) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (S_s) ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับต่างๆ

ระดับของวัสดุมาตรฐาน สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ผสมกับยางธรรมชาติ (กรัมต่อยาง 100 กรัม)	MSB	MSW	n_0	ค่าเฉลี่ย	S_s
0.2	0.00003305	0.00001055	2	0.278	0.0034
0.4	0.00015089	0.00005180	2	0.477	0.0070
0.6	0.00010113	0.00001240	2	0.665	0.0067

2) คำนวณค่า $0.3 \sigma_{pt}$ เท่า ของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ หรือ $0.3 \sigma_{pt}$ ซึ่งเป็นค่าความแปรปรวนที่ยอมรับได้

จากสูตร $0.3 \sigma_{pt}$ โดย σ_{pt} = ร้อยละ 10 ของค่าเฉลี่ย ในกรณีที่ต้องการทดสอบความ เป็นเนื้อเดียวกัน

2.1) การคำนวณค่า $0.3 \sigma_{pt}$ ที่ระดับของวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียม ออกไซด์ 0.2 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

$$0.3 \sigma_{pt} = 0.3 \times [0.278 \times (10 / 100)] = 0.3 \times 0.0278 = 0.0083$$

2.2) การคำนวณค่า $0.3 \sigma_{pt}$ ที่ระดับของวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียม ออกไซด์ 0.4 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

$$0.3 \sigma_{pt} = 0.3 \times [0.477 \times (10 / 100)] = 0.3 \times 0.0477 = 0.0143$$

2.3) การคำนวณค่า $0.3 \sigma_{pt}$ ที่ระดับของวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม

$$0.3 \sigma_{pt} = 0.3 \times [0.665 \times (10 / 100)] = 0.3 \times 0.0665 = 0.0200$$

ดังนั้น ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า S_5 เท่ากับ ร้อยละ 0.0034, 0.0070 และ 0.0067 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ และมีค่า $0.3 \sigma_{pt}$ เท่ากับ ร้อยละ 0.0083, 0.0143 และ 0.0200 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ เมื่อพิจารณา ค่า S_5 และ $0.3 \sigma_{pt}$ แล้ว พบว่า ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับ มีค่า $S_5 \leq 0.3 \sigma_{pt}$ จึงสรุปได้ว่ายางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับมีความเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.2 ใช้ Expanded criteria ซึ่ง ISO13528 กำหนด $S_5 \leq \sqrt{C}$ โดย C = ค่าวิกฤติ (Critical value)

จากสูตร $S_5 = \sqrt{S_{sam}^2}$ โดย $S_{sam}^2 = (V_5 / 2 - S_{an}^2) / 2$

โดยที่ $S_{sam}^2 =$ ความแปรปรวนระหว่างตัวอย่าง (Sampling variance)

$V_5 =$ ค่าความแปรปรวนของผลรวมระหว่างตัวอย่าง (Variance of the sums)

$S_{sn}^2 =$ ความแปรปรวนจากการคำนวณ ; $S_{sn}^2 = \sum D_i^2 / 2m$

$D_i =$ ค่าผลต่างระหว่างตัวอย่างซ้ำที่ 1 และซ้ำที่ 2

$m =$ จำนวนตัวอย่าง

และ $C = F_1 \sigma_{all}^2 + F_2 S_{an}^2$

โดยที่ C = ค่าวิกฤติ (Critical value)

$F_1 =$ ค่าคงที่สำหรับการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

$F_2 =$ ค่าคงที่สำหรับการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

$m =$ จำนวนตัวอย่าง

โดย $F_1 = 1.88$, $F_2 = 1.01$ สำหรับ $m = 10$

$\sigma_{all}^2 =$ ความแปรปรวนระหว่างตัวอย่างที่ยอมรับได้ ; $\sigma_{all}^2 = (0.3 \sigma_{pt})^2$

$S_{sn}^2 =$ ความแปรปรวนจากการคำนวณ ; $S_{sn}^2 = \sum D_i^2 / 2m$

ตารางที่ 49 ค่าตัวแปรในสมการที่ใช้คำนวณทางสถิติตาม ISO 13528 โดยใช้ Expanded criteria: ISO13528 ที่ระดับต่างๆ ของวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ผสมกับยางธรรมชาติ

ค่าของตัวแปรในสมการ	ระดับของวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ผสมกับยางธรรมชาติ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)		
	0.2	0.4	0.6

V_s	0.000066	0.000302	0.000202
ΣD_i^2	0.000211	0.001036	0.000248
m	10	10	10
$S_{sn}^2 = \Sigma D_i^2 / 2m$	0.000011	0.000052	0.000012
S_{sam}^2	0.0000113	0.0000495	0.0000444
F_1	1.88	1.88	1.88
F_2	1.01	1.01	1.01
σ_{pt}	0.0278	0.0477	0.0665
$\sigma_{all}^2 = (0.3\sigma_{pt})^2$	0.000070	0.000205	0.000398

นำค่าของตัวแปรในสมการที่ 49 มาคำนวณค่า S_s และ \sqrt{C} ได้ผลดังนี้

1) การคำนวณค่า S_s ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม ได้ผลดังนี้

1.1) ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า $S_s = \sqrt{0.0000113} = 0.0034$

1.2) ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า $S_s = \sqrt{0.0000113} = 0.0034$

1.3) ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า $S_s = \sqrt{0.0000444} = 0.0067$

2) การคำนวณค่า \sqrt{C} ของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม ได้ผลดังนี้

2.1) ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า

$$C = (1.88 \times 0.000070) + (1.01 \times 0.000011) = 0.0001427$$

$$\text{และ } \sqrt{C} = \sqrt{0.0001427} = 0.0119$$

2.2) ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.4 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า

$$C = (1.88 \times 0.000205) + (1.01 \times 0.000052) = 0.0004379$$

$$\text{และ } \sqrt{C} = \sqrt{0.0004379} = 0.0209$$

2.3) ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีค่า

$$C = (1.88 \times 0.000398) + (1.01 \times 0.000012) = 0.0007604$$

$$\text{และ } \sqrt{C} = \sqrt{0.0007604} = 0.0276$$

ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัม ต่ออย่าง 100 กรัม มีค่า S_5 เท่ากับ ร้อยละ 0.0034, 0.0070 และ 0.0067 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ และมีค่า \sqrt{C} เท่ากับ 0.0019, 0.0209 และ 0.0276 ตามลำดับ เมื่อพิจารณาค่า S_5 และ \sqrt{C} แล้ว พบว่า ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับ มีค่า $S_5 \leq \sqrt{C}$ จึงสรุปได้ว่ายางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับมีความเป็นเนื้อเดียวกัน

