

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

Method Validation on Analysis of Water Soluble Potash in Fertilizer

นางนัตยา จันทร์ส่อง¹ นางสาวสุพัตรา สุภาการ¹

บทคัดย่อ

ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยซึ่งดัดแปลงจากวิธีการของ Method of Fertilizer Analysis AOAC Official Methods of Analysis (2005) และ Official Methods of Analysis of Fertilizer 1978 (OMAF) เพื่อให้ได้เทคนิควิธีการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง รวดเร็ว แม่นยำ สามารถอ้างอิงได้ตามมาตรฐานสากล โดยศึกษาหาความถูกต้อง (Accuracy), ความแม่นยำ (Precision), ช่วงความเป็นเส้นตรง (Range and Linearity) และ ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (Limit of Detection) ดำเนินการวิเคราะห์ Certified Reference Material (CRM) ของปุ๋ยสูตร 0 - 52 - 34 นำมาประเมินความถูกต้องและแม่นยำ โดยหาค่า Recovery ได้เท่ากับ 99.80 % หาค่าแสดงความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM เท่ากับ 0.83 และได้ช่วงความเชื่อมั่นเท่ากับ 28.677 ± 0.157 % จากการประเมินความแม่นยำโดยใช้สมการของ Horwitz's Ratio พบว่าวิเคราะห์โดยใช้เครื่องมือ บุคคล และเวลาเดียวกันได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.48 และวิเคราะห์โดยใช้ Certified Reference Material (CRM) ของปุ๋ยสูตร 0 - 52 - 34 ในการวิเคราะห์เวลาต่างกันได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.54 หาค่า Range and Linearity พบว่าช่วงที่เป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์หาโพแทสเซียม ช่วง 0 - 15 ppm มีค่า Correlation coefficient เท่ากับ 0.9997 เป็นช่วงการใช้งาน หาปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) เท่ากับ 0.062 % และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (LOQ) เท่ากับ 0.091 % ซึ่งค่าที่ได้ทั้งหมดนั้นผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐานสากล ดังนั้นจึงถือว่าวิธีโพแทชที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยดังกล่าวนี้เป็นวิธีวิเคราะห์มาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025

¹ กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 4

คำนำ

การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุอาหารในปุ๋ยมีบทบาทสำคัญในการควบคุมคุณภาพของปุ๋ยที่ผลิต หรือนำเข้าเพื่อให้เกษตรกรมีความมั่นใจในคุณภาพปุ๋ยที่นำไปใช้ ดังนั้นผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุอาหารในปุ๋ยจะต้องมีความถูกต้อง แม่นยำ และรวดเร็ว ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ย สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 4 จึงมีความจำเป็นต้องพัฒนาเทคนิควิธีการวิเคราะห์เพื่อให้มั่นใจว่าได้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แม่นยำ และรวดเร็ว

เทคนิควิธีการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน เป็นวิธีที่นักวิชาการรุ่นก่อน ๆ ได้ปรับปรุงดัดแปลง และพัฒนามาจากวิธีการวิเคราะห์ของ AOAC, 2000 และ OMAF, 1978 เพื่อให้มั่นใจในวิธีการวิเคราะห์ที่ใช้อยู่อย่างเหมาะสมกับสภาพการวิเคราะห์ในปัจจุบัน สร้างความเชื่อมั่นด้านการตรวจสอบควบคุมคุณภาพปุ๋ยทำให้ลดข้อโต้แย้งในการนำเข้า ส่งออก และการควบคุมตามกฎหมายพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติม โดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550 ที่กรมวิชาการเกษตรรับผิดชอบ ดังนั้นห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ย สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 4 จึงจำเป็นต้องตรวจพิสูจน์ความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ ให้เป็นไปตามมาตรฐานสากล

วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์และสารเคมี

1. เครื่อง Flame Photometer (Sherwood Model 410)
2. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง
3. ตู้อบลมร้อน (Memmert)
4. เครื่องแก้ว
5. ตัวอย่างปุ๋ยสูตร 21 – 0 – 0 (Sample Blank Lab.No. 54-04-CF-G-0175)
6. ตัวอย่างอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material : CRM) ของปุ๋ยสูตร 0 – 52 – 34 (SRM 200a)
7. สารมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์
8. HCL (AR grade) 37 %
9. CaCO₃ (AR grade)

