รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

----

1. **แผนงานวิจัย** : วิจัยและพัฒนาตามพระราชบัญญัติควบคุมยางเพื่อเพิ่มศักยภาพการผลิตและส่งออกยาง
2. **โครงการวิจัย** : การผลิตวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการทดสอบยางธรรมชาติ

   กิจกรรม : -

   กิจกรรมย่อย (ถ้ามี) : -

3. **ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย)** : การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรก

   ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) : Preparation of Internal Reference material for Dirt Content Testing

4. **คณะผู้ดำเนินงาน**

หัวหน้าการทดลอง : นางสาวปฏิมาภรณ์ สังข์น้อย ศูนย์ควบคุมยางสงขลา กองการยาง กรมวิชาการเกษตร

ผู้ร่วมงาน :ศิรักษ์ แก้วประดับ[1]

พรทิพย์ ประกายมณีวงศ์[2]

จรัสศรี พันธ์ไม้[3]

สุรชัย ศิริพัฒน์[4]

สุภาพร พรหมพันธ์[2]

บทคัดย่อ

การประกันคุณภาพผลการทดสอบมีความสำคัญในการดำเนินการทดสอบของห้องปฏิบัติการและวัสดุอ้างอิงก็เป็นวิธีหนึ่งในการควบคุมคุณภาพ ดังนั้น วัสดุอ้างอิงสำหรับยางธรรมชาติที่เหมาะสมจึงมีความจำเป็นในการปฏิบัติงาน ในการศึกษาการเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรกในยางธรรมชาติ มีการเตรียมวัสดุอ้างอิงที่ 3 ระดับ คือ 0.03, 0.1, 0.2 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100กรัม โดยทดลองใช้วัสดุขนาดมาตรฐาน 4 ชนิด ได้แก่ Clay, Silica, $CaCO_3$ และ ขี้เลื่อย ซึ่งผลการทดสอบพบว่า ขี้เลื่อยเป็นตัวแทนของสิ่งสกปรกที่เหมาะสมที่สุด โดยพิจารณาจากขนาด การละลายในน้ำมันสน และ ร้อยละการคืนกลับ โดยวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้เมื่อนำมาทดสอบและประเมินผลทางสถิติ พบว่ามีความเป็นเนื้อเดียวกัน และเมื่อนำมาทดสอบความเสถียรที่

0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 วัน วันละ 3 ซ้ำ สรุปได้ว่ามีความเสถียร และค่าระดับของวัสดุอ้างอิงภายในที่ได้ คือ 0.034, 0.090, 0.175 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100กรัม เมื่อมีการนำไปใช้โดยการเปรียบเทียบผลการทดสอบในห้องปฏิบัติการยางแห่งเอสทีอาร์จำนวน 68 ราย พบว่า 84% มีค่า | Z | ≤2 อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ

Quality Assurance is significant in laboratory process and internal reference material is one of method for quality control. Therefore, properly 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, 0.1, 0.2 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. They were studied homogeneity and stability at 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 days . The result shown assigned value for the reference material at 0.34, 0.09, 0.175 g/100g. When They were used in 68 Laboratory found that 84 % of labolatory have | Z | less than 2.

1 ศูนย์ควบคุมยางสงขลา กองการยาง กรมวิชาการเกษตร

2 กองการยาง กรมวิชาการเกษตร

3 ศูนย์ควบคุมยางฉะเชิงเทรา กองการยาง กรมวิชาการเกษตร

4 ศูนย์ควบคุมยางหนองคาย กองการยาง กรมวิชาการเกษตร

5. คำนำ

วัสดุอ้างอิงภายใน (Internal reference material) คือ วัสดุอ้างอิงที่ห้องปฏิบัติการพัฒนาขึ้นเพื่อนำมาใช้ประโยชน์ ในห้องปฏิบัติการ ซึ่งวัสดุอ้างอิงต้องมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ความเสถียร และผ่านการจัดเตรียมมาอย่างดีเพื่อใช้ในการสอบเทียบ การประเมิน วิธีวิเคราะห์ และการกำหนดค่าให้กับวัสดุอื่น มีประโยชน์ในการพัฒนาและประเมินวิธีทดสอบ การหาค่าการทดสอบย้อนกลับในการวัด และการประกันคุณภาพ ความสอดคล้องในการวัด (กรมวิชาการเกษตร,2551)