ดังนั้น การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันจากการพิจารณา 2 หลักเกณฑ์ คือ การใช้ข้อมูลจากโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ กับการคำนวณทางสถิติตาม ISO 13528 สามารถสรุปได้ว่ายางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่เตรียมได้ทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน จึงสามารถนำไปให้ค่าระดับ และศึกษาความเสถียรของปริมาณได้ในยาง

3.3 การให้ค่าระดับ (Assigned value)

การให้ค่าระดับเป็นการกำหนดค่าปริมาณเนื้อหาของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่ออย่าง 100 กรัม ซึ่งเป็นตัวอย่างชุดเดียวกันกับตัวอย่างที่ใช้ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันมาให้ค่าระดับโดยใช้วิธีหาค่าระดับจากค่าฟังก์ชันของห้องปฏิบัติการที่มีความชำนาญ โดยใช้สถิติเชิงปรับแก้ (Robust statistics) ซึ่งคัดเลือกจากห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมโปรแกรมทดสอบความชำนาญ และมีค่าการทดสอบในรายการทดสอบปริมาณในยางผ่านเกณฑ์ไม่น้อยกว่า 4 ครั้ง จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ และทำการส่งชิ้นตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการที่ได้รับคัดเลือกทดสอบหาปริมาณในยางก่อนนำผลมาประเมิน ได้ผลทดสอบตามตารางที่ 50

ตารางที่ 50 ค่าปริมาณเข้าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับต่างๆ จากห้องปฏิบัติการ จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ

ห้องปฏิบัติการ ที่	ปริมาณเข้าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก) ที่ระดับ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)								
	0.2			0.4			0.6		
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ค่าเฉลี่ย	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ค่าเฉลี่ย	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ค่าเฉลี่ย
1	0.29	0.30	0.30	0.49	0.49	0.49	0.65	0.69	0.67
2	0.29	0.27	0.28	0.48	0.48	0.48	0.68	0.67	0.68
3	0.28	0.26	0.27	0.47	0.46	0.47	0.68	0.65	0.67
4	0.27	0.27	0.27	0.46	0.44	0.45	0.64	0.65	0.65
5	0.26	0.26	0.26	0.46	0.46	0.46	0.65	0.66	0.66
6	0.27	0.27	0.27	0.46	0.47	0.47	0.67	0.67	0.67
7	0.28	0.28	0.28	0.48	0.48	0.48	0.67	0.67	0.67
8	0.26	0.26	0.26	0.46	0.46	0.46	0.65	0.65	0.65
9	0.26	0.27	0.27	0.44	0.45	0.45	0.64	0.65	0.65
10	0.24	0.23	0.24	0.41	0.41	0.41	0.58	0.57	0.58
11	0.27	0.27	0.27	0.46	0.48	0.47	0.65	0.66	0.66
12	0.26	0.28	0.27	0.47	0.46	0.47	0.67	0.68	0.68
13	0.30	0.29	0.30	0.46	0.45	0.46	0.66	0.65	0.66
14	0.27	0.26	0.27	0.44	0.46	0.45	0.66	0.66	0.66
15	0.26	0.25	0.26	0.46	0.45	0.46	0.65	0.66	0.66
16	0.29	0.29	0.29	0.48	0.49	0.49	0.65	0.65	0.65
ค่าเฉลี่ย		0.273			0.464			0.658	
ค่ามัธยฐาน		0.27			0.47			0.66	
ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน (SD)		0.0153			0.0193			0.0229	

การให้ค่าระดับเป็นการกำหนดค่าปริมาณเข้าให้ยางธรรมชาติผสมกับวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับต่างๆ ด้วยวิธีการของการใช้สถิติเชิงปรับแก้ (Robust statistics) อ้างอิงตามวิธี Algorithm A ใน ISO 13528 : 2015 โดยการกำหนดให้

ค่าเฉลี่ยโรบัสต์ (Robust mean) คือ x^* แทนด้วย New x^*

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ (Robust standard deviation) คือ s^* แทนด้วย New s^*

โดยมีขั้นตอนในการคำนวณค่า x^* และ s^* ดังนี้

1. เรียงลำดับข้อมูลจากน้อยไปหามาก เป็นค่า x_i
2. คำนวณค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
3. คำนวณค่ามัธยฐาน (Median) ของชุดข้อมูลครั้งที่ 1 เป็นค่า New x^*
4. เรียงลำดับข้อมูลจากน้อยไปหามาก เป็นค่า x_i
5. คำนวณค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
6. คำนวณค่ามัธยฐาน (Median) ของชุดข้อมูลครั้งที่ 1 เป็นค่า New x^*
7. คำนวณค่าความแตกต่างระหว่างค่า x_i แต่ละค่า กับค่า New x^* โดยไม่คิดเครื่องหมาย คือ

$|x_i - \text{New } x^*|$

8. คำนวณค่า New s^* ครั้งที่ 1 = $1.483 \times$ ค่ามัธยฐาน ($|x_i - \text{New } x^*|$)
9. คำนวณค่า Delta (δ) = $1.5 \times$ New s^*
10. ตรวจสอบข้อมูล x_i โดยข้อมูลที่มีค่าน้อยกว่า New $x^* - \delta$ ให้แทน x_i ด้วย $x^* - \delta$ และ

ข้อมูลที่มีค่ามากกว่า New $x^* + \delta$ ให้แทน x_i ด้วย $x^* + \delta$

11. คำนวณค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของชุดข้อมูลใหม่
12. คำนวณค่า New x^* ครั้งที่ 2 = $\sum x_i / p$, p คือ จำนวนข้อมูล
13. คำนวณค่า New s^* ครั้งที่ 1 = $1.134 \times$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลชุดใหม่

ทำซ้ำตั้งแต่ ข้อ 6 – 10 จนกระทั่งค่า New x^* และ New s^* เท่ากับรอบก่อนหน้า (ตารางแสดงการคำนวณสถิติเชิงปรับแก้สำหรับการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่ออย่าง 100 กรัม แสดงไว้ในภาคผนวกตารางที่ 1, 2 และ 3 ตามลำดับ) ได้ค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ค่าเฉลี่ยโรบัสต์ (Robust mean, New x^*) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ (Robust SD, New s^*) ของปริมาณแก้วของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมที่ระดับต่างๆ ตามตารางที่ทำซ้ำตั้งแต่ ข้อ 6 – 10 จนกระทั่งค่า New x^* และ New s^* เท่ากับรอบก่อนหน้า (ตารางแสดงการคำนวณสถิติเชิงปรับแก้สำหรับการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่ออย่าง 100 กรัม แสดงไว้ในภาคผนวกตารางที่ 1, 2 และ 3 ตามลำดับ) ได้ค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ค่าเฉลี่ยโรบัสต์ (Robust mean, New x^*) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ (Robust SD, New s^*) ของปริมาณแก้วของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมที่ระดับต่างๆ ตามตารางที่ 51

