

## ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ ในปุ๋ยเคมี

### Method Validation on Analysis of Total Water Soluble Potash in Fertilizers

ชื่อหัวหน้าโครงการ   นางจิตติมา ยถาภูชานนท์ สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

หัวหน้าการทดลอง   นางอุมาพร รักษาพรหมณ์ กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6

ผู้ร่วมงาน           นางจิตติลักษณ์ เหมะ สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6

นางเกษสิริ ฉันทพิริยะพูน สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต  
สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6

#### บทคัดย่อ

การทดลองได้ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ ในปุ๋ยเคมี มีวัตถุประสงค์เพื่อทำการตรวจสอบเพื่อยืนยันความเหมาะสมของวิธีที่ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 นำมาใช้ในการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี เป็นการสร้างความเชื่อมั่นด้านการตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย โดยการยืนยันคุณลักษณะเฉพาะของวิธีวิเคราะห์ (method performance characteristics) และประเมินด้วยวิธีทางสถิติว่าวิธีวิเคราะห์นี้มีความถูกต้องและเหมาะสมตามวัตถุประสงค์ของการทำงาน คุณลักษณะเฉพาะของวิธีเหล่านี้ได้แก่ ความจำเพาะเจาะจง (Specificity/selectivity) ความแม่นยำ (Accuracy) โดยทำการประเมินค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ (Recovery) ของตัวอย่างอ้างอิง ที่ความเข้มข้นระดับสูง (ที่ความเข้มข้น 50.25 % )ได้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ 100.32 % ที่ความเข้มข้นระดับกลาง (ที่ความเข้มข้น 28.735 % )ได้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ 100.8 % ที่ความเข้มข้นระดับต่ำ(ที่ความเข้มข้น 1.00 % )ได้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ 100.00 % และจากการประเมินค่าความเที่ยง (Precision) โดยพิจารณาจากค่า HORRAT ค่าความเที่ยงของทุกระดับความเข้มข้นอยู่ในเกณฑ์ยอมรับคือน้อยกว่า 2 พิสัย หรือช่วงการใช้งาน (working range) ความเป็นเส้นตรง (linearity) พบว่ามีความสัมพันธ์เชิงเส้น  $r = 0.997$  ขีดจำกัดของการตรวจพบ (limit of

detection,LOD) และ ขีดจำกัดของการตรวจวัด (limit of quantitation , LOQ) จากการประเมินพบว่า ขีดจำกัดของการตรวจพบ (LOD) อยู่ที่ 0.1 % K<sub>2</sub>O และขีดจำกัดของการตรวจวัด (LOQ) อยู่ที่ 1.0 % K<sub>2</sub>O และเมื่อประเมินความถูกต้อง ความแม่นยำ ความจำเพาะเจาะจง ช่วงใช้งานและความเป็นเส้นตรง พบว่า ผ่านเกณฑ์ประเมิน ซึ่งทำให้สามารถยืนยันได้ว่าวิธีการวิเคราะห์โพแทช ที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี ที่ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 ใช้อยู่มีความน่าเชื่อถือสามารถนำไปเป็นวิธีมาตรฐานในการทดสอบ และสามารถนำไปใช้สำหรับให้บริการแก่เกษตรกรผู้ประกอบการ และการดำเนินการตามกฎหมายได้

---

<sup>1/</sup> สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 ตะปอน อ.ขลุง จ.จันทบุรี หมายเลขโทรศัพท์039-397076

## คำนำ

กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 เป็นหน่วยงานในสังกัดกรมวิชาการเกษตร มีภารกิจในการให้บริการวิเคราะห์ ทดสอบ ตรวจสอบ และรับรอง ด้านปัจจัยการผลิต วินิจฉัยความผิดปกติของพืช ตรวจสอบรับรองคุณภาพสินค้าเกษตร ความถูกต้อง และความน่าเชื่อถือของวิธีการวิเคราะห์จากห้องปฏิบัติการถือเป็นสิ่งที่มีความสำคัญ ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์เป็นงานหลักที่สำคัญของห้องปฏิบัติการทดสอบ และเป็นหนึ่งในข้อกำหนดในการขอรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบ ตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 : 2005 เพื่อแสดงให้เห็นว่าวิธีที่นำมาใช้ในห้องปฏิบัติการนั้นสามารถให้ผลการทดสอบที่แม่นยำ และเหมาะสมกับวัตถุประสงค์ที่จะนำไปใช้งาน