ปริมาณสิ่งสกปรกในยางธรรมชาติ หมายถึง ปริมาณสารที่ได้จากการกรองด้วยตัวกรองที่มีแผ่นตะแกรงกรองขนาดรูตะแกรง 325 เมซ (mesh) หรือ 44 ไมครอน (micron) ซึ่งสารที่ได้จากการกรองนั้นประกอบด้วย สารแปลกปลอมอื่นๆ เช่น เปลือกไม้ ดิน ใบไม้ ปริมาณและชนิดของสิ่งสกปรกมีความสำคัญต่อกระบวนการนำยางไปแปรรูป ทำผลิตภัณฑ์ยาง ถ้าหากยางมีปริมาณสิ่งสกปรกสูง จะมีผลกระทบต่อกระบวนการแปรรูปและคุณภาพของผลิตภัณฑ์สำเร็จรูป ดังนั้นจึงจำเป็นอย่างยิ่ง ที่จะต้องควบคุมการผลิตยางให้มีปริมาณสิ่งสกปรกน้อยที่สุด ดังนั้นจึงมีการกำหนดค่าปริมาณสิ่งสกปรกเป็นเกณฑ์ในการพิจารณาคุณภาพยางแท่งเอสทีอาร์ ผู้ผลิตที่ต้องการส่งยางแท่งตามมาตรฐานยางเอสทีอาร์ ออกไปยังต่างประเทศ จำเป็นต้องดำเนินการทดสอบคุณภาพยางแท่ง โดยห้องปฏิบัติการที่ได้รับอนุญาต และเมื่อคุณภาพยางผ่านเกณฑ์ ห้องปฏิบัติการจะดำเนินการออกใบรับรองคุณภาพยางแท่งเอสทีอาร์ เพื่อดำเนินการส่งออกต่อไป ดังนั้นเพื่อให้ห้องปฏิบัติการที่ได้รับอนุญาตในการวิเคราะห์และทดสอบยางแท่งเอสทีอาร์ จากกรมวิชาการเกษตร มีการควบคุมคุณภาพผลการทดสอบ การใช้วัสดุอ้างอิงภายใน จึงเป็นทางเลือกหนึ่งในการประกันคุณภาพผลการทดสอบ และเพิ่มความมั่นใจในการปฏิบัติการทดสอบของห้องปฏิบัติการทดสอบคุณภาพ และเป็นที่ยอมรับของลูกค้าต่อไป

6. วิธีดำเนินการ :

- อุปกรณ์

อุปกรณ์สำหรับทดสอบปริมาณสิ่งสกปรก

1.กรองขนาด 45 ไมครอน(325 เมซ)

2.ตู้อบ 100±5 องศาเซลเซียส

3.เตาสำหรับละลายยาง

อุปกรณ์สำหรับเตรียมวัสดุอ้างอิง

1.กรองสำหรับน้ำยาง ขนาด 400 ไมครอน*(40 เมซ)* และ177ไมครอน*(80 เมซ)*

*2.*เครื่องซีลถุงสุญญากาศ

3. เครื่องบดผสมยาง

- วิธีการ

1. เตรียมยางแห้ง (Sample Blank) โดยการนำน้ำยางสดที่ผ่านการกรองขนาด 40 เมซ และ 80 เมซ ตามลำดับ จับตัวด้วยกรดฟอร์มิคและอบแห้ง ก่อนนำไปบดให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยผ่านลูกกลิ้งจำนวน 6 ครั้ง

2.นำยางแห้ง (Sample Blank) มาทดสอบเพื่อหาค่าขีดจำกัดในการตรวจพบ (Limit of Detection, LOD) และขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantitation, LOQ) ของวิธีการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยาง (ASTM D1278-91a)

3.การเตรียมวัสดุอ้างอิง

นำยางแห้ง (Sample Blank) ที่เตรียมได้มาบดผสมกับวัสดุที่ผ่านการล้างด้วยน้ำมันสนและคัดขนาด 100-200 ไมครอนได้แก่ ขี้เลื่อย, ซิลิกา, เคลย์ และ แคลเซียมคาร์บอเนต ปริมาณ 0.03, 0.1, 0.2 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม จนเป็นเนื้อเดียวกันและรีดเป็นแผ่นแล้วมากำหนดตำแหน่งหมายเลขตัวอย่าง และตัดตัวอย่างขนาด 10 กรัม โดยเรียงตามลำดับตำแหน่งที่ให้ไว้และบรรจุยางในถุงอลูมิเนียมฟอยล์ พร้อมปิดถุงแบบสุญญากาศ

4. ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยสุ่มตัวอย่างวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้จำนวน 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ หาปริมาณสิ่งสกปรกในยางโดยวิธี ASTM D1278-91a นำผลการทดสอบที่ได้ไปวิเคราะห์ทางสถิติ เพื่อประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันโดยทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

4.1.ใช้สถิติตาม ISO 13528

ตามหลักเกณฑ์

เมื่อ Ss= between sample standard deviation

=Target SDp, SD from Horwitz

4.2 ใช้สถิติ ANOVA

โดยเป็นการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว (One Way ANOVA)($p<0.05$) โดยพิจารณา ถ้า $F_{cal} < F_{crit}$ จะได้ว่าความแปรปรวนมีค่าไม่แตกต่างกัน ตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน

5. หาค่าระดับ(assigned value)ของปริมาณสิ่งสกปรกในยางโดยใช้วิธีหาค่าระดับจากค่าพ้องกันของห้องปฏิบัติการที่มีความชำนาญ โดยคัดเลือกห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมโปรแกรมทดสอบความชำนาญและมีค่าการทดสอบในรายการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยางผ่านเกณฑ์ไม่น้อยกว่า4ครั้งจำนวน 10 ห้องปฏิบัติการและทำการส่งชิ้นตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการที่ได้รับคัดเลือกทดสอบหาปริมาณสิ่งสกปรกในยางก่อนนำผลมาประเมินผลทางสถิติ จาก ค่าเฉลี่ยโรบัสต์ (Robust mean , x*) และ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ (Robust standard deviation , s*)

6. การทดสอบความเสถียรของปริมาณสิ่งสกปรกในยาง โดยวิธี ASTM D1278-91a นำวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้ เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง มาทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยางที่เวลา 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 วัน วันละ 3ซ้ำหลังการเตรียมตัวอย่างและทำการวิเคราะห์ผลทางสถิติ หากอยู่ในช่วง mean±2SD ของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันถือว่าปริมาณสิ่งสกปรกในยางมีค่าเสถียร

7. นำวัสดุอ้างอิงที่เตรียมได้เพื่อส่งให้ห้องปฏิบัติการยางแห่งเอสทีอาร์ทั้งของรัฐและเอกชนจำนวน68 ห้องปฏิบัติการ เพื่อทดสอบการใช้งานก่อนนำมาประเมินผลทางสถิติประเมินผลโดย z - score

$$Z = ((Xi-X^{\wedge *}))/\sigma$$

Xi = ผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมทดสอบ

X* = ค่าระดับ (assigned value) ใช้ค่า robust mean

σ= ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของการเปรียบเทียบระหว่างห้องปฏิบัติการ

โดยใช้เกณฑ์การประเมินผลค่า z-score ดังนี้

|Z| ≤2 ผลการทดสอบเป็นที่น่าพอใจ(Satisfactory)

2 < |Z| < 3 ผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย(Questionable)

|Z| ≥ 3 ผลการทดสอบไม่เป็นที่น่าพอใจ(Unsatisfactory)

- เวลาและสถานที่ ระยะเวลาที่ดำเนินการ ปีที่เริ่มต้น 2561 ปีที่สิ้นสุด 2561และสถานที่ทำการทดลอง ศูนย์ควบคุมยางสงขลา

6. ผลการทดลองและวิจารณ์

1. จาการเตรียมยางแห้ง*(Sample Blank)*และหาค่าขีดจำกัดในการตรวจพบ (Limit of Detection, LOD) และขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantitation, LOQ)

พบว่า ค่าเฉลี่ยของปริมาณสิ่งสกปรก 0.0014 กรัม/น้ำหนักยาง100กรัม ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน 0.0007 ค่า *LOD* 0.0035 กรัม/น้ำหนักยาง100กรัม และ ค่า *LOQ* 0.0084 กรัม/น้ำหนักยาง100กรัม

2. การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายใน

จากการทดสอบการละลายในน้ำมันนของวัสดุมาตรฐาน 4 ชนิด ได้แก่ ขี้เลื่อย ซิลิกา เคลย์ และแคลเซียม ใน น้ำมันสนพบว่า ซิลิกาบางส่วนละลายในน้ำมันสน จึงไม่สามารถใช้ซิลิกาเป็นวัสดุแทนสิ่งสกปรกได้ และเมื่อนำ ขี้เลื่อย เคลย์ และแคลเซียมคาร์บอเนต ที่ผ่านการคัดขนาด 100 -200 ไมครอน ก่อนนำมาผสมในยางธรรมชาติที่เตรียมได้ ที่ระดับ 0.03, 0.10 และ 0.20 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม อย่างละ 3 ซ้ำ และคำนวณค่าร้อยละการคืนกลับ (% Recovery)

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

จากตารางที่ 1 พบว่า ค่าปริมาณสิ่งสกปรกของวัสดุมาตรฐานเคลย์ และวัสดุมาตรฐานแคลเซียมคาร์บอเนต มีค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ (% Recovery) ในช่วง 2-18 และ 4 – 23 ตามลำดับ ซึ่งน้อยกว่าปริมาณที่เติมมาก สำหรับค่าปริมาณสิ่งสกปรกเฉลี่ยของวัสดุมาตรฐานขี้เลื่อย มีค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ ในช่วง 72-86 ซึ่งใกล้เคียงปริมาณที่เติม ดังนั้น จึงเลือกวัสดุมาตรฐานขี้เลื่อยเป็นวัสดุแทนปริมาณสิ่งสกปรก สำหรับเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในเพื่อศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันและความเสถียรต่อไป

ตารางที่ 1 ค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ ของปริมาณสิ่งสกปรกในวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้แปรตามชนิดและปริมาณของวัสดุมาตรฐาน

ชนิดของวัสดุมาตรฐาน	ปริมาณสิ่งสกปรกของวัสดุมาตรฐาน ที่ระดับ (กรัมต่อยาง 100 กรัม)								
	0.03			0.10			0.20		
	ค่าเฉลี่ย (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	SD	ค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ	ค่าเฉลี่ย (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	SD	ค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ	ค่าเฉลี่ย (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	SD	ค่าเฉลี่ยร้อยละการคืนกลับ
ขี้เลื่อย	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

3. ผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

3.1 เมื่อทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้หลักสถิติตาม ISO 13528

โดยการนำตัวอย่างวัสดุอ้างอิงที่ได้จากยางธรรมชาติผสมขี้เลื่อย สุ่มมาจำนวน 10 ตัวอย่าง มาหาปริมาณสิ่งสกปรกโดย แต่ละตัวอย่างวิเคราะห์ 2 ซ้ำ ดังแสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 แสดงผลการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกของวัสดุอ้างอิงภายในจากยางธรรมชาติผสมขี้เลื่อย ที่ระดับต่างๆ เพื่อหาความเป็นเนื้อเดียวกัน

ตัวอย่าง	ระดับ 0.03		ระดับ 0.1		ระดับ 0.2	
	ซ้ำ1	ซ้ำ2	ซ้ำ1	ซ้ำ2	ซ้ำ1	ซ้ำ2
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

นำผลการทดสอบคำนวณค่า Ss จากสูตร

$$Ss = \sqrt{\frac{MSB - MSw}{n0}}$$

MSB =mean square between sample จากตารางANOVA

MSw= mean square within sample จากตารางANOVA

no =จำนวนซ้ำ

ที่ระดับ 0.03 กรัม/น้ำหนักยาง100กรัม ได้ค่า Ss =0.0003

ที่ระดับ 0.1 กรัม/น้ำหนักยาง100กรัม ได้ค่า Ss =0.0019

ที่ระดับ 0.2 กรัม/น้ำหนักยาง100กรัม ได้ค่า Ss =0.0017

$\hat{\sigma}$ มาจาก สูตร   RSDp $=2^{(1-0.5logC)}$

SDp = RSDp x mean/100

ที่ระดับ 0.03 ได้ค่า $\hat{\sigma}$ หรือ SDp = 0.002   จะได้ 0.3 $\hat{\sigma}$ = 0.0006

ที่ระดับ 0.1 ได้ค่า $\hat{\sigma}$ หรือ SDp = 0.005   จะได้ 0.3 $\hat{\sigma}$ = 0.0015

ที่ระดับ 0.2 ได้ค่า $\hat{\sigma}$ หรือ SDp = 0.009   จะได้ 0.3 $\hat{\sigma}$ = 0.0027

