

รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองสิ้นสุด ปี 2558

-
1. ชื่อชุดโครงการ : วิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
 2. ชื่อโครงการ : การพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์พืชและปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
 - กิจกรรมที่ 2 : การวิจัยและพัฒนาวิธีวิเคราะห์ เพื่อให้ได้วิธีใหม่ที่รวดเร็ว แม่นยำ ปลอดภัย และรักษาสิ่งแวดล้อม
 - กิจกรรมย่อย 2.1 : การพัฒนาวิธีวิเคราะห์หาคุณสมบัติเชิงเคมี และเชิงกายภาพของปัจจัยการผลิต โดยใช้เทคโนโลยีเนียร์อินฟราเรดสเปกโตรสโกปี
 3. ชื่อการทดลอง 2.1.3 : ศึกษาวิธีวิเคราะห์ปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์สารป้องกันและกำจัดศัตรูพืช สูตร Emulsifiable concentrate (EC) โดยเทคนิค NIRs
 - : The study of Analytical of Water content for Emulsifiable concentrate (EC) in Pesticide Formulations by NIRs
 4. คณะผู้ดำเนินงาน
 - หัวหน้าการทดลอง : นางจิตตานันท์ สรวัยเอี่ยม กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร กปผ.
 - ผู้ร่วมงาน : นางสาวสุกัญญา คำคง กลุ่มวิจัยวัตถุมีพิษการเกษตร กปผ.

5. บทคัดย่อ

การหาปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ชนิดสูตร EC ด้วยเทคนิคต้องวิเคราะห์ด้วยวิธีมาตรฐาน มีขั้นตอนที่ค่อนข้างยุ่งยาก และใช้สารเคมีที่เป็นอันตราย และเป็นวิธีที่ต้องทำลายตัวอย่าง จึงได้นำเทคนิคเนียร์อินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Near Infrared Spectroscopy, NIRs) ซึ่งไม่ต้องทำลายตัวอย่างมาใช้วิเคราะห์ปริมาณน้ำ เพื่อลดเวลา ลดค่าใช้จ่าย และได้ค่าที่ถูกต้องแม่นยำ สุ่มตัวอย่าง 65 ตัวอย่าง วัดสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 800-2000 nm ตัวอย่างวิเคราะห์ปริมาณน้ำด้วยวิธีมาตรฐาน พบว่าปริมาณน้ำอยู่ในช่วง 0.15-0.60% นำค่าที่ได้มาสร้างสมการทำนายปริมาณน้ำด้วยเทคนิคทางสถิติวิธี Partial Least Squares Regression (PLSR) พบว่า มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r) = 0.97, ค่าความคลาดในการประเมิน (Standard error of prediction, SEP) = 0.10% และมีปัจจัย (F) ที่เกี่ยวข้อง 10 ปัจจัย ดังนั้นในการหาปริมาณน้ำ สามารถนำสมการที่ได้มาใช้ในการตรวจวัด เพื่อให้สามารถใช้ทำนายได้

Abstract

The analysis of water content in EC pesticide formulation products usually conducted by chemical analysis using standard methods which are destructive to sample. In addition, most methods are time consuming and hazardous to chemical used. a non-destructive. Sampling 65

samples measure the spectrum with wavelength region from 800 nm to 2000 nm. The water content was analyzed by standard methods. The result showed that the water content ranged 0.15 to 0.60%. Partial Least Squares Regression (PLSR) was used to develop the calibration equation for prediction of water content. The correlation coefficient (R) of 0.97, standard error of prediction (SEP) of 0.10% and 10 of Factor were assessed. The results indicated that the application to predicted.

6. คำนำ

การวิเคราะห์หาปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ด้วยเทคนิค Karl Fisher ต้องใช้สารเคมีในการวิเคราะห์ ทำให้เกิดของเสียอันตรายปริมาณมาก ซึ่งทำให้สิ้นเปลืองงบประมาณในการกำจัด รวมทั้งใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน ดังนั้น เทคนิค NIRs (Near Infrared Spectroscopy) เป็นอีกทางเลือกหนึ่งในการวิเคราะห์ โดยไม่ทำลายตัวอย่าง มีความรวดเร็ว ประหยัด และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม แสงอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared) คือ แสงในช่วงความยาวคลื่น 700-2500 nm อาศัยหลักการสั่นสะเทือนของสารที่ประกอบด้วยพันธะไฮโดรเจน ซึ่งแสง NIR มีผลต่อการสั่นของพันธะในโมเลกุล และการดูดกลืนแสงที่ต่างกัน จึงทำให้สามารถวิเคราะห์สารได้ ทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ

ปัจจุบันแสงอินฟราเรดย่านใกล้ถูกนำมาใช้ในวงการต่าง ๆ เช่น ทางการแพทย์ ทางด้านการอาหาร ทางด้านสิ่งแวดล้อม และทางการเกษตร (Sirinnapa et.al,2009) ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงมุ่งที่จะพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ที่สามารถประเมินค่าทางเคมีได้อย่างรวดเร็ว แม่นยำ ประหยัดเวลา และลดต้นทุนในการใช้สารเคมี

7. วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์และวิธีการ

1. อุปกรณ์และสารเคมี ประกอบด้วย

- 1.1 ผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร สูตร EC
- 1.2 เครื่อง FT-IR Spectrometers NIR GUN (Bruker Vector 33, Germany) ความยาวคลื่น 800-2500 nm
- 1.3 เครื่อง Karl Fischer Titrator
- 1.4 ปีกเกอร์ ขนาด 100 ml
- 1.5 Methanol dried 99.9% (Merck, Germany)
- 1.6 CombiTitrant5 (Merck, Germany)

1.7 น้ำกลั่น (distilled water)

2. วิธีการ

นำตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุดิบอันตรายทางการเกษตร สูตร EC จำนวน 65 ตัวอย่าง วัดการดูดกลืนแสง ด้วยเครื่อง FT-IR Spectrometers ใช้ระบบการวัดแบบสะท้อนกลับ (Reflection mode) ที่ความยาวคลื่น 800-2500 nm โดยเทตัวอย่างปริมาตร 40 ml ลงในบีกเกอร์ ขนาด 100 ml และทำการสแกนตัวอย่างด้วย NIR GUN วัดค่าการดูดซับแสง NIR ที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ ให้อยู่ในรูปสเปกตรัม (Spectrum) และบันทึกค่าสเปกตรัมที่ได้ด้วยโปรแกรม OPUS version 6.5

จากนั้นนำตัวอย่างทั้งหมดมาวิเคราะห์ทางเคมีทันที เพื่อหาปริมาณน้ำ (Water Content) ด้วยวิธี Karl Fischer (CIPAC J, 2000) ซึ่งเป็นวิธีมาตรฐานที่ใช้ในการอ้างอิงเปรียบเทียบ โดยชั่งตัวอย่างให้ได้ปริมาตร 0.5-0.6 g และนำเข้าเครื่อง Karl Fischer Titrator เพื่อหาจุดยุติ (Endpoint) และบันทึกผลการวิเคราะห์ โดยนำข้อมูลที่ได้มาทำการวิเคราะห์ทางสถิติ เพื่อหาค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation: SD)

นำข้อมูลสเปกตรัมและค่าทางเคมี จำนวน 65 ตัวอย่าง มาทำการวิเคราะห์ข้อมูล โดยใช้การวิเคราะห์การถดถอย (Regression) แบบ Partial Least Square (PLS) ด้วยโปรแกรมสำเร็จรูป The Unscrambler version 9.8 (CAMO, Oslo, Norway) และทำการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมด แบบ Full cross validation สมการที่ได้นำมาทดสอบทางสถิติ เพื่อพิจารณาความแม่นยำของสมการ โดยพิจารณาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient, r) ค่าความคลาดเคลื่อนในการประเมิน (Standard error of prediction, SEP) และเปรียบเทียบสมการที่ได้กับค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation: SD) ของการวิเคราะห์ทางเคมี

นำสมการทำนายที่ได้มาประเมินค่าปริมาณน้ำในตัวอย่างผลิตภัณฑ์สารป้องกันและกำจัดศัตรูพืช สูตร Emulsifiable concentrate (EC) จำนวน 20 ตัวอย่าง และเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์ทางเคมี เพื่อตรวจสอบความถูกต้องของสมการ

ระยะเวลา เดือน ตุลาคม 2556 ถึงเดือน กันยายน 2558

สถานที่ทำการทดลอง

ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพวัตถุดิบพืชการเกษตร กลุ่มวิจัยวัตถุดิบพืชการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