วิธีการ

1. การศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีการโพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ย

1.1 ชั่ง CRM ของโพแทสเซียมคลอไรด์ ให้ได้น้ำหนัก 0.2xxx ถึง 1.xxxx กรัม ใส่ Volumetric Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร จำนวน 10 ซ้ำ พร้อมทำ Reagent Blank

1.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย

1.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณผล

1.4 เปรียบเทียบค่าที่ได้กับค่าที่รับรองของ CRM

1.5 ชั่งตัวอย่างปุ๋ยที่มีลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) แตกต่างกัน และชั่ง CRM เติมลงไป พร้อมกับทำ Sample Blank ดำเนินการวิเคราะห์เช่นเดียวกับข้อ 1.2 – 1.4

2. การศึกษาหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย

2.1 ชั่ง CRM ของโพแทสเซียมคลอไรด์ ให้ได้น้ำหนัก 0.2xxx ถึง 1.xxxx กรัม ใส่ Volumetric Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร จำนวน 10 ซ้ำ พร้อมทำ Reagent Blank

2.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย

2.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่า Precision ให้เป็นที่ยอมรับได้

2.4 ทำเช่นเดียวกับข้อ 2.1 – 2.3 โดยใช้ตัวอย่างปุ๋ย และทำการวิเคราะห์ที่เวลาต่างกัน

3. การศึกษาหาค่า Range, Linearity ของวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายในน้ำ

3.1 ชั่งตัวอย่าง (Sample Blank) ให้ได้น้ำหนัก 0.2xxx ถึง 1.xxxx กรัม ใส่ Volumetric Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร จำนวน 7 ซ้ำ

3.2 นำแต่ละซ้ำมาเติมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 7 ระดับความเข้มข้น คือ 0, 4, 8, 12, 16, 20 และ 24 ppm โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 1000 ppm มา 0, 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 มิลลิลิตร ตามลำดับ

3.3 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย โดยใช้สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม ความเข้มข้น 0, 3, 6, 9, 12, 15, 20 และ 25 ppm

3.4 นำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นของตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม กับค่าความเข้มของแสงที่อ่านจากเครื่อง Flame Photometer (Reading)

3.5 พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง

3.6 ชั่งตัวอย่าง (Sample Blank) ให้ได้น้ำหนัก 0.2xxx ถึง 1.xxxx กรัม ใส่ Volumetric Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร จำนวน 9 ซ้ำ แล้วเติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม ให้ได้ความเข้มข้น 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 ppm ซึ่งอยู่ในช่วงที่เป็นเส้นตรง (จากข้อ 3.4) โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 1000 ppm มา 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 และ 8 มิลลิลิตร ตามลำดับ

3.7 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย โดยใช้สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม ความเข้มข้น 0, 3, 6, 9, 12, 15 และ 20 ppm

3.8 วิเคราะห์ 3 ซ้ำ และหาค่าเฉลี่ย

3.9 บันทึกผล สร้างกราฟระหว่างค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม กับ ค่าเฉลี่ยของ Reading

3.10 คำนวณหา Correlation coefficient (r)

4. การศึกษาหาค่า Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ)

4.1 ชั่ง Sample Blank ให้ได้น้ำหนัก 0.2xxx ถึง 1.xxxx กรัม ใส่ Volumetric Flask ขนาด 500 มิลลิลิตรและเติม CRM สูตร 0 - 0 - 60 หรือ 0-52-34 ที่เตรียมให้ได้ความเข้มข้นต่ำที่สุดที่เครื่องสามารถอ่านได้ (กรณีที่ไม่ได้ sample blank อ่านค่าไม่ได้)

4.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ย

4.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

ระยะเวลาและสถานที่ดำเนินการ

ระยะเวลา เดือนตุลาคม 2553 - กันยายน 2554 ระยะเวลา 1 ปี

สถานที่ดำเนินการ ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ย สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 4
อุบลราชธานี กรมวิชาการเกษตร