สรุปได้ว่า ทั้ง 3 ระดับมีค่า $s_s \leq 0.3\hat{\sigma}$ ดังนั้น วัสดุที่เตรียมได้ทั้ง 3 ระดับ ผ่านเกณฑ์การประเมิน จึงสรุปได้ว่า วัสดุที่เตรียมได้ทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2 เมื่อประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันโดย ANOVA ได้ผลดังนี้

ตารางที่ 3 แสดงผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันโดยANOVA 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 4 แสดงผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันโดยANOVA ที่ระดับ 0.1 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 5 แสดงผลการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันโดยANOVA ที่ระดับ 0.2 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

โดยเปรียบเทียบค่า Fcal และ Fcrit จากตาราง

ถ้า Fcal < Fcrit จะได้ว่าความแปรปรวนมีค่าไม่แตกต่างกัน

สรุปได้ว่าจากการประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันโดย ANOVA วัสดุที่เตรียมได้ทั้ง 3 ระดับ มีความเป็นเนื้อเดียวกัน

4. **การให้ค่าระดับ (*assigned value)***

จากการศึกษาได้ใช้ค่าระดับที่ได้จากการใช้วิธีหาค่าระดับจากค่าพ้องกันของห้องปฏิบัติการที่มีความชำนาญ โดยคัดเลือกห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมโปรแกรมทดสอบความชำนาญและมีค่าการทดสอบในรายการทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกในยางผ่านเกณฑ์ไม่น้อยกว่า 4 ครั้ง จำนวน 10 ห้องปฏิบัติการ และส่งวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้ ให้ห้องปฏิบัติการที่ได้รับการคัดเลือก ดำเนินการทดสอบ ได้ผลเฉลี่ยดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 ผลเฉลี่ยปริมาณสิ่งสกปรกในวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้ที่ระดับต่างๆ จากห้องปฏิบัติการจำนวน 10 ห้องปฏิบัติการ

ห้องปฏิบัติการที่	ระดับ 0.03	ระดับ 0.1	ระดับ 0.2
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

เมื่อนำข้อมูลที่ได้มาประเมินหาค่าเฉลี่ยและค่าระดับจาก ค่าเฉลี่ยโรบัสต์ (Robust mean , x*) และ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ (Robust standard deviation , s*) ได้ว่า

- ที่ระดับ 0.03 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม
  มีค่าเฉลี่ย 0.034 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน 0.004
  และให้ค่าระดับจาก ค่าเฉลี่ยโรบัสต์ (according to ISO 13528) คือ 0.034 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ 0.003
- ที่ระดับ 0.10 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม
  มีค่าเฉลี่ย ร้อยละ 0.09 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน 0.007
  และให้ค่าระดับจากค่า robust mean (according to ISO 13528) 0.090 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ 0.006
- ที่ระดับ 0.20 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม
  มีค่าเฉลี่ย ร้อยละ 0.175 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน 0.007
  และให้ค่าระดับจากค่า robust mean (according to ISO 13528) 0.175 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโรบัสต์ 0.007

5. ความเสถียรของวัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาสิ่งสกปรกในยาง

จากการทดสอบความเสถียรที่เวลาต่างๆ กัน ได้แก่ 0, 15, 30, 45, 60, 75 และ 90 วัน ได้ผลตามตารางที่ 7 ดังนี้

ตารางที่ 7 ผลการทดสอบความเสถียรที่เวลาต่างๆ กัน

ผลการทดสอบวัสดุอ้างอิงที่	ระดับ 0.03			ระดับ 0.1			ระดับ 0.2		
0 วัน	0.034	0.036	0.034	0.095	0.093	0.091	0.178	0.181	0.179
15 วัน	0.032	0.032	0.033	0.082	0.081	0.085	0.179	0.182	0.181
30 วัน	0.028	0.029	0.029	0.086	0.086	0.085	0.181	0.178	0.180

45 วัน	0.035	0.036	0.036	0.094	0.090	0.092	0.177	0.178	0.179
60 วัน	0.031	0.031	0.032	0.08	0.86	0.085	0.174	0.183	0.176
75 วัน	0.034	0.031	0.035	0.09	0.096	0.092	0.183	0.174	0.175
90 วัน	0.033	0.035	0.033	0.088	0.089	0.088	0.179	0.181	0.179

จากการทดลองพบว่า

วัสดุอ้างอิงภายในที่ระดับ 0.03 ผลการทดสอบที่ได้อยู่ในช่วง 0.030 - 0.038 (mean±2SD)