ผลการวิเคราะห์ทางเคมีด้วยเทคนิค Karl Fisher

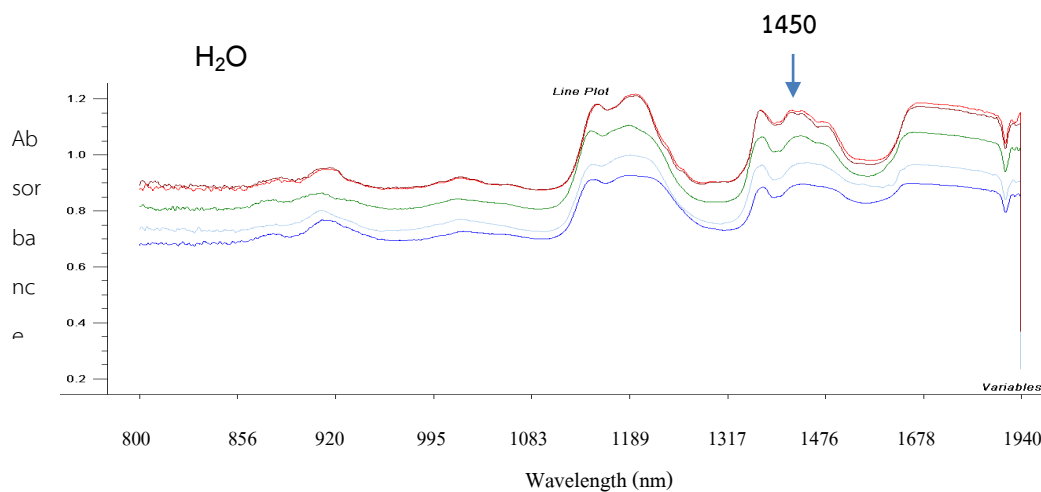
จากผลการวิเคราะห์หาปริมาณน้ำของตัวอย่างวัตถุดิบธัญพืชสายพันธุ์ EC พบว่า อยู่ในช่วง 0.0785-1.3228 % และมีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, SD) = 0.28 แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณน้ำ (Water Content) ด้วยวิธี Karl Fischer

Chemical characteristics	No. of sample	Range (%)	Mean value (%)	SD (%)
Water Content	65	0.0785 – 1.3228	0.352	0.28

ผลการวิเคราะห์ข้อมูลสเปกตรัมด้วยเทคนิค NIRs

จากผลการวิเคราะห์หาปริมาณน้ำในตัวอย่างวัตถุดิบธัญพืชสายพันธุ์ EC พบว่า เทคนิค NIR Spectroscopy ให้สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ในช่วงความยาวคลื่นที่เหมาะสม 800-2000 nm และมีค่าการดูดกลืนแสง (log 1/R) มากที่ 1450 nm เนื่องจากการดูดกลืนแสงของน้ำ (H₂O) แสดงดังรูปที่ 1



รูปที่ 1 Original NIR spectrum ของตัวอย่างในช่วงคลื่น 800-2000 nm

การทำ Calibration ด้วย PLS regression

นำผลวิเคราะห์ทางเคมี และข้อมูลสเปกตรัมมาวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม The Unscrambler version 9.8 (CAMO, Oslo, Norway) เพื่อสร้างสมการ PLS regression (Partial Least Square Regression) โดยใช้การวิเคราะห์แบบ Full cross validation พบว่า สมการจาก original spectra มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r) =

0.97, ค่าความคลาดในการประเมิน (Standard error of prediction, SEP) = 0.10% และมีปัจจัย (F) ที่เกี่ยวข้อง 10 ปัจจัย แสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ผลการคำนวณและค่าทางสถิติในช่วงความยาวคลื่น 800-2000 nm

Chemical characteristics	F	r-cal	SEC	r-val	SEP (SECV)	Bias
Water Content	10	0.97	0.06	0.92	0.10	-0.0003