ตารางที่ 51 ค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ค่าเฉลี่ยโรบัสต์ (Robust mean, New x^*) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ (Robust SD, New s^*) ของปริมาณแก้วของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมที่ระดับต่างๆ

	ที่ระดับ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)		
	0.2	0.4	0.6
ค่าเฉลี่ย	0.273	0.464	0.658
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.0153	0.0193	0.0229
Robust mean (New x^*)	0.272	0.466	0.661
Robust SD (New s^*)	0.0137	0.0164	0.0127

จากตารางที่ 51 พบว่า

1) ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีค่าระดับจากค่าเฉลี่ยโรบัสต์ เท่ากับ ร้อยละ 0.272 โดยน้ำหนัก และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ ร้อยละ 0.0137 โดยน้ำหนัก

2) ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.4 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีค่าระดับจากค่าเฉลี่ยโรบัสต์ เท่ากับ ร้อยละ 0.466 โดยน้ำหนัก และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ ร้อยละ 0.0164 โดยน้ำหนัก

3) ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีค่าระดับจากค่าเฉลี่ยโรบัสต์ เท่ากับ ร้อยละ 0.661 โดยน้ำหนัก และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ ร้อยละ 0.0127 โดยน้ำหนัก

นำค่าเฉลี่ยโรบัสต์ไปใช้เป็นค่าระดับ (Assigned value) ในการประเมินผลค่าผลการทดสอบ ปริมาณเถ้าจากการส่งตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการอื่นๆ ทดสอบ ซึ่งคัดเลือกจากห้องปฏิบัติการที่ได้รับใบอนุญาตเป็นผู้จัดทำมีการวิเคราะห์หรือการทดสอบคุณภาพยางจากกองการยาง กรมวิชาการเกษตร จำนวน 79 ห้องปฏิบัติการ ซึ่งจากเดิมวางแผนดำเนินการทั้งหมด 80 ห้องปฏิบัติการ เนื่องจากมี 1 ห้องปฏิบัติการได้ปิดกิจการไปแล้ว

4. การศึกษาความเสถียรของปริมาณเถ้า

นำค่าปริมาณเถ้าในยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มาคำนวณค่าเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) แล้ววิเคราะห์ค่าความเสถียรของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับ โดยหากค่าปริมาณเถ้าในยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับ ที่ระยะเวลาต่างๆ กัน มีค่าอยู่ในช่วง ค่าเฉลี่ย $\pm 2SD$ ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันถือว่าปริมาณเถ้าในยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มีความเสถียร

ตารางที่ 52 ปริมาณเถ้าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม และช่วงการยอมรับค่าเฉลี่ย $\pm 2SD$

เวลา (วัน)	ปริมาณเถ้าของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
------------	--

	ที่ระดับ (กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม)								
	0.2			0.4			0.6		
	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ค่าเฉลี่ย	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ค่าเฉลี่ย	ซ้ำที่ 1	ซ้ำที่ 2	ค่าเฉลี่ย
0	0.278	0.276	0.276	0.478	0.471	0.474	0.662	0.667	0.669
15	0.269	0.268	0.263	0.461	0.459	0.463	0.651	0.653	0.652
30	0.277	0.277	0.279	0.459	0.470	0.466	0.648	0.662	0.662
45	0.275	0.272	0.273	0.474	0.469	0.470	0.664	0.665	0.664
60	0.269	0.266	0.268	0.467	0.466	0.468	0.662	0.662	0.661
75	0.257	0.263	0.266	0.460	0.462	0.465	0.651	0.652	0.656
90	0.270	0.267	0.270	0.471	0.469	0.471	0.670	0.668	0.659
120	0.275	0.278	0.271	0.471	0.474	0.464	0.677	0.663	0.672
150	0.265	0.264	0.263	0.462	0.466	0.461	0.650	0.650	0.650
180	0.272	0.265	0.270	0.460	0.466	0.467	0.668	0.651	0.653
210	0.254	0.257	0.263	0.463	0.470	0.479	0.676	0.679	0.673
240	0.259	0.266	0.247	0.468	0.466	0.470	0.670	0.671	0.665
ค่าเฉลี่ย		0.278			0.477			0.665	
ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน (SD)		0.0046			0.0099			0.0074	
ค่าเฉลี่ย \pm 2SD		0.278 ± 0.009			0.477 ± 0.020			0.665 ± 0.015	

จากตารางที่ 52 เมื่อนำค่าปริมาณเข้าในยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม ที่เวลา 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 120, 150, 180, 210 และ 240 วัน มาพิจารณากับช่วงการยอมรับที่ ค่าเฉลี่ย \pm 2SD พบว่า ค่าปริมาณเข้าในยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.2 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีค่าเฉลี่ย \pm 2SD เท่ากับร้อยละ 0.278 ± 0.009 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาค่าปริมาณเข้าที่เวลา 15, 60, 75, 90, 150, 180, 210 และ 240 วัน กับช่วงการยอมรับที่กำหนด พบว่า ค่าปริมาณเข้าอยู่นอกช่วงการยอมรับทั้งหมด จึงสรุปว่ายางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.2 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีความเสถียรที่ระยะเวลาน้อยกว่า 15 วัน ปริมาณเข้าในยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีค่าเฉลี่ย \pm 2SD เท่ากับ ร้อยละ 0.665 ± 0.015 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาค่าปริมาณเข้าที่เวลา 15, 60, 75, 90, 150, 180, 210 และ 240 วัน กับช่วงการยอมรับที่กำหนด พบว่า มีค่าปริมาณเข้าในยางอยู่นอกช่วงการยอมรับ ที่ระยะเวลา 30 วัน จึงสรุปว่ายางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีความเสถียรน้อยกว่า 30 วัน และค่าปริมาณเข้าในยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.4 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีค่าเฉลี่ย \pm 2SD เท่ากับร้อยละ 0.477 ± 0.020 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาค่าปริมาณเข้าที่เวลา 15, 60, 75, 90, 150, 180, 210 และ 240 วัน กับช่วงการยอมรับที่กำหนด พบว่า มีค่าปริมาณเข้าในยางอยู่ในช่วงการยอมรับทั้งหมด จึงสรุปว่ายางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.4 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีความเสถียรที่ระยะเวลาไม่เกิน