ผลการดำเนินงานและวิจารณ์

ตรวจพิสูจน์ความถูกต้องวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ย โดยการหาค่า Accuracy, Precision, Range and Linearity และ Limit of Detection (LOD) ใช้วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำได้ ที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ยใช้อยู่ในปัจจุบัน (OMAF, 1978) จากการวิเคราะห์ตัวอย่างอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material: CRM) ของปุ๋ย สูตร 0 - 52 - 34 พบว่า

1. การหาค่า Accuracy โดยทำการวิเคราะห์ CRM สูตร 0 - 52 - 34 ใช้วิธีวิเคราะห์ของกลุ่มงานวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ย ทำการวิเคราะห์ 10 ซ้ำ ผลวิเคราะห์มีค่าระหว่าง 28.323-29.044 % K (ตารางที่ 1) Certified Value ของ CRM เท่ากับ 28.735 ± 0.018 %K

นำผลที่ได้มาหาค่า Recovery

$$= \frac{\text{ค่าเฉลี่ย}}{\text{ค่าจริง}} \times 100$$

$$= \frac{28.677}{28.735} \times 100$$

$$= 99.80 \%$$

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery เท่ากับ 98-102% (AOAC, 1993) แสดงว่า Recovery ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

ประเมินความแตกต่างผลการวิเคราะห์ระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM โดยใช้ t-test และประเมินค่า $t < t_c$ ที่ความเชื่อมั่น 95 % ตามสูตร

$$\begin{aligned} t &= \frac{(\text{ค่าเฉลี่ย} - \text{ค่าจริง})}{\left(\frac{SD}{\sqrt{n}}\right)} \\ &= \frac{(28.677 - 28.735)}{\left(\frac{0.220}{\sqrt{10}}\right)} \\ &= 0.83 \end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ $t < t_c$

$$df = 10 - 1 = 9$$

t_c ที่ $df = 9$ ที่ความเชื่อมั่น 95 % คือ 2.26 แสดงว่าผลการวิเคราะห์ผ่านเกณฑ์การยอมรับประเมินช่วงความเชื่อมั่นของผลการวิเคราะห์ตามสูตร

$$\begin{aligned} \text{ช่วงความเชื่อมั่น} &= \text{ค่าเฉลี่ย} \pm \left[2.26 \times \left(\frac{SD}{\sqrt{n}}\right)\right] \quad (\text{ตติยะ, 2548}) \\ &= 28.677 \pm \left[2.26 \times \frac{(0.220)}{\sqrt{10}}\right] \\ &= 28.677 \pm 0.157 \% K \end{aligned}$$

จากค่าจริงของ CRM เท่ากับ $28.735 \pm 0.018 \%K$ แสดงว่าผลวิเคราะห์ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. การหาค่า Precision

หาค่า Precision ทำการวิเคราะห์โดยใช้ บุคคล เวลา และเครื่องมือเดียวกัน แล้วคำนวณหาค่า %RSD แล้วประเมินโดยใช้ Horwitz's Ratio (ตติยะ, 2548) จากตารางที่ 1

$$\begin{aligned} \%RSD &= (SD/X) \times 100 \\ &= (0.220/28.677) \times 100 \\ &= 0.77 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Predicted Horwitz RSD} &= 0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log C)} \\ &= 0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log 0.29)} \end{aligned}$$

$$= 1.59$$

$$C = \text{concentration ratio} = 28.677 / 100 = 0.28756$$

$$\begin{aligned} \text{HORRAT (Horwitz's Ratio)} &= \frac{\% \text{ RSD}}{\text{Predicted Horwitz RSD}} \\ &= \frac{0.77/1.59}{0.48} \end{aligned}$$

เกณฑ์การประเมิน Horrat ≤ 2 แสดงว่าผ่านเกณฑ์การยอมรับ

หาค่า Reproducibility (Intermediate) ทำการวิเคราะห์โดยใช้ตัวอย่างปุย และเวลาในการวิเคราะห์ต่างกันแล้วคำนวณหาค่า %RSD แล้วประเมินโดยใช้ Horwitz's Ratio (ตติยะ, 2548) จากตารางที่ 2 %RSD เท่ากับ 0.84 %