F: The number of factors used in the calibration equation

r-cal: Correlation coefficients of Calibration

r-val: Correlation coefficients of Validation

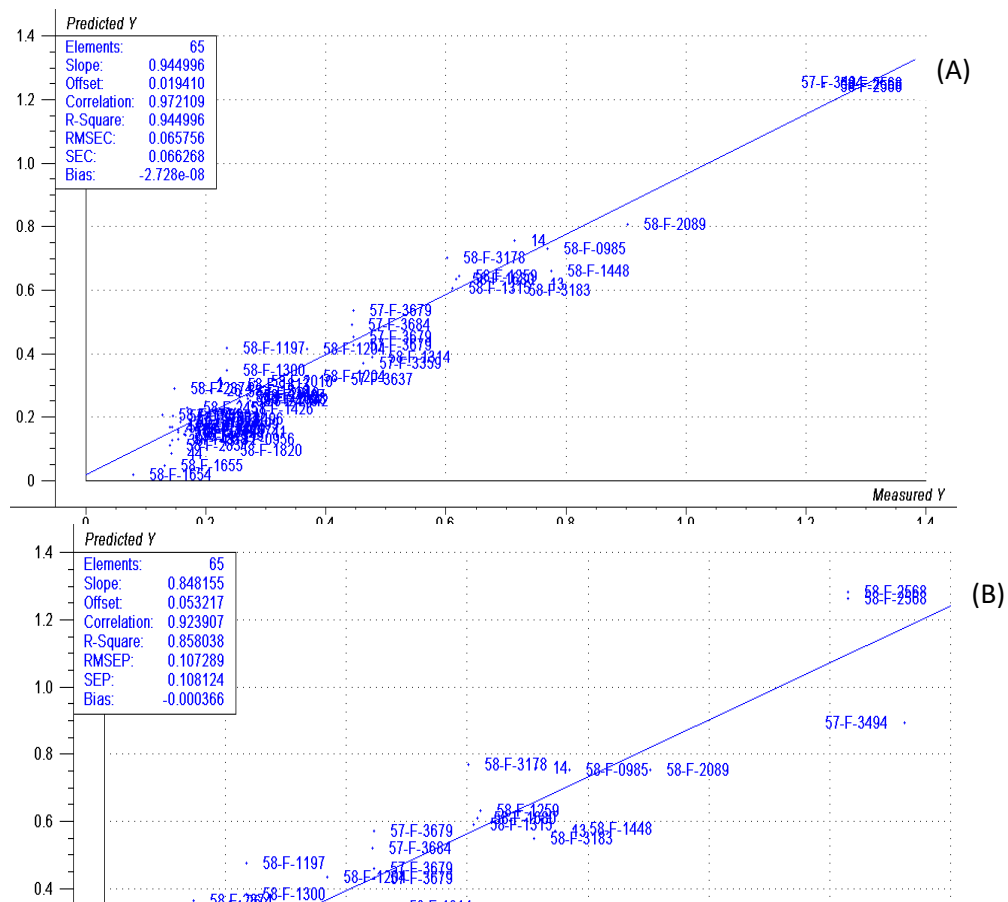
SEC: Standard error of calibration

SEP: Standard error of prediction

SECV: Standard error in cross validation

Bias: The average of difference between actual value and NIR value

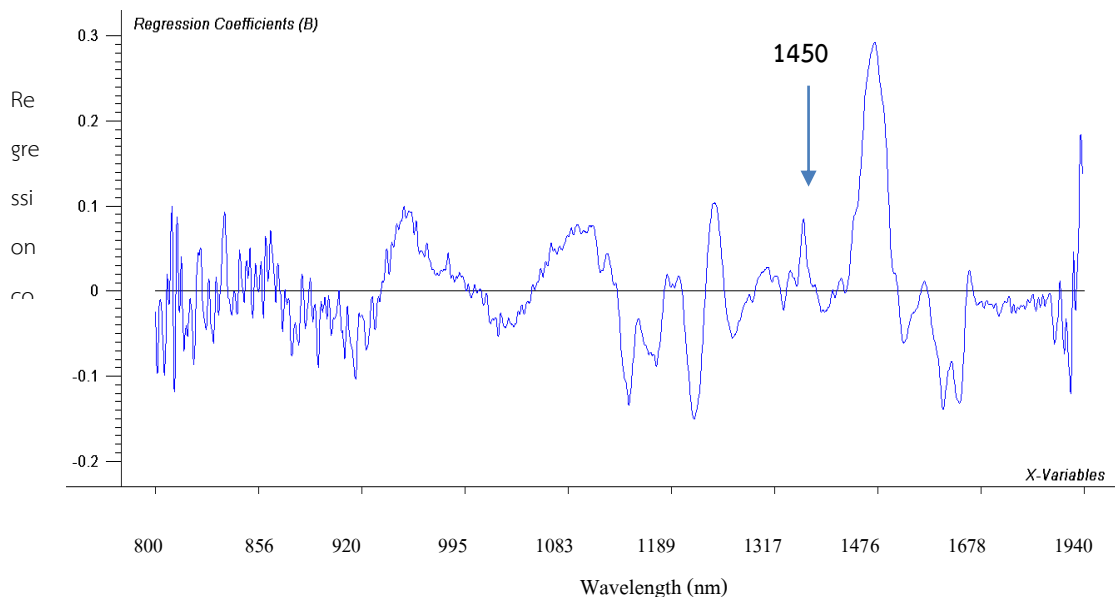
เมื่อพิจารณาค่า r-val ซึ่งเป็นค่าความเชื่อมั่นในการทำนายผล พบว่า สมการที่สร้างขึ้น สามารถทำนายปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์วัตถุดิบทางการเกษตร สูตร EC ได้ค่อนข้างแม่นยำ ที่มีค่าความคลาดเคลื่อนในการประเมิน (Standard error of prediction, SEP) ต่ำ = 0.10% แสดงดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 Scatter plot ระหว่างค่าที่วิเคราะห์ทางเคมี (Actual value) และค่าจากการทำนาย (Predicted value) ของตัวอย่างวัตถุอันตรายทางการเกษตร สูตร EC ที่ทำ Calibration (A) และ Validation (B) ด้วยวิธี PLS regression

จากสมการที่ได้ จะเห็นว่า ช่วงคลื่นแสง 800-2000 nm เหมาะสมที่จะใช้ในการประเมินปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์สารป้องกันและกำจัดศัตรูพืช สูตร Emulsifiable concentrate (EC) โดยมีค่า SECV หรือ SEP ต่ำกว่าค่า SD ของผลวิเคราะห์ทางเคมี แสดงว่า เมื่อใช้สมการทำนายผล จะให้ค่าความถูกต้องในการประเมินสูง เพราะมีค่าความคลาดเคลื่อนในการประเมิน (SEP) ต่ำ