240 วัน ดังนั้น จึงสามารถสรุปได้ว่าเมื่อใช้เกณฑ์การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันโดยพิจารณาจากค่าปริมาณแก้ว ในยาง มีค่าอยู่ในช่วง ค่าเฉลี่ย $\pm 2SD$ ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน พบว่ายางธรรมชาติผสมวัสดุ มาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.4 กรัมต่อยาง 100 กรัม เป็นระดับที่เหมาะสมที่จะนำไปใช้ เตรียมเป็นวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบปริมาณแก้วต่อไปเพียงระดับเดียวซึ่งมีความเสถียรตลอดช่วง ระยะเวลาที่ทำการศึกษา คือ 240 วัน ส่วนยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ ระดับ 0.2 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม มีค่าปริมาณแก้วในยางอยู่นอกช่วงการยอมรับบางช่วงเวลา จึง เปรียบเทียบค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน พบว่ามีค่า น้อยกว่าค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (σ_{pt}) จึงทำให้ช่วงการยอมรับโดยใช้ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันมีช่วงแคบกว่าการใช้ค่า ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (σ_{pt}) ทำให้การพิจารณาความเสถียรของยาง ธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.2 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัมอยู่นอก ช่วงการยอมรับ และอาจเนื่องมาจากในขั้นตอนการเตรียมยางเตรียมในปริมาณน้อย จึงทำให้ผลการทดสอบมีค่า ใกล้เคียงกัน ส่งผลให้มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน น้อยลงด้วย

5. ผลการประเมินความพึงพอใจจากการใช้ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียม ออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม

5.1 ข้อมูลทั่วไปของผู้ตอบแบบสอบถาม

จากการส่งตัวอย่างยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม ให้ห้องปฏิบัติการทั้งหมด 79 ห้องปฏิบัติการทดสอบ ซึ่งจากเดิมวางแผน ดำเนินการทั้งหมด 80 ห้องปฏิบัติการ เนื่องจากมี 1 ห้องปฏิบัติการได้ปิดกิจการไปแล้ว และได้ผลตอบกลับ ผลทดสอบยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ จำนวน 61 บริษัท คิดเป็นร้อยละ 77.22 และผลประเมินความพึงพอใจจาก 29 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 47.54จากการส่งตัวอย่างยางธรรมชาติ ผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อยาง 100 กรัม ให้ ห้องปฏิบัติการทั้งหมด 79 ห้องปฏิบัติการทดสอบ ซึ่งจากเดิมวางแผนดำเนินการทั้งหมด 80 ห้องปฏิบัติการ เนื่องจากมี 1 ห้องปฏิบัติการได้ปิดกิจการไปแล้ว และได้ผลตอบกลับผลทดสอบยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐาน สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ จำนวน 61 บริษัท คิดเป็นร้อยละ 77.22 และผลประเมินความพึงพอใจจาก 29 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 47.54

โดยพบว่าผู้ตอบแบบสอบถามประเมินความพึงพอใจส่วนใหญ่เป็นหัวหน้าห้องปฏิบัติการหรือ ผู้ช่วยหัวหน้าห้องปฏิบัติการ ร้อยละ 96.55 และผู้จัดการหรือรองผู้จัดการฝ่ายคุณภาพ ร้อยละ 3.45 ผู้ตอบ แบบสอบถามมีอายุระหว่าง 31 – 40 ปี ร้อยละ 72.41 รองลงมาอายุน้อยกว่า 30 ปี, อายุระหว่าง 41 – 50 ปี และมากกว่า 50 ปีขึ้นไป ร้อยละ 20.69, 3.45 และ 3.45 ตามลำดับ และมีอายุงานมากกว่า 5 ปี ร้อยละ 58.62 รองลงมาอายุงาน 1 – 3 ปี และอายุงาน 4 – 5 ปี ร้อยละ 24.14 และร้อยละ 17.24 ตามลำดับ

5.2 ประโยชน์ที่ได้รับหลังจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายใน

ประโยชน์ที่ได้รับหลังจากการใช้วัสดุอ้างอิงสามารถแจกแจงตามระดับความพึงพอใจได้ดังตารางที่ 53

ตารางที่ 53 ประโยชน์ที่ได้รับหลังจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายในตามระดับความพึงพอใจ

รายละเอียด	ระดับความพึงพอใจเกี่ยวกับประโยชน์ที่ได้รับหลังจากการใช้วัสดุอ้างอิง					
	ระดับมากที่สุด		ระดับมาก		ระดับปานกลาง	
	จำนวน ห้องปฏิบัติการ	คิดเป็น ร้อยละ	จำนวน ห้องปฏิบัติการ	คิดเป็น ร้อยละ	จำนวน ห้องปฏิบัติการ	คิดเป็น ร้อยละ
1. การนำวัสดุอ้างอิงไปใช้ประโยชน์ในห้องปฏิบัติการได้จริง	18	62.07	10	34.48	1	3.45
2. การพิจารณาผลจากการใช้งานวัสดุอ้างอิงภายในเปรียบเทียบกับผลจากโปรแกรมทดสอบความชำนาญที่ทำในครั้งเดียวกัน เป็นไปในทิศทางเดียวกันหรือไม่ (ครั้งที่ 1/2563)	14	48.28	15	51.72	-	-
3. การนำผลจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายในไปใช้ประเมิน ผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการ	16	55.17	10	34.48	3	10.35

จากตารางที่ 53 สามารถสรุปได้ ดังนี้

1) การนำวัสดุอ้างอิงไปใช้ประโยชน์ในห้องปฏิบัติการได้จริง ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่เห็นว่าสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้จริงอยู่ในระดับมากที่สุด จำนวน 18 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 62.07 นำไปใช้ประโยชน์ได้ในระดับมาก จำนวน 10 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 34.48 นำไปใช้ประโยชน์ได้ในระดับปานกลาง จำนวน 1 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 3.45 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.59 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