ในการให้บริการวิเคราะห์ปุ๋ย มีทั้งส่วนที่ให้บริการทั่วไปและวิเคราะห์เพื่อเป็นหลักฐานในการดำเนินการคดีตามกฎหมาย ดังนั้นวิธีการทดสอบต้องได้รับการตรวจสอบความถูกต้องของวิธีก่อนห้องปฏิบัติการ วิเคราะห์ปัจจัยการผลิตจึงได้เริ่ม ดำเนินการทดสอบ ความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายในปุ๋ยเคมีขึ้น เพื่อเป็นประกันคุณภาพผลการทดสอบตามมาตรฐานระบบคุณภาพ ISO/IEC 17025 : 2005

## วิธีการดำเนินการและอุปกรณ์

### อุปกรณ์/เครื่องมือ

- 1 เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 2 และ 4 ตำแหน่ง
- 2 เครื่อง Flame Photometer

3. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask Class A ) ขนาด 100, 500 และ 1,000 มิลลิลิตร
4. ขวดรูปชมพู่ ( Erlenmeyer Flask ) ขนาด 125 มิลลิลิตร
5. กรวยแก้ว
6. ปิเปต ( Pipette Class A ) ขนาด 3, 4, 5, 10, 15 และ 50 มิลลิลิตร
7. เครื่องเขย่า
8. กระดาษกรองเบอร์ 1
9. ปีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร

#### สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมความเข้มข้น 1000 ppm
2. Calcium carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ), AR Grade
3. Hydrochloric acid 36-38% (HCl), AR Grade
4. สารมาตรฐานอ้างอิง
  - BCR-113
  - SRM-200a
  - NIST-695 ( mix fertilizer )

#### ขั้นตอนการดำเนินงาน

##### 1. เตรียมวัสดุและสารเคมี

ตรวจสอบความพร้อมของเครื่องมือ (Flame Photometer)

สอบเทียบเครื่องชั่ง และเครื่องแก้ว

จัดหาสารมาตรฐานอ้างอิง

##### 2. วิธีการวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยเคมี

###### 2.1 การเตรียมสารละลาย

###### 2.1.1 สารละลาย Suppressor

ชั่ง  $\text{CaCO}_3$  25.00 กรัม ใส่ในปีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้  $\text{CaCO}_3$  พอละลาย ถ่ายใส่ ขวดวัดปริมาตรขนาด 2,000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร เติม 36-38% HCl ปริมาณ 210 มิลลิลิตรลงไปทีละน้อย ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

###### 2.1.2 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 1000 ppm 10 มิลลิลิตร ถ่ายใส่ขวดวัด ปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

2.1.3 การทำ Working Standard ความเข้มข้น 2, 4, 6, 8, และ 10 มิลลิกรัม/ลิตร (ppm)

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 100 ppm ปริมาณ 2, 4, 6, 8 และ 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Suppressor 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

## 2.2 การวิเคราะห์

2.2.1 นำตัวอย่างที่เตรียมเรียบร้อยแล้ว มาชั่งให้ได้น้ำหนัก ระหว่าง 0.2xxx ถึง 1.xxxx กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตร ขนาด 250 มิลลิลิตร บันทึกในสมุดบันทึกผล

2.2.2 เติมน้ำกลั่นประมาณ 100 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่า ให้เข้ากัน 1 ชั่วโมง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน กรณีที่สารละลายมีตะกอน กรองผ่าน กระดาษกรองเบอร์ 1

2.2.3 การทำกราฟมาตรฐาน ( Standard Curve)

ทำการวัด สารละลายมาตรฐาน( Working Standard) ด้วยเครื่อง Flame Photometer นำค่าที่ได้มา มาสร้างกราฟระหว่าง ความเข้มข้นเป็น ppm ของสาร กับค่าที่อ่านได้ (Intensity of Emission)