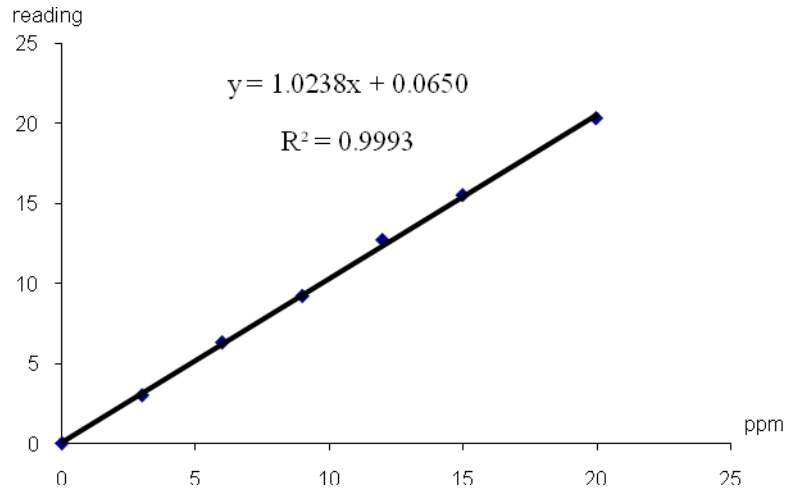
$$\begin{aligned} \text{Predicted Horwitz RSD} &= 0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log C)} \\ &= 0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log 0.35)} \\ &= 1.55 \end{aligned}$$

$$C = \text{concentration ratio} = 34.69 / 100 = 0.3469$$

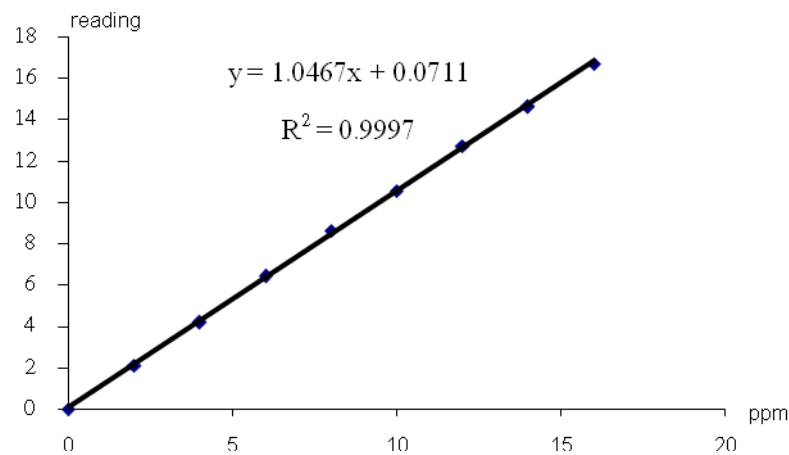
$$\begin{aligned} \text{HORRAT (Horwitz's Ratio)} &= \frac{\% \text{ RSD}}{\text{Predicted Horwitz RSD}} \\ &= \frac{0.84/1.55}{0.54} \end{aligned}$$

เกณฑ์การประเมิน Horrat ≤ 2 แสดงว่าผ่านเกณฑ์การยอมรับ

3. การหาค่า Range and Linearity โดยสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (แกน x) และค่าความเข้มของแสงที่อ่านจากเครื่อง (แกน y) หาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง พบว่าอยู่ในช่วง 0-24 ppm โพแทสเซียม (รูปที่ 1) เลือกเอาช่วง 0-15 ppm โพแทสเซียม นำมาหาค่า Linearity ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.9997 (รูปที่ 2) ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับ (ตติยะ, 2548) จึงเลือกเป็นช่วงใช้งานในห้องปฏิบัติการ



รูปที่ 1 แสดงการหาช่วงความเป็นเส้นตรง (Range) ของการวิเคราะห์โพแทสเซียม



รูปที่ 2 แสดงผลการวิเคราะห์หาค่า Linearity ของการวิเคราะห์โพแทสเซียม

4.การหาปริมาณความโพแทสเซียมต่ำที่สุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of Detection; LOD) และปริมาณโพแทสเซียมต่ำที่สุดที่สามารถรายงานผลได้ (Limit of Quantitation ; LOQ)