2) การพิจารณาผลจากการใช้งานวัสดุอ้างอิงภายในเปรียบเทียบกับผลจากโปรแกรมทดสอบความชำนาญที่ทำในครั้งเดียวกันเป็นไปในทิศทางเดียวกันหรือไม่ (ครั้งที่ 1/2563) ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่เห็นว่าการใช้งานวัสดุอ้างอิงภายในเปรียบเทียบกับผลจากโปรแกรมทดสอบความชำนาญที่ทำในครั้งเดียวกันเป็นไปในทิศทางเดียวกันในระดับมาก จำนวน 15 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 51.72 และเป็นไปในทิศทางเดียวกันในระดับมากที่สุด จำนวน 14 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 48.28 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.48 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

3) การนำผลจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายในไปใช้ประเมินผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการ ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่มีการนำผลจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายในไปใช้ประเมินผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการในระดับมากที่สุด จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 55.17 นำไปใช้ได้ในระดับมาก จำนวน 10 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 34.48 นำไปใช้ได้ในระดับปานกลาง จำนวน 3 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 10.35 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.45 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

5.3 ความพึงพอใจที่ได้รับจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายใน

ความพึงพอใจที่ได้รับจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายในแจกแจงได้ ดังตารางที่ 54 สามารถสรุปได้ดังนี้

1) การใช้วัสดุอ้างอิงภายในมีความสอดคล้องกับข้อกำหนดของมาตรฐานต่างๆ เช่น ISO/IEC 17025 เป็นต้น ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่เห็นว่ามี ความสอดคล้องกับข้อกำหนดของมาตรฐานต่างๆ ในระดับมากที่สุด จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 55.17 มีความสอดคล้องกับข้อกำหนดมาตรฐานต่างๆ ในระดับมาก จำนวน 12 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 41.38 มีความสอดคล้องกับข้อกำหนดมาตรฐานต่างๆ ในระดับปานกลาง จำนวน 1 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 3.45 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.52 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

2) การใช้วัสดุอ้างอิงภายในทำให้มั่นใจได้ว่าผลทดสอบเชื่อถือได้ ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่เห็นว่าทำให้มั่นใจได้ว่าผลทดสอบเชื่อถือได้ในระดับมากที่สุด จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 55.17 ทำให้มั่นใจได้ว่าผลทดสอบเชื่อถือได้ในระดับมาก จำนวน 13 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 44.83 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.55 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

3) การใช้วัสดุอ้างอิงภายในทำให้มั่นใจว่าขั้นตอนการทดสอบอยู่ภายใต้มาตรฐานเดียวกัน ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่เห็นว่าทำให้มั่นใจได้ว่าขั้นตอนการทดสอบอยู่ภายใต้มาตรฐานเดียวกันในระดับมากที่สุด จำนวน 18 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 62.07 ทำให้มั่นใจได้ในระดับมาก จำนวน 11 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 37.93 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.62 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

4) การใช้วัสดุอ้างอิงภายในช่วยลดข้อขัดแย้งในเรื่องมาตรฐานการทดสอบ/ปัญหาด้านคุณภาพ ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่เห็นว่าช่วยลดข้อขัดแย้งในเรื่องมาตรฐานการทดสอบ/ปัญหาด้านคุณภาพได้ในระดับมากที่สุด จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 55.17 ช่วยลดข้อขัดแย้งได้ในระดับมากที่สุด จำนวน 11

ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 37.93 ช่วยลดข้อขัดแย้งได้ในระดับปานกลาง จำนวน 2 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 6.90 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.31 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน
ตารางที่ 54 ความพึงพอใจที่ได้รับจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายใน

รายละเอียด	ระดับความพึงพอใจเกี่ยวกับประโยชน์ที่ได้รับหลังจากการใช้วัสดุอ้างอิง					
	ระดับมากที่สุด		ระดับมาก		ระดับปานกลาง	
	จำนวน ห้องปฏิบัติการ	คิดเป็น ร้อยละ	จำนวน ห้องปฏิบัติการ	คิดเป็น ร้อยละ	จำนวน ห้องปฏิบัติการ	คิดเป็น ร้อยละ
1. การใช้วัสดุอ้างอิงภายในมีความสอดคล้องกับข้อกำหนดของมาตรฐานต่างๆ เช่น ISO/IEC 17025 เป็นต้น	16	55.17	12	41.38	1	3.45
2. การใช้วัสดุอ้างอิงภายในทำให้มั่นใจได้ว่าผลทดสอบเชื่อถือได้	16	55.17	13	44.83	-	-
3. การใช้วัสดุอ้างอิงภายในทำให้มั่นใจว่าขั้นตอนการทดสอบอยู่ภายใต้มาตรฐานเดียวกัน	18	62.07	11	37.93	-	-
4. การใช้วัสดุอ้างอิงภายในช่วยลดข้อขัดแย้งในเรื่องมาตรฐานการทดสอบ/ปัญหาด้านคุณภาพ	11	37.93	16	55.17	2	6.90
5. การใช้วัสดุอ้างอิงภายในช่วยทำให้เกิดความเชื่อมั่นกับลูกค้า	9	31.03	20	68.97	-	-
6. การใช้วัสดุอ้างอิงภายในช่วยสร้างความพึงพอใจให้กับลูกค้า	8	27.58	20	68.97	1	3.45
7. ห้องปฏิบัติการมีความประสงค์ต้องการใช้วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการ	14	48.27	13	44.83	2	6.90
8. ความพึงพอใจโดยรวมจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายใน	16	55.17	12	41.38	1	3.45

5) การใช้วัสดุอ้างอิงภายในช่วยทำให้เกิดความเชื่อมั่นกับลูกค้ำ ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่เห็นว่าช่วยทำให้เกิดความเชื่อมั่นกับลูกค้ำได้ในระดับมาก จำนวน 20 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 68.97 ช่วยทำให้เกิดความเชื่อมั่นกับลูกค้ำได้ในระดับมากที่สุด จำนวน 9 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 31.03 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.31 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

6) การใช้วัสดุอ้างอิงภายในช่วยสร้างความพึงพอใจให้กับลูกค้ำ ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่เห็นว่าช่วยสร้างความพึงพอใจให้กับลูกค้ำได้ในระดับมาก จำนวน 20 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 68.97 ช่วยสร้างความพึงพอใจให้กับลูกค้ำได้ในระดับมากที่สุด จำนวน 8 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 27.58 ช่วยสร้างความพึงพอใจให้กับลูกค้ำได้ในระดับปานกลาง จำนวน 1 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 3.45 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.24 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