2.2.4 การหาความเข้มข้นของตัวอย่าง

ปิเปตสารละลายตัวอย่างที่เตรียมไว้ให้อยู่ในช่วงความเข้มข้นไม่เกิน 10 ppm ใส่ขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Suppressor 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน วัดด้วยเครื่อง Flame Photometer นำค่าที่อ่านได้ไปเปรียบเทียบกับ กราฟมาตรฐานเพื่อหาความเข้มข้น บันทึกผลในสมุดบันทึกผล

2.2.5 การคำนวณ

$$\% K_2O = \frac{\text{ppm ที่ได้} \times \text{dilution factor} \times 100 \times 1.2046}{10^6 \times \text{wt. of sample}}$$

## 2.3 การควบคุมคุณภาพ

2.3.1 บำรุงรักษา สอบเทียบ และตรวจสอบเครื่องมือก่อนการใช้งานตามวิธีการคู่มือ คำแนะนำการใช้เครื่องมือ

2.3.2 ทำการวิเคราะห์ 2 ซ้ำ ทุก ๆ 10 % ของตัวอย่างที่วิเคราะห์ โดยพิจารณาค่า Relative Percent Difference (% RPD) ต้องน้อยกว่าหรือเท่ากับ 10 % จึงยอมรับ

$$\% \text{ RPD} = \frac{|\text{ผลวิเคราะห์ซ้ำที่ 1} - \text{ผลวิเคราะห์ซ้ำที่ 2}|}{\text{ค่าเฉลี่ยของผลวิเคราะห์ทั้ง 2 ซ้ำ}} \times 100$$

2.3.3 ทำการวิเคราะห์โดยไม่ใช้ตัวอย่าง (Reagent Blank) ทุก ๆ 10 % ของตัวอย่างที่วิเคราะห์ โดยพิจารณาค่าที่ได้น้อยกว่าหรือเท่ากับ LOD

2.3.4 หาค่าคืนกลับ (% Recovery) ของสารที่รู้ค่า โดยแบ่งตัวอย่างเป็น 2 ส่วน ส่วนแรกวิเคราะห์ตามปกติ ส่วนที่ 2 เติมสารมาตรฐานที่ทราบค่า แล้วทดสอบตามวิธีวิเคราะห์ หา % Recovery โดย ค่าที่ได้อยู่ในช่วง 90 – 110 %

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(\text{ppm ส่วนที่ 2} - \text{ppm ส่วนที่ 1})}{\text{ppm ของสารที่รู้ค่า}} \times 100$$

2.3.5 สร้าง กราฟมาตรฐาน โดยใช้สารมาตรฐานอย่างน้อย 3 ความเข้มข้น โดยพิจารณา ค่า Correlation Coefficient (r) ต้องมากกว่า หรือเท่ากับ 0.995

2.3.6 ทำการวิเคราะห์ IQC ทุกครั้งที่ทำการทดสอบ โดยมี แผนภูมิควบคุม ในการควบคุม

2.3.7 ทำการวิเคราะห์ CRM ทุกๆ 6 เดือน โดยพิจารณาค่า % Recovery อยู่ในช่วง 98 – 102 %

2.3.8 การเข้าร่วมกิจกรรมทดสอบความชำนาญ หรือเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการ

### 3. ดำเนินการประเมินความถูกต้องของการวิเคราะห์

3.1 การศึกษาหาค่า ช่วงของการวัด (Range), ช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายในน้ำ

3.1.1 ชั่ง Sample Blank 7 ซ้ำ เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม 7 ระดับความเข้มข้นคือ 0, 2, 4, 8, 12, 16, 20, 24 ppm ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ย

3.1.2 นำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นของตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม กับค่าความเข้มของแสงที่อ่านจากเครื่อง Flame Photometer (Reading) พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง

3.1.3 บันทึกผล สร้างกราฟระหว่าง ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม กับค่าเฉลี่ยของ Reading

3.1.4 คำนวณหาค่า Correlation coefficient (r)

3.2 การศึกษาหาค่า Limit of Detection (LOD)

3.2.1 ชั่ง Sample Blank น้ำหนัก 1.xxxx กรัม ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย

3.2.2 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

3.3 การศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ

3.3.1 ชั่ง CRM ของปุ๋ยที่มีปริมาณความเข้มข้น สูง กลาง ต่ำ ไม่ต่ำกว่าความเข้มข้นละ 10 ช้ำ พร้อมทำ Reagent Blank