Regression coefficient ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร สูตร EC ตำแหน่งความยาวคลื่นที่มีค่า regression coefficient สูง ที่ความยาวคลื่น 1450 nm ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่มีความสัมพันธ์กับปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร สูตร EC แสดงดังรูปที่ 3



รูปที่ 3 Regression coefficient plot ของผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร สูตร EC ช่วงความยาวคลื่น 800-2000 nm

การนำสมการทำนายมาประเมินผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง

เมื่อนำสมการที่สร้างขึ้น มาทำการประเมินค่าปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์สารป้องกันและกำจัดศัตรูพืช สูตร Emulsifiable concentrate (EC) จำนวน 20 ตัวอย่าง พบว่า สามารถนำไปใช้ในการประเมินได้ค่อนข้างแม่นยำ ในช่วง 0.15-0.60% แสดงดังตารางที่ 3 อย่างไรก็ตาม ถ้าตัวอย่างที่นำมาประเมินไม่อยู่ในช่วงที่กล่าวมานั้น จะประเมินได้ไม่ดี เนื่องจากตัวอย่างส่วนใหญ่ที่นำมาวิเคราะห์ เพื่อสร้างสมการ มีข้อมูลครอบคลุมอยู่ในช่วงดังกล่าว

ตารางที่ 3 การใช้สมการทำนายผลวิเคราะห์ปริมาณน้ำ

Samples Name	Predicted	Deviation	Ref. lab
57-F-3494	1.254	8.85E-02	1.3228
57-F-3364	0.437	7.19E-02	0.4811
57-F-3684	0.491	8.24E-02	0.4439
57-F-3749	0.160	6.94E-02	0.154
58-F-0936	-6.34E-02	8.59E-02	0.0628
58-F-0017	0.986	0.116	0.8669
58-F-1259	0.645	5.66E-02	0.6218
58-F-1605	1.352	0.275	2.4193
6	0.138	0.144	0.118
5	0.160	0.128	0.1188
58-F-2400	0.624	0.127	0.6215
24	0.175	0.208	0.155