7) ห้องปฏิบัติการมีความประสงค์ต้องการใช้วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการควบคุมคุณภาพ ห้องปฏิบัติการ ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่มีความประสงค์ต้องการใช้วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการในระดับมากที่สุด จำนวน 14 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 48.27 มีความประสงค์ต้องการใช้ในระดับมาก จำนวน 13 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 44.83 มีความประสงค์ต้องการใช้ในระดับปานกลาง จำนวน 2 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 6.90 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.41 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

8) ความพึงพอใจโดยรวมจากการใช้วัสดุอ้างอิงภายใน ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่มีความพึงพอใจโดยรวมจากการใช้วัสดุอ้างอิงในระดับมากที่สุด จำนวน 16 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 55.17 มีความพึงพอใจโดยรวมในระดับมาก จำนวน 12 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 41.38 มีความพึงพอใจโดยรวมในระดับปานกลาง จำนวน 1 ห้องปฏิบัติการ คิดเป็นร้อยละ 3.45 โดยมีคะแนนเฉลี่ย 4.52 คะแนน จากคะแนนเต็ม 5 คะแนน

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

การเตรียมยางธรรมชาติเพื่อใช้ในการผสมกับวัสดุมาตรฐาน ทำได้โดยการนำน้ำยางข้นซึ่งผ่านการตกตะกอนแมกนีเซียม นำมาเข้าเครื่องปั่นเหวี่ยง เจือจางด้วยน้ำกลั่น และจับตัวเนื้อยางด้วยกรดอะซิติก ก่อนนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และนำมาบดเตรียมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องบด 2 ลูกกลิ้ง แล้วนำมาผสมวัสดุมาตรฐาน 3 ชนิด คือ สารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และแคลเซียมคาร์บอเนต ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม และเมื่อพิจารณาค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับของยางธรรมชาติผสมกับวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ พบว่ามีค่าใกล้เคียงกับช่วงเกณฑ์การยอมรับมากกว่าค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับของยางธรรมชาติผสมกับวัสดุมาตรฐานแคลเซียมออกไซด์ และแคลเซียมคาร์บอเนต ดังนั้นจึงเลือกวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มาใช้สำหรับพัฒนาวิธีการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน โดยในขั้นตอนการบดเตรียมยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานด้วยเครื่องบดยางสองลูกกลิ้งนั้น จะทำการบดยางให้เป็นแผ่นโดยให้พันรอบลูกกลิ้ง แล้วค่อยๆ ใส่วัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ลงไปผสมกับยาง โดยมีแผ่นพลาสติกกรองรับวัสดุมาตรฐานที่อาจร่วงหล่นระหว่างขั้นตอนการบดผสม และนำวัสดุมาตรฐานที่หล่นบนแผ่นพลาสติกมาผสมกับยางจนไม่มีวัสดุมาตรฐานหล่นตกค้างอยู่บนแผ่นพลาสติก ได้ผล

ทดสอบความยาวธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และเมื่อใช้เกณฑ์การพิจารณาค่าปริมาณเถ้าในยาง มีค่าอยู่ในช่วง ค่าเฉลี่ย $\pm 2SD$ ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน ยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.4 กรัมต่อยาง 100 กรัม เป็นระดับที่เหมาะสมที่จะนำไปใช้เตรียมเป็นวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบปริมาณเถ้า เนื่องจากค่าปริมาณเถ้าในยางมีความเสถียรตลอดช่วงระยะเวลาที่ทำการทดลอง คือ 240 วัน นอกจากนี้ห้องปฏิบัติการส่วนใหญ่เห็นว่าวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้จริงอยู่ในระดับมากที่สุด และห้องปฏิบัติการมีความประสงค์ต้องการใช้วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการ จึงควรมีการถ่ายทอดวิธีการผลิตและนำวัสดุอ้างอิงภายในยางธรรมชาติที่เตรียมได้ไปใช้ในการประกันคุณภาพห้องปฏิบัติการยางแห่งทั้งภาครัฐและเอกชนเพื่อให้ผลการทดสอบมีความน่าเชื่อถือมากยิ่งขึ้นและเป็นที่ยอมรับในระดับสากล

บทสรุปและข้อเสนอแนะ

บทสรุป

ได้วิธีผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบยางธรรมชาติ 4 สมบัติ คือ ความหนืดมูนนี่ ความอ่อนตัวเริ่มแรก ปริมาณสิ่งสกปรก และปริมาณเถ้า ซึ่งมีความเป็นเนื้อเดียวกัน และมีความเสถียรที่เวลาต่างกัน ดังนี้

1. การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่จากวิธีการลดน้ำหนักโดยวิธีทางกล

1.1 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในโดยนำน้ำยางสดมาเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต และเติมกรดพอร์มิกเพื่อเตรียมเป็นยางแห้ง แล้วนำยางแห้งที่ผลิตได้ไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้งที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และคุมอุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส โดยใช้จำนวนครั้งของการบดยางที่ต่างกัน คือ วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่ ที่ระดับ 45 ± 3 หน่วย ให้บดยางที่มีค่าความหนืดมูนนี่ ประมาณ 62 หน่วย จำนวน 50 ครั้ง สำหรับที่ระดับ 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย ให้บดยางที่มีค่าความหนืดมูนนี่ ประมาณ 80 หน่วย จำนวน 50 ครั้ง และ 20 ครั้ง ตามลำดับ

1.2 วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่ ที่ระดับ 45 ± 3 , 65 ± 3 และ 75 ± 3 หน่วย มีความเป็นเนื้อเดียวกัน จากการประเมินด้วย 2 เกณฑ์ คือ 1) ค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน อยู่ในช่วง 45 ± 3 หน่วย 65 ± 3 หน่วย และ 75 ± 3 หน่วย และ 2) จากการวิเคราะห์หาค่าความแปรปรวน (ANOVA) ได้ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 ซึ่ง $F_{crit.}$ มีค่าเท่ากับ 3.0204

1.3 การศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในจากการประเมินการถดถอย (Regression Analysis) โดยพิจารณาค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value มากกว่า 0.05 ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 เป็นระยะเวลา 270 วัน พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความหนืดมูนนี่ ที่ระดับ 45 ± 3 และ 65 ± 3 มีความเสถียรที่ 150 วัน และ 75 ± 3 หน่วย มีความเสถียรที่ 195 วัน

2. การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรกจากวิธีการลดน้ำหนักโดยวิธีทางกล