3.3.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเริ่มต้นจากความเข้มข้นของ LOQ หรือต่ำกว่า

3.3.3 บันทึกข้อมูล และ คำนวณผล

3.3.4 เปรียบเทียบค่าที่ได้กับค่าที่รับรองของ CRM

3.3.5 ชั่งตัวอย่างปุ๋ยที่มีลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) แตกต่างจาก 3.3.1 พร้อมกับทำ Sample Blank ดำเนินการวิเคราะห์เช่นเดียวกับขั้นตอน 3.3.1-4

3.4 การศึกษาหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยที่ ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ

3.4.1 ชั่ง CRM ของปุ๋ยทั้ง 3 ระดับความเข้มข้น ไม่ต่ำกว่าความเข้มข้นละ 10 ช้ำ โดยบุคคล เวลา และเครื่องมือเดียวกัน

3.4.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเริ่มต้นจากความเข้มข้นของ LOQ หรือต่ำกว่า

3.4.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่า Precision ให้เป็นที่ยอมรับได้

3.4.4 ดำเนินการวิเคราะห์เช่นเดียวกับขั้นตอน a - c โดยใช้ตัวอย่างปุ๋ยที่ใช้วิเคราะห์จริง ที่ 3 ระดับความเข้มข้น โดยทำการวิเคราะห์ที่เวลาแตกต่างกัน

**ระยะเวลาดำเนินการ (เริ่มต้น-สิ้นสุด)**

ตุลาคม 2553 – กันยายน 2554

## สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 6 จันทบุรี

## ผลการทดลองและวิจารณ์

จากการประเมินความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ ได้ผลการทดลองดังนี้

### 1 ช่วงของการวัด และความเป็นเส้นตรง

หาค่าความเป็นเส้นตรงซึ่ง sample blank และ เติมสารมาตรฐานที่มีความเข้มข้นดังนี้ 2, 4,

8, 12, 16, 20, 24, คำนวณหาค่า Correlation coefficient (r)

เกณฑ์ การยอมรับ มากกว่า 0.995

ค่าที่ได้จากการทดลอง 0.997

ค่าช่วงของการวัด โดยการเลือกช่วงที่เหมาะสม มาใช้เป็นช่วงใช้งาน ในการวิเคราะห์ เลือกใช้ ที่ความเข้มข้น 2, 4, 6, 8, และ 10 ซึ่งครอบคลุมช่วงการใช้งาน

### 2. หาขีดจำกัดของการตรวจวัด(LOD) และขีดจำกัดการตรวจพบ(LOQ)

วิเคราะห์ sample ที่มีความเข้มข้นต่ำ แล้วหาค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน 5 ซ้ำ ได้ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงค่าการวิเคราะห์ขีดจำกัดของการตรวจวัด

Lab. no	ผลการวิเคราะห์ ( $K_2O$ )
R0_1	0.06
R0_2	0.06
R0_3	0.00
R0_4	0.00
R0_5	0.06
ค่าเฉลี่ย ( $\bar{X}$ )	0.03
ค่า (SD)	0.032

เกณฑ์การประเมิน สามเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน  $\bar{X} + 3 SD = 0.126\%$

ดังนั้นขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจพบ คือ 0.1 %

ขีดจำกัดของการตรวจวัด ( LOQ ) เป็นการหาค่า LOQ โดยประมาณและทำการยืนยันค่า LOQ ที่มี ความเที่ยงและความแม่นยำในระดับที่ยอมรับได้เกณฑ์การประเมิน สิบเท่าของค่าขีดจำกัดของการตรวจ พบ (LOD) ดังนั้นค่า ขีดจำกัดของการตรวจวัด ( LOQ ) ประมาณ 1 %

### 3. ประเมินค่าความแม่นยำของการวิเคราะห์ (Accuracy)

#### 3.1 ประเมินความแม่นยำ ที่ระดับต่ำ

ตารางที่ 2.แสดงค่าวิเคราะห์จาก การประเมินความแม่นยำที่ระดับความเข้มข้นต่ำ

Lab no.	ค่าวิเคราะห์	ค่าจริง	% Recovery
Bk	0.04		-
Spike_1	1.16	1.16	100.0
Spike_2	1.13	1.13	100.0
Spike_3	1.10	1.10	100.0
Spike_4	1.20	1.20	100.0
Spike_5	1.12	1.12	100.0
Spike_6	1.12	1.12	100.0
Spike_7	1.15	1.15	100.0
Spike_8	1.18	1.18	100.0
Spike_9	1.12	1.12	100.0
Spike_10	1.16	1.16	100.0
ค่าเฉลี่ย	1.14	1.14	<b>100.00</b>
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.03		
RSD	2.74		