4.1 การหาปริมาณความโพแทสเซียมต่ำที่สุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of Detection; LOD) โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ย Lab.No. 54-04-CF-G-0175 (Fortified sample) และเติม CRM สูตร 0 - 0 - 60 ที่เตรียมให้ได้ความเข้มข้น 0.05 % เป็นความเข้มข้นต่ำที่สุดที่เครื่องสามารถอ่านได้ (กรณี sample blank อ่านค่าไม่ได้) ทำการวิเคราะห์ 10 ซ้ำ ได้ค่าเฉลี่ย \bar{x} เท่ากับ 0.0499 % และ SD เท่ากับ 0.0041 สามารถหาค่า LOD ได้ดังนี้

$$\text{LOD} = \bar{x} + 3\text{SD} \text{ (กรณีที่ sample blank อ่านค่าได้)}$$

$$= 0.0499 + 3(0.0041) \%$$

$$= 0.062 \%$$

4.2 การปริมาณโพแทสเซียมต่ำที่สุดที่สามารถรายงานผลได้ (Limit of Quantitation; LOQ) โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ย Lab.No. 54-04-CF-G-0175 (Fortified sample) และเติม CRM สูตร 0 - 0 - 60 ที่เตรียมให้ได้ความเข้มข้น 0.05 % เป็นความเข้มข้นต่ำที่สุดที่เครื่องสามารถอ่านได้ (กรณี sample blank อ่านค่าไม่ได้) ทำการวิเคราะห์ 10 ซ้ำ ได้ค่าเฉลี่ย \bar{x} เท่ากับ 0.0499 % และ SD เท่ากับ 0.0041 จากการหา Limit of Detection (LOD) สามารถคำนวณค่า Predicted LOQ ได้ดังนี้

$$\text{Predicted LOQ} = \bar{x} + 10SD \text{ (กรณีที่ Sample blank อ่านค่าได้)}$$

$$= 0.0499 + 10(0.0003) \%$$

$$= 0.091 \%$$

- การประเมินค่า Accuracy โดยใช้ Recovery

$$= \frac{\text{ค่าเฉลี่ย}}{\text{ค่าจริง}} \times 100$$

$$= \frac{0.0499}{0.0500} \times 100$$

$$= 99.74 \%$$

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery เท่ากับ 95-105 % (AOAC, 1993) แสดงว่า Recovery ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

- การประเมินค่า Precision โดยใช้ HORRAT

ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ย Lab.No. 54-04-CF-G-0175 (Fortified sample) และเติม CRM สูตร 0 - 0 - 60 ที่เตรียมให้ได้ความเข้มข้น 0.05 % ความเข้มข้นต่ำที่สุดที่เครื่องสามารถอ่านได้ (กรณีที่ sample blank อ่านค่าไม่ได้) ทำการวิเคราะห์ 10 ซ้ำ ได้ค่าเฉลี่ย \bar{x} เท่ากับ 0.0499 % และ SD เท่ากับ 0.0041 หาค่า Precision แล้วคำนวณหาค่า %RSD แล้วประเมินโดยใช้ Horwitz's Ratio (ตติยะ, 2548) จากตารางที่ 7

$$\begin{aligned} \%RSD &= (SD/X) \times 100 \\ &= (0.0041/0.0499) \times 100 \\ &= 8.25 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Predicted Horwitz RSD} &= 0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log C)} \\ &= 0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log 0.0005)} \\ &= 4.14 \end{aligned}$$

$$C = \text{concentration ratio} = 0.0499 / 100 = 0.0005$$

$$\begin{aligned} \text{HORRAT (Horwitz's Ratio)} &= \frac{\% \text{ RSD}}{\text{Predicted Horwitz RSD}} \\ &= 8.25/4.14 = 1.99 \end{aligned}$$