2.1 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในโดยนำน้ำยางสดมาเติมเติมสารควบคุมความหนืดไฮดรอกซิลเอมีน นิวทริลซัลเฟต และเติมกรดฟอร์มิค เพื่อเตรียมเป็นยางแห้ง แล้วนำยางแห้งที่มีค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก ประมาณ 33-36 หน่วย ไปบดด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง ที่อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง 1:1.4 และค้อน อุณหภูมิของลูกกลิ้งที่ 30-40 องศาเซลเซียส จำนวน 30, 20 และ 5 ครั้ง ได้วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบ ความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย ตามลำดับ

2.2 วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย มีความเป็นเนื้อเดียวกัน จากการประเมินด้วย 2 เกณฑ์ คือ 1) ค่าเฉลี่ย \pm ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน อยู่ในช่วง 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย และ 2) จากการวิเคราะห์หาความแปรปรวน (ANOVA) ได้ค่า P-value มากกว่า 0.05 และ $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 ซึ่ง $F_{crit.}$ มีค่าเท่ากับ 3.0204

2.3 การศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในจากการประเมินการถดถอย (Regression Analysis) โดยพิจารณาค่า $|b_1|/S(b_1)$ น้อยกว่า $t_{0.025, n-2}$ (12.71) และมีค่า P-value มากกว่า 0.05 ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 เป็นระยะเวลา 270 วัน พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบความอ่อนตัวเริ่มแรก ที่ระดับ 25 ± 2.5 , 30 ± 2.5 และ 35 ± 2.5 หน่วย มีความเสถียรที่ 150, 180 และ 150 วัน ตามลำดับ

3. การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรก

3.1 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรก ได้มาจากการผสมยางธรรมชาติ กับวัสดุมาตรฐานซีลี้อย โดยการนำน้ำยางที่ผ่านการกรอง มาจับตัวเนื้ออย่างด้วยกรดฟอร์มิค และอบแห้งก่อนนำยางแห้งที่ได้ไป บดให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยผ่านเครื่องบดผสมยางจำนวน 6 ครั้ง แล้วนำยางธรรมชาติมาบดผสมกับ วัสดุมาตรฐานซีลี้อยที่ผ่านการคัดขนาด 100-200 ไมครอน ปริมาณ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม จำนวน 50 ครั้ง ด้วยความเร็วรอบในอัตราส่วน 1 : 1.38 (ลูกกลิ้งหน้า : ลูกกลิ้งหลัง) โดยการบดยางครั้งที่ 1 – 8 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.0 มิลลิเมตร แล้วนำมาผสมวัสดุมาตรฐาน ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม แล้วบดต่อในครั้งที่ 9 – 48 และทำการบดต่อในครั้งที่ 49 – 50 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.65 มิลลิเมตร

3.2 วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรกจากการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานซีลี้อย ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม มีความเป็นเนื้อเดียวกัน จากการประเมินด้วยสถิติตาม ISO 13528 ตามหลักเกณฑ์ $s_s \leq 0.3\sigma$ และสถิติ ANOVA โดยพิจารณา ค่า $F_{cal.}$ น้อยกว่า $F_{crit.}$ ซึ่ง $F_{crit.}$ มีค่าเท่ากับ 3.0203

3.3 การศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรกจากการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานซีลี้อย ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัม ต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม จากการประเมินปริมาณสิ่งสกปรกที่อยู่ในยางมีค่าไม่เกิน $mean \pm 2SD$ ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน พบว่า มีความเสถียรภายในระยะเวลา 90 วัน

4. การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้า

4.1 เตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้าโดยนำน้ำยางข้น ซึ่งผ่านการตกตะกอน แมกนีเซียมโดยวางทิ้งไว้ ไม่น้อยกว่า 30 วัน นำน้ำยางเข้าเครื่องปั่นเหวี่ยง ที่ความเร็วรอบ 22,000 รอบต่อนาที

เป็นเวลา 20 นาที เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วจับตัวเนื้อเยื่อด้วยกรดอะซิติก ความเข้มข้น ร้อยละ 6 โดยปริมาตร และอบยาลให้แห้ง นำยาลแห้งที่ได้มาบด จำนวน 50 ครั้ง ด้วยความเร็วรอบในอัตราส่วน 1 : 1.38 (ลูกกลิ้งหน้า : ลูกกลิ้งหลัง) โดยการบดยาลครั้งที่ 1 – 8 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.0 มิลลิเมตร แล้วนำมาผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัม ต่อน้ำหนักยาล 100 กรัม แล้วบดต่อในครั้งที่ 9 – 48 และทำการบดต่อในครั้งที่ 49 – 50 ที่ระยะห่างระหว่างลูกกลิ้งทั้งสองที่ระยะ 1.65 มิลลิเมตร

4.2 วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้าจากการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาล 100 กรัม มีความเป็นเนื้อเดียวกัน จากการพิจารณา 2 หลักเกณฑ์ ได้แก่ 1) การใช้ข้อมูลจากโปรแกรมการทดสอบความชำนาญ ครั้งที่ 1/2560 – 2/2562 ซึ่งจัดโดยกรมวิทยาศาสตร์บริการ จำนวน 6 ครั้ง โดยใช้เกณฑ์ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์มีค่าน้อยกว่า 0.3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ และ 2) ค่าความทางสถิติตาม ISO 13528 โดยใช้เกณฑ์ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างตัวอย่าง (Between sample standard deviation, S_s) น้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.3 เท่าของค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการประเมินการทดสอบความชำนาญ (Standard deviation for Proficiency assessment, σ_{pt}) และใช้ Expanded criteria ซึ่ง ISO13528 กำหนด $S_s \leq \sqrt{C}$ โดย C = ค่าวิกฤติ (Critical value)

4.3 การศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในจากการพิจารณาค่าปริมาณเถ้าในยางธรรมชาติผสมวัสดุมาตรฐานสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ทั้ง 3 ระดับ มีค่าอยู่ในช่วง ค่าเฉลี่ย $\pm 2SD$ ของการทดสอบความ เป็นเนื้อเดียวกัน เป็นระยะเวลา 240 วัน พบว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณเถ้าจากการผสมยางธรรมชาติกับวัสดุมาตรฐานแมกนีเซียมออกไซด์ ที่ระดับ 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัมต่อน้ำหนักยาล 100 กรัม มีความเสถียร ที่ 15, 240 และ 30 วัน