เกณฑ์การยอมรับ ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ อยู่ในช่วง 97-103 %

ค่าเฉลี่ยเปอร์เซ็นต์การคืนกลับจากการวิเคราะห์ 100.00 % อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ



### 3.2 ประเมินความแม่นยำที่ระดับกลาง โดยใช้ CRM-200a (0-52-28)

ตารางที่ 3 แสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยความเข้มข้นระดับกลาง

CRM. no	ผลการวิเคราะห์
200a_1	28.561
200a_2	29.329
200a_3	29.112
200a_4	28.630
200a_5	28.096
200a_6	29.478
200a_7	28.855
200a_8	29.283
200a_9	28.571
200a_10	29.006
ค่าเฉลี่ย	28.892
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.4
ค่าจากใบรับรอง	<b>28.735</b>
RSD	1.49

#### 3.2.1 ประเมินค่า % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 %

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100, = 100.5 \text{ ยอมรับ}$$

#### 3.2.2 ประเมินค่า t-test เพื่อดูค่าที่วิเคราะห์ได้แตกต่าง จากใบรับรองหรือไม่

$$.t = \frac{x - \mu}{\frac{s}{\sqrt{n}}} = 1.16 \text{ เมื่อเทียบจากตาราง t ที่ ความเชื่อมั่น 95 \% คือ 2.26}$$

พบว่าค่าจากการทดลองน้อยกว่า ดังนั้น ยอมรับค่าจากการทดลองไม่แตกต่างจากค่ารับรอง

### 3.3 ประเมินความแม่นยำที่ระดับความเข้มข้นสูงโดยใช้ CRM BCR-113 (0-0-60)

ตารางที่ 4 แสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยความเข้มข้นระดับสูง

CRM. no	ผลการวิเคราะห์
BCR_1	50.17
BCR_2	50.20
BCR_3	50.25
BCR_4	50.22
BCR_5	50.10
BCR_6	50.12
BCR_7	50.09
BCR_8	50.02
BCR_9	50.12
BCR_10	50.05
ค่าเฉลี่ย	50.13
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.07
ค่าจากใบรับรอง	<b>50.13</b>
RSD	0.15

#### 3.3.1 ประเมินค่า % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 %

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100, = 100.00 \text{ ยอมรับ}$$

#### 3.3.2 ประเมินค่า t-test เพื่อดูค่าที่วิเคราะห์ได้แตกต่าง จากใบรับรองหรือไม่

$$t = \frac{x - \mu}{\frac{s}{\sqrt{n}}} = 0.181 \text{ เมื่อเทียบกับตาราง } t \text{ ที่ ความเชื่อมั่น } 95 \% \text{ คือ } 2.26 \text{ พบว่าค่าจาก}$$

การทดลองน้อยกว่า ดังนั้น ยอมรับค่าจากการทดลองไม่แตกต่างจากค่ารับรอง

3.4 ประเมินความแม่นยำ โดยใช้ตัวอย่างปุยที่มี matrix เช่นเดียวกับปุยที่วิเคราะห์จริง  
ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างปุย SRM 695

Lab. No	ผลการวิเคราะห์ (%K)
695_1	11.706
695_2	11.531
695_3	11.475
695_4	11.463
695_5	11.605
695_6	11.830
695_7	11.408
695_8	11.429
695_9	11.589
695_10	11.679
ค่าเฉลี่ย	11.57
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.1
ค่าจากใบรับรอง	<b>11.65</b>
RSD	1.18

### เกณฑ์การยอมรับ

3.4.1 ประเมินค่า % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 %

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100, = 99.31 \text{ ยอมรับ}$$