เกณฑ์การประเมิน Horrat ≤ 2 แสดงว่าผ่านเกณฑ์การยอมรับ

สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ

ดำเนินการพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยเคมี เพื่อให้ได้เทคนิควิธีการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง รวดเร็ว แม่นยำ สามารถอ้างอิงได้ตามมาตรฐานสากล ทำให้เป็นที่ยอมรับ โดยทำการศึกษาค่าความถูกต้อง (Accuracy), ความแม่นยำ (Precision), ช่วงความเป็นเส้นตรง (Range and Linearity) และ ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (Limit of Detection) ทำการทดลองโดยใช้วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ย ซึ่งเป็นวิธีที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ยดัดแปลงจากวิธีการของ Official Methods of Analysis of Fertilizer (OMAF) วิเคราะห์ Certified Reference Material (CRM) ของปุ๋ยสูตร 0 - 52 - 34 นำมาประเมินความถูกต้องจาก 3 วิธี คือ หาค่า Recovery ได้เท่ากับ 99.80 % หาค่าแสดงความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM เท่ากับ 0.83 และได้ช่วงความเชื่อมั่นเท่ากับ 28.677 ± 0.157 % ประเมินความแม่นยำโดยใช้สมการของ Horwitz's Ratio พบว่าวิเคราะห์โดยใช้เครื่องมือ บุคคล และเวลาเดียวกันได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.48 และวิเคราะห์โดยใช้ตัวอย่างปุ๋ย และเวลาในการวิเคราะห์ต่างกันได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.54 หาค่า Range and Linearity พบว่าช่วงที่เป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์หาโพแทสเซียมอยู่ในช่วง 0 - 24

ppm เลือกลงช่วง 0 - 15 ppm ซึ่งมีค่า Correlation coefficient เท่ากับ 0.9997 เป็นช่วงการใช้งาน หาปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) เท่ากับ 0.062 % และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (LOQ) เท่ากับ 0.091 % ซึ่งค่าที่ได้ทั้งหมดนั้นผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐานสากล

การนำไปใช้ประโยชน์

- 1) ผลจากงานวิจัยสามารถนำไปขยายผลต่อโดยนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยเคมีของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ย สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 4
- 2) ผลจากงานวิจัยสามารถนำไปขยายผลและพัฒนาปรับใช้ในการควบคุมคุณภาพปุ๋ยเคมีให้มีผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำตามมาตรฐานสากล เพื่อนำไปสู่การขอรับรองห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025 ต่อไป

เอกสารอ้างอิง

- จิตรา ชัยวิมล. 2545. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบทางเคมี. สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย. กรุงเทพฯ. 34 หน้า
- ตติยะ สีหะราย. 2548. เอกสารประกอบการอบรม-สัมมนาวิชาการด้านอุตสาหกรรมอาหาร เรื่อง การตรวจพิสูจน์ความถูกต้องของวิธีทดสอบทางเคมี สถาบันอาหาร. กรุงเทพฯ 40 หน้า
- ถวิล ครุฑกุล. 2512. คู่มือปฏิบัติการ การวิเคราะห์ดินและพืช ภาควิชาปฐพีวิทยา คณะเกษตรศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. 125 หน้า
- พวงผกา สุทัศน์ ณ อยุธยา. 2541. คู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ย กลุ่มงานวิเคราะห์ปุ๋ย กองเกษตรเคมี กระทรวงเกษตรและสหกรณ์
- แม่น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. 2534. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์. 40 หน้า
- Official Method of Analysis of Fertilizers. 1978. The National Institute of Agriculture Sciences. Ministry of Agriculture, Forestry, and Fisheries, Japan 130 p.
- Official Methods of Analysis of AOAC International. 2000. AOAC International Gaithersburg, MD, USA, Official Method 938.02. 17 th Ed. p. 21-24

ภาคผนวก

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์เพื่อหาค่าความถูกต้อง (Accuracy) และ ความแม่นยำ (Precision)

ซ้ำที่	น้ำหนัก	ppm	K (%)
1	0.5024	14.4	28.735
2	0.5046	14.5	28.807
3	0.5032	14.4	28.690
4	0.5032	14.5	28.887
5	0.5027	14.4	28.718
6	0.5044	14.4	28.621
7	0.5027	14.2	28.323
8	0.5039	14.6	29.044
9	0.5050	14.4	28.587
10	0.5055	14.3	28.362
ค่าเฉลี่ย			28.677
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน			0.220