ตารางที่ 3 การใช้สมการทำนายผลวิเคราะห์ปริมาณน้ำ (ต่อ)

Samples Name	Predicted	Deviation	Ref. lab
33	0.167	0.202	0.153
58-F-1204	0.328	0.13	0.369
58-F-2568	1.242	7.96E-02	1.2294

58-F-2874	0.289	7.81E-02	0.1477
58-F-3050	1.557	0.147	1.2211
58-F-3216	0.609	0.15	0.5639
58-F-3199	0.174	0.184	0.2123
58-F-3204	0.201	0.154	0.2034

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

เทคนิค NIR สามารถนำมาวิเคราะห์ปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร ชนิดสูตร EC ได้ค่อนข้างแม่นยำ ที่มีค่าความคลาดเคลื่อนในการประเมิน (SEP) ต่ำที่ 0.10% โดยช่วงคลื่นแสงเหมาะสมที่ใช้ประเมิน คือ 800-2000 nm และมีตำแหน่งการดูดกลืนแสงของปริมาณน้ำตรงกับตัวอย่างผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายทางการเกษตร อย่างไรก็ตาม สมการทำนายสามารถใช้ในการประเมินค่าปริมาณน้ำได้ดีในช่วง 0.15-0.60% เนื่องจากตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ส่วนใหญ่มีข้อมูลครอบคลุมอยู่ในช่วงดังกล่าว ดังนั้น จึงควรมีการเก็บรวบรวมตัวอย่างเพิ่มขึ้น ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค NIR เพื่อให้ได้ข้อมูลที่มีค่าหลากหลาย สามารถนำมาสร้างสมการที่ใช้ประเมินค่าปริมาณน้ำได้ครอบคลุม และกว้างมากขึ้น

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

สามารถนำสมการทำนายที่ได้มาใช้ในการประเมินผลการวิเคราะห์หาปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์สารป้องกันและกำจัดศัตรูพืช สูตร Emulsifiable concentrate (EC) แทนการใช้วิธีวิเคราะห์ทางเคมี (Karl Fisher) ที่มีใช้สารเคมีในการวิเคราะห์ ทำให้เกิดของเสียอันตราย และสิ้นเปลืองงบประมาณในการกำจัด รวมทั้งใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน

11. คำขอบคุณ (ถ้ามี)

งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี ต้องขอขอบพระคุณ คุณจากรุวรรณ บางแวก ข้าราชการ ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ และบุคลากรทุกท่าน ของสำนักวิจัยและพัฒนาวิทยาการหลังการเก็บเกี่ยวและแปรรูปผลิตผลเกษตร ที่ให้ความอนุเคราะห์ด้านความรู้ และโปรแกรมสำเร็จรูป The Unscrambler version 9.8

12. เอกสารอ้างอิง

วารุณี ธนะแพสย์, อนุพันธ์ เทอดวงศ์วรกุล และธงชัย สุวรรณสิขณน์. 2545. การควบคุมคุณภาพสินค้าด้วยเทคนิค Near Infrared Spectroscopy เพื่อการแข่งขันในเวทีการค้าโลก. สถาบันค้นคว้าและพัฒนาผลิตผลทางการเกษตรและอุตสาหกรรม. มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. กรุงเทพฯ.

รศ.ดร.อนุพันธ์ เทอดวงศ์วรกุล. 2552. การตรวจสอบสินค้าเกษตรโดยไม่ทำลายด้วยวิธี NIR.

มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. นครปฐม.

จารุวรรณ บางแวก, อรรวรรณ จิตต์ธรรม, อรณิชา สุวรรณโณม และจารุรัตน์ พุ่มประเสริฐ.2552.การประเมินคุณภาพผลิตผลเกษตรโดยใช้เทคนิค Near Infrared Spectroscopy. รายงานผลงานวิจัยเรื่องเต็มประจำปี 2552. สำนักวิจัยและพัฒนาวิทยาการหลังการเก็บเกี่ยวและแปรรูปผลิตผลเกษตร กรมวิชาการเกษตร. กรุงเทพฯ.

Sirinnapa Saranwong, Sumaporn Kasemsumran, Warunee Thanapase and Phil Williams.2009.

Near Infrared Spectroscopy. Proceedings of the 14th International Conference. Bangkok.