3.4.2 ประเมินค่า t-test เพื่อดูค่าที่วิเคราะห์ได้แตกต่าง จากใบรับรองหรือไม่  
วิเคราะห์ ตัวอย่างปุ๋ยผสม หมายเลข SRM 695 ได้ผลการวิเคราะห์ ตารางที่ 5 ผลการ  
วิเคราะห์ SRM 695

$$.t = \frac{x - \mu}{\frac{s}{\sqrt{n}}} = 1.82 \text{ เมื่อเทียบกับตาราง 2.26 พบว่าค่าจากการทดลองน้อยกว่า}$$

ดังนั้นจึงยอมรับว่าค่าวิเคราะห์ ไม่แตกต่างจากค่ารับรอง

### 4 ประเมินค่าความเที่ยง (Precision )

เกณฑ์การประเมิน โดยการใช้ค่า  $\text{HORRAT} = \frac{RSD_{\text{obs}}}{RSD_{\text{expec}}}$  น้อยกว่า 2

ประเมินความเที่ยง โดยใช้บุคคล สถานที่ และเวลาเดียวกัน และต่างเวลายัง

ตารางที่ 6 แสดงค่า HORRAT ของปุ๋ยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ระดับความเข้มข้น	RSD <sub>obs</sub>	RSD <sub>expect</sub>	HORRAT	ระยะเวลาในการวิเคราะห์
ระดับต่ำ (1%)	2.74	2.59	0.94	เวลาเดียวกัน
ระดับกลาง 200a	1.49	1.59	0.94	เวลาเดียวกัน
ระดับสูง BCR-113	0.14	1.46	0.10	เวลาเดียวกัน

ปุ๋ยที่มี matrix ผสม	1.18	1.29	0.91	เวลาเดียวกัน
ปุ๋ยผสม	2.14	2.52	0.85	<u>ต่างเวลา</u> กัน

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีโดยการประเมินความสมของวิธีด้วยพารามิเตอร์ต่าง ๆ พบว่าวิธีการนี้ผ่านเกณฑ์ประเมินความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ทุกพารามิเตอร์ดังรายละเอียดต่อไปนี้

1. Working range ที่เหมาะสมสำหรับการทำ Calibration curve ที่ความเข้มข้น 2, 4, 6, 8, และ 10 ซึ่งอยู่ในช่วง ที่เป็นเส้นตรง (Linearity)
2. ได้ค่าขีดจำกัดของการตรวจวัด (LOD) คือ 0.1 %  $K_2O$
3. ได้ค่าขีดจำกัดของการตรวจหาปริมาณ (LOQ) คือ 1.1 %  $K_2O$
4. พิสูจน์ความถูกต้องของการวิเคราะห์ปุ๋ย โดยใช้ CRM ที่ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง พบว่าค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ ทุกระดับความเข้มข้น
5. ประเมินความเที่ยง (Precision) ของวิธี โดยพิจารณาจากค่าความสมการ HORRAT ต้องมีค่าน้อยกว่า 2 พบว่าที่ทุกระดับความเข้มข้นผ่านเกณฑ์ประเมิน และเมื่อนำปุ๋ยตัวอย่างเดียวกัน วิเคราะห์ที่เวลาต่างกัน ก็ยังคงมีความเที่ยงอยู่

### เอกสารอ้างอิง

ทิพวรรณ นิ่งน้อย. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว.

2549. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข นนทบุรี

วรรณรัตน์ ชุตินุตร และชฎาพร คงนาม. 2541. คู่มือวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี. ฟีนี พับลิชชิง กรุงเทพฯ. 66 หน้า

Peter, F.K. (ed.). 2005. Official Method of Analysis Of AOAC International 18<sup>th</sup> Method 938.02. AOAC

International Inc., Gaithersberg, MD.

The National Institute of Agro-environmental Sciences. 1987. Official Method of Analysis of Fertilizers.

Foundation Norin Kosaikai, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken. 133pp

## ภาคผนวก

ตารางที่ 7 แสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยต่างเวลากัน

Lab. no	ผลการวิเคราะห์
---------	----------------

KW_1	13.43
KW_2	13.09
KW_3	13.21
KW_4	13.64
KW_5	14.01
KW_6	13.08
KW_7	13.43
KW_8	13.39
KW_9	13.61
KW_10	13.65
ค่าเฉลี่ย	13.45
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.29
RSD	2.14