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำในตัวอย่างปุ๋ย สูตร 0-52-34

ว/ด/ป	ซ้ำที่	WK (%)
10 มิ.ย. 54	1	34.61
13 มิ.ย. 54	2	35.09
14 มิ.ย. 54	3	34.78
15 มิ.ย. 54	4	34.09
16 มิ.ย. 54	5	34.82
17 มิ.ย. 54	6	34.76

20 มิ.ย. 54	7	34.93
21 มิ.ย. 54	8	34.34
22 มิ.ย. 54	9	34.80
23 มิ.ย. 54	10	34.81
ค่าเฉลี่ย		34.69
SD		0.292
RSD		0.84

ตารางที่ 3 ความเข้มของแสงที่ปล่อยออกมา (Reading) กับความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน (0 - 25 ppm)

ppm	0	3	6	9	12	15	20	25
Reading	0	3.3	6.5	9.5	12.6	15.4	20.3	24.9

ตารางที่ 4 ค่าความเข้มของแสงที่ปล่อยออกมา (Reading) กับความเข้มข้นของ fortified sample blank

Sample weight	1.0057	1.0045	1.0093	1.0061	1.0043	1.0064	1.0035
ppm of fortified sample	0	4	8	12	16	20	24
Reading	0	4.3	8.7	12.7	16.7	20.7	24.5

ตารางที่ 5 ค่าความเข้มของแสงที่ปล่อยออกมา (Reading) กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน (0 - 20 ppm) ที่อยู่ในช่วงที่เป็นเส้นตรง

ppm	0	3	6	9	12	15	20
Reading	0.0	3.0	6.3	9.2	12.7	15.5	20.3

ตารางที่ 6 ค่าความเข้มของแสงที่ปล่อยออกมา (Reading) กับความเข้มข้นของ fortified sample blank ที่อยู่ในช่วงที่เป็นเส้นตรง ซ้ำที่ 1-3

ppm	Weight of sample set1	Reading of set 1	Weight of sample set2	Reading of set 2	Weight of sample set3	Reading of set 3	Average of reading
-----	-----------------------	------------------	-----------------------	------------------	-----------------------	------------------	--------------------

0	1.0231	0.0	1.0089	0.0	1.0095	0.0	0.0
2	1.0138	2.1	1.0085	2.1	1.0063	2.1	2.1
4	1.0020	4.4	1.0061	3.9	1.0085	4.3	4.2
6	1.0025	6.5	1.0072	6.4	1.0083	6.4	6.4
8	1.0076	8.6	1.0098	8.8	1.0088	8.5	8.6
10	1.0071	10.7	1.0012	10.5	1.0045	10.5	10.6
12	1.0076	12.7	1.0044	12.8	1.0028	12.7	12.7
14	1.0071	14.7	1.0091	14.6	1.0016	14.6	14.6
16	1.0078	16.8	1.0085	16.7	1.0004	16.6	16.7

ตารางที่ 7 แสดงค่าที่วิเคราะห์ได้ของ Fortified Sample Blank และเติม CRM สูตร 0 - 0 - 60 ที่เตรียมให้ได้ ความเข้มข้น 0.05 % เป็นความเข้มข้นต่ำที่สุดที่เครื่องสามารถอ่านได้ (กรณี sample blank อ่านค่าไม่ได้) ทำการวิเคราะห์ 10 ซ้ำ

ซ้ำที่	น้ำหนักตัวอย่างปุ๋ย (กรัม)	น้ำหนัก CRM (กรัม)	Reading	ppm	%K ₂ O
1	0.5063	1.0423	0.9	0.8	0.047
2	0.5213	1.0035	1.0	0.9	0.055
3	0.5257	1.0052	0.9	0.8	0.048
4	0.5073	1.0106	0.8	0.7	0.042
5	0.5158	1.0040	0.9	0.8	0.048
6	0.5011	1.0072	0.8	0.7	0.042
7	0.5101	1.0076	0.9	0.8	0.048
8	0.5081	1.0189	0.8	0.7	0.042
9	0.5170	1.0147	0.9	0.8	0.048
10	0.5131	1.0062	0.8	0.7	0.042
ค่าเฉลี่ย					0.0499
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน					0.0041