วัสดุอ้างอิงภายในที่ระดับ 0.1 ผลการทดสอบที่ได้อยู่ในช่วง 0.084 - 0.101 (mean±2SD)

วัสดุอ้างอิงภายในที่ระดับ 0.2 ผลการทดสอบที่ได้อยู่ในช่วง 0.172 - 0.184 (mean±2SD)

ยกเว้น ผลการทดสอบที่ 15 วัน ที่ระดับ 0.1 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม ที่ 30 วัน ที่ระดับ 0.03 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม และที่ 60 วัน ที่ระดับ 0.1 กรัมต่อน้ำหนักยาง 100 กรัม ไม่อยู่ในเกณฑ์ ซึ่งอาจเป็นสาเหตุจากการเปลี่ยนแปลงผู้ปฏิบัติการทดสอบหรือเครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ แต่เมื่อพิจารณา ผลการทดสอบในช่วงเวลาดังกล่าวไม่เกินช่วง mean±3SD และ ที่ 75 และ 90 วัน ผลการทดสอบไม่เกินช่วง mean±2SD

จึงสรุปได้ว่า วัสดุอ้างอิงภายในสำหรับการหาปริมาณสิ่งสกปรกมีความเสถียร

7. **สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ** : การเตรียมวัสดุอ้างอิงภายในหาปริมาณสิ่งสกปรกในยางธรรมชาติโดยการบดผสมยางแห้งที่ตรียมได้กับขี้เลื่อยที่ผ่านการเตรียมพบว่าวัสดุอ้างอิงที่ได้มีลักษณะทางกายภาพและสีใกล้เคียงกับยางธรรมชาติทั่วไป และเมื่อนำมาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและความเสถียร พบว่ามีความเป็นเนื้อเดียวกันและ ปริมาณสิ่งสกปรกในวัสดุอ้างอิงที่เตรียมได้ไม่เปลี่ยนแปลงภายในระยะเวลา 90 วัน

8. **การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์** : ดำเนินผลิตวัสดุอ้างอิงภายในและส่งให้ห้องปฏิบัติการยางแท่งเอสทีอาร์ทั้งของรัฐและเอกชนจำนวน68ห้องปฏิบัติการเพื่อทดสอบหาปริมาณสิ่งสกปรกของวัสดุอ้างอิงภายในที่เตรียมได้ พบว่า ผู้ใช้วัสดุอ้างอิงภายในจำนวน ร้อยละ 84 ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าพอใจ มีค่า $|Z| \leq 2$ ร้อยละ 4ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย มี $2 < |Z| < 3$ และร้อยละ 12 ผลทดสอบอยู่ในเกณฑ์ไม่เป็นที่น่าพอใจมี $|Z| \geq 3$ และดำเนินการให้ห้องปฏิบัติการนำไปใช้ในระบบต่อไป

9. **เอกสารอ้างอิง** :

จันทรัตน์ วรสรรพวิทย์ และ นวรัฐ เทศพิทักษ์. 2555. การเปรียบเทียบผลการทดสอบระหว่าห้องปฏิบัติการ โดยใช้ *Modified z-scores.* วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ ปีที่ 60 ฉบับที่ 189 หน้า 38-40

พนิดา ไชยยันต์บูรณ์ จินตนา ภู่มงกุฎชัย และ บุญทวีศักดิ์ บุญทวี. 2558. การจัดทำตัวอย่างอ้างอิงภายใน สำหรับการตรวจวิเคราะห์สารพิษตกค้างกลุ่ม *organophosphorus pyrethroid* และ *carbamate* ในผัก และการทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการ. รายงานผลการปฏิบัติงาน ประจำปี งบประมาณ 2558. กองวิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร หน้า 67-79

วรางคนา สระบัว. 2551. การพัฒนาดินอ้างอิงภายใน. สำนักวิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร. กรมวิชาการเกษตร

ISO Gide 35. 2006. Reference materials-General and statistical principles for certification. Interntional Organization for Standardization (ISO), Geneva, Switzerland.

ISO 13528. 2005. 2005. Statistical methods for use in proficiency testing by Interlaboratory Comparisons.

National Measurement Institute. 2016. Statistical Manual Chemical Proficiency testing, Department of Industry, Australian Government.

Pochaman Tagheen,Sukanya Pondet and Srisuda Romraluk. 2016. *Devlopment of a reference material for water soluble Chlorides(as NaCl) in feeding stuffs. Bulletin of Applied Sciences Vol. 5 No.5 39-46*