ข้อเสนอแนะ

1. วิธีการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบยางธรรมชาติ 4 สมบัติ ได้แก่ ความหนืดมูนนี่ ความอ่อนตัวเริ่มแรก ปริมาณสิ่งสกปรก และปริมาณเถ้า เป็นวิธีเริ่มต้นสำหรับการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในที่มีค่าระดับจำนวน 3 ระดับ ซึ่งสามารถใช้เป็นแนวทางในการเพิ่มค่าระดับที่ต้องการของวัสดุอ้างอิงภายใน หรือใช้เป็นแนวทางในการพัฒนาการผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบสมบัติอื่นๆ ของยางธรรมชาติ
2. นำวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบยางธรรมชาติ ทั้ง 4 สมบัติ ไปใช้ในการควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการยางแห่งประเทศไทยทั้งภาครัฐและเอกชน
3. วิธีการผลิตยางธรรมชาติความหนืดคงที่ ซึ่งเป็นยางธรรมชาติที่เป็นที่ต้องการของตลาด เนื่องจากความแข็งของยางไม่เพิ่มขึ้นตามระยะเวลาการเก็บ จึงประหยัดพลังงานในการบดยาล
4. กรรมวิธีการควบคุมสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกในยางธรรมชาติซึ่งสามารถนำไปต่อยอดเป็นวัตถุดิบสำหรับผลิตผลิตภัณฑ์ยางต่อไป

เอกสารอ้างอิง

- กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. 2548. ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง การกำหนดมาตรฐานยางและวิธีการมัตยางและการบรรจุหีบห่ออย่างเพื่อการส่งออก พ.ศ. 2548 ประกาศ ณ วันที่ 27 กันยายน 2548 ประกาศในราชกิจจานุเบกษา วันที่ 24 สิงหาคม 2548.
- กฤษณา คงศิลป์ จักรี เลื่อนราม และจური จันทนา. 2532. ความเปลี่ยนแปลงความอ่อนตัวของยางระหว่างเก็บ. *รายงานผลการค้นคว้าทดลองและวิจัย ศูนย์ควบคุมยางสงขลา*: 1-4.
- กองการยาง. 2561. การทดสอบตามมาตรฐานยางแท่งเอสทีอาร์ Testing for Thai Rubber (STR). กรมวิชาการเกษตร.
- จันทร์รัตน์ วรสรรพวิทย. 2557. การศึกษาความเสถียรของวัสดุอ้างอิง/วัสดุอ้างอิงรับรอง โดยใช้การวิเคราะห์การถดถอย. *วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ*. 62(194): 26-29.
- พระราชบัญญัติควบคุมยาง พุทธศักราช 2542. (2542, 28 ตุลาคม). ราชกิจจานุเบกษา. เล่มที่ 116. ตอนที่ 105 ก. 13 หน้า. 1-13.
- พรรษา อุดลยธรรม. 2538. ยางแท่งความคงที่. *วารสารยางพารา*15(3): 163-174.
- วรางคณา สระบัว. 2551. การพัฒนาดินอ้างอิงภายใน. กลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพดินและน้ำ กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร กรุงเทพฯ. 57หน้า.
- ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ. 2560ก. ผลทดสอบความชำนาญ. รายงานผลการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ ครั้งที่ 1 PTCH-BR01-1701. กรมวิทยาศาสตร์บริการ.
- ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ. 2560ข. ผลทดสอบความชำนาญ. รายงานผลการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ ครั้งที่ 2 PTCH-BR01-1702. กรมวิทยาศาสตร์บริการ.
- ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ. 2561ก. ผลทดสอบความชำนาญ. รายงานผลการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ ครั้งที่ 1 PTCH-BR01-1801. กรมวิทยาศาสตร์บริการ.
- ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ. 2561ข. ผลทดสอบความชำนาญ. รายงานผลการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ ครั้งที่ 2 PTCH-BR01-1802. กรมวิทยาศาสตร์บริการ.
- ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ. 2562ก. ผลทดสอบความชำนาญ. รายงานผลการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ ครั้งที่ 1 PTCH-BR01-1901. กรมวิทยาศาสตร์บริการ.
- ศูนย์บริหารจัดการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ. 2562ข. ผลทดสอบความชำนาญ. รายงานผลการทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการ ครั้งที่ 2 PTCH-BR01-1902. กรมวิทยาศาสตร์บริการ.
- พรรษา อเนกชัย จักรี เลื่อนราม ปรีดีเปรม ทศนกุล และสุรศักดิ์ สุทธิสงค์. 2541. การผลิตยางแท่งเอสทีอาร์ 5 ชนิดความหนืดคงที่. *รายงานผลการวิจัยยางพารา*15(3): 1-14.
- อรสา ภัทรไพบูลย์ชัย ชลดา เลวิส โสภา อิศระ ธีรการณณ์ ชูใหม่ อัจฉรีย์ ศรีประพันธ์ และสมคิด ศรีสุวรรณ. 2546. การปรับสภาพยางธรรมชาติเพื่อลดพลังงานที่ใช้ผลิตผลิตภัณฑ์ยาง. *รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์*: 1-156

- ASTM D1278-91a, 2015. Standard Test Methods for Rubber from Natural Sources-Chemical Analysis. American Society for Testing and Materials (ASTM).
- AOAC International. 2016. Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements. AOAC Official Methods of Analysis.
- ISO/IEC13528:2015. Statistical methods for use in proficiency testing by Interlaboratory Comparisons. International Organization for Standardization (ISO).Geneva. Switzerland.
- 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.
- SMR. 1995. RRIM Test Methods for Standard Malaysian Rubber. Bulletin No.7. part B.2.
- SMR. 1995. RRIM Test Methods for Standard Malaysian Rubber. Bulletin No.7. part B.4.
- 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.
- Yunyongwattanakorn, J., Tanaka, Y., Kawahara, S., Klinklai, W., and Sakdapipanich, J. 2003. Effect of Non-rubber Components on Storage Hardening and Gel Formation of Natural Rubber During Accelerated Storage Under Various Conditions. *Rubber Chemistry and Technology* 76(5): 1228-1240.
- Yunyongwattanakorn, J. and Sakdapipanich, J. 2006. Physical Property Changes in Commercial Natural Rubber during Long Term Storage. *Rubber Chemistry and Technology* 79(1): 72-81.
- Yunyongwattanakorn, J. Sakdapipanich, J. T. Kawahara, S. Hikosaka, M. and Tanaka, Y. 2007. Effect of Gel on Crystallization Behavior of Natural Rubber after Accelerated Storage Hardening Test. *Journal of Applied Polymer Science* 106(1): 455-461.

New s*	0.0148	-	0.0141	0.0139	0.0138	0.0138	0.0138	0.0137	0.0137	0.0137	0.0137	0.0137
--------	--------	---	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	---------------

กรมวิชาการเกษตร

