

รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

1. แผนงานวิจัย : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปัจจัยการผลิตทางการเกษตรตามมาตรฐานสากล
2. โครงการวิจัย : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ ปุ๋ย พืช ดิน และน้ำ
กิจกรรม : การพัฒนาวิธีวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีของปัจจัยการผลิต โดยใช้เทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared Spectroscopy; NIRS)
3. ชื่อการทดลอง(ภาษาไทย) : ศึกษาการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของธาตุอาหารหลักในตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายใน โดยใช้เทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้
ชื่อการทดลอง(ภาษาอังกฤษ) : Study on Homogeneity of Internal Reference Material by Near Infrared Spectroscopy
4. คณะผู้ดำเนินงาน
หัวหน้าการทดลอง : นางสาวกรรณต์ มะลิสอน สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.
ผู้ร่วมงาน : นางสาวชฎาพร คงนาม สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.
นางสาวศุภากร ดวนใหญ่ สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.
นางรัตนาภรณ์ คชวงศ์ สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.
นางสาวอาธิยา ปุ่นประโคน สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.
นางสาวญาณธิชา จิตต์สะอาด สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.
นางสาวจรีรัตน์ กุศลวิริยะวงศ์ สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.

5. บทคัดย่อ

ABSTRACT

The aim of the research to study on homogeneity of Internal reference material by Near Infrared Spectroscopy. It was rapid method, reduce chemicals, no harmful to analysts. Collected samples were comprehensive concentration about 381 sample. The samples was total nitrogen, total phosphorus as P_2O_5 and water soluble potassium as K_2O . Analyted by reference method and NIR method both. Create and improve equations to evaluated of Internal Reference Material, found that total nitrogen had a pretreatment of spectra was Normalization by Maxima *, Second Derivative Smoothing Gap2 (nma, ds2g2), R 0.9292, SEC 2.2194 and SEP 2.4472. Total phosphorus as P_2O_5 , First Derivative Taylor 3 Points, Normalization between 0 to 1

* (dt1, n01), R 0.9140, SEC 3.7199 and SEP 3.2735. Water soluble potassium as K_2O using original spectra, R 0.8250, SEC 6.1296 and SEP 6.2192

Internal reference material was analyzed by reference methods both NIR method as total nitrogen, total phosphorus as P_2O_5 and water soluble potassium as K_2O for testing homogeneity, compare F values from calculate (F - cal) and F values from the table at the significance level 0.05 (F - crit). It was found the results of the homogeneity of both methods were 100 percent is going the same.

Agricultural Chemistry Research Group had alternative methods for total nitrogen, total phosphorus as P_2O_5 and water soluble potassium as K_2O to evaluate homogeneity of Internal reference material.

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มุ่งศึกษาการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของธาตุอาหารหลักในตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายในโดยเทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ เพื่อเป็นทางเลือกที่มีความสะดวกรวดเร็วในการวิเคราะห์ ลดการใช้สารเคมีที่เป็นอันตรายต่อผู้วิเคราะห์ โดยการรวบรวมตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ให้ครอบคลุมช่วงความเข้มข้นตัวอย่างปุ๋ยเคมี และนำไปวิเคราะห์โดยวิธีของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร แล้ววัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง NIR จำนวน 381 ตัวอย่าง พบว่าได้สเปกตรัมและสมการปรับแต่งสเปกตรัมแสดงความสัมพันธ์ ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) เพื่อใช้เป็นสมการทำนายผลที่ดีที่สุดโดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient ; R) สูง ค่าความคลาดเคลื่อนในการวิเคราะห์ (Standard of Calibration : SEC) ต่ำ ค่าความคลาดเคลื่อนในการประเมิน (Standard of Error of Prediction: SEP) ต่ำ พบว่ารายการทดสอบไนโตรเจนทั้งหมดได้สมการทำนายผลที่มีการปรับแต่งสเปกตรัมแบบ Normalization by Maxima*, Second Derivative Smoothing Gap2 (nma,ds2g2) ค่า R 0.9292 ค่า SEC 2.2194 ค่า SEP 2.4472 รายการทดสอบฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) มีการปรับแต่งสเปกตรัมแบบ First Derivative Taylor 3 Points, Normalization between 0 to 1* (dt1,n01) ค่า R 0.9140 ค่า SEC 3.7199 ค่า SEP 3.2735 และรายการทดสอบโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ใช้สเปกตรัมแบบ Original ค่า R 0.8250 ค่า SEC 6.1296 ค่า SEP 6.2192

จากการเตรียมตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายในที่มีสูตรต่างๆ จำนวน 15 สูตร วิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) โดยวิธีของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร และวิธี NIR เพื่อพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันโดยการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (One way Analysis of variance) เปรียบเทียบ ค่า F จากการคำนวณ (F - cal) และค่า F จากตารางที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 (F - crit) พบว่า ผลการพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันของทั้ง 2 วิธีสอดคล้องกันร้อยละ 100

จากงานวิจัยนี้ทำให้กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี ได้วิธีทางเลือกในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) เพื่อพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันสำหรับตัวอย่าง ปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายใน ที่มีความสะดวกรวดเร็วมากยิ่งขึ้น ลดการใช้สารเคมีที่เป็นอันตรายต่อผู้วิเคราะห์

6. คำนำ

คำนำ

วัสดุอ้างอิง (reference materials; RM) หมายถึง วัสดุหรือสารที่มีสมบัติหนึ่งอย่างหรือหลายอย่าง ความเป็นเนื้อเดียวกัน และจัดทำมาอย่างดี สำหรับใช้สอบเทียบอุปกรณ์ใช้ในการประเมินวิธี หรือใช้ในการ กำหนดค่าวัสดุต่างๆ การศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุอ้างอิง เพื่อยืนยันว่าตัวอย่างไม่มีความแตกต่างกัน ในสิ่งที่ต้องการวัดอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งควรทำก่อนแจกจ่ายตัวอย่าง และใช้สถิติที่เหมาะสมในการประเมิน (อุทุมพร และอุษา, 2549) โดยการวิเคราะห์ข้อมูลเพื่อประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันจะใช้การวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบ ทางเดียว (One-way Analysis of Variance) ซึ่งเป็นวิธีทางสถิติที่ใช้ทดสอบเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยของกลุ่ม ประชากร ในกรณีที่มีกลุ่มประชากรตั้งแต่ 2 กลุ่มขึ้นไป (บุญเรียง, 2536)

ปัจจุบันกลุ่มงานวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ยดำเนินการในขั้นตอนการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน ของตัวอย่างปุ๋ยอ้างอิงภายในโดยการสุ่มตัวอย่างจากตัวอย่างทั้งหมดที่ผสมคลุกเคล้ากันเป็นอย่างดี 10 ตัวอย่าง แต่ละตัวอย่างแบ่งออกเป็น 2 ส่วน รวม 20 ตัวอย่าง ส่งตัวอย่างวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัส ทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) โดยวิธีวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร ซึ่งแต่ ละรายการทดสอบจะดำเนินการโดยมีขั้นตอน ระยะเวลา และสารเคมีที่ใช้แตกต่างกัน จากนั้นนำผลวิเคราะห์ที่ได้ วิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (One-way Analysis of Variance) และประเมินผลโดยการเปรียบเทียบ ค่า F จากการคำนวณ ($F - cal$) และค่า F จากตารางที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 ($F - crit$) แสดงว่าตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่ เตรียมขึ้นมีความเป็นเนื้อเดียวกัน สามารถนำไปใช้เป็นตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายในได้ กรณี $F - cal > F - crit$

เทคนิคการใช้พลังงานคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่ Near Infrared (NIR) เป็นเทคนิคที่วิเคราะห์หา องค์ประกอบต่างๆในตัวอย่าง เป็นองค์ความรู้หนึ่งที่ใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลายในต่างประเทศ ปัจจุบันในประเทศไทยก็ได้มีการนำเทคนิคนี้มาใช้และพัฒนาอย่างต่อเนื่องทั้งด้านอุตสาหกรรมและการเกษตร เนื่องจากเป็นเทคนิคที่สามารถทำนายค่าทางเคมีได้อย่างรวดเร็ว ประหยัดเวลา ไม่ทำลายตัวอย่าง ลดการใช้สารเคมีที่เป็นอันตราย และปลอดภัยกับผู้วิเคราะห์ ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของธาตุอาหารหลักใน ตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายใน เพื่อเป็นทางเลือกวิธีวิเคราะห์เพื่อพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้เทคนิค NIRS

7. วิธีดำเนินการ

วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์

1. เครื่อง Spectrophotometer
2. เครื่อง Flame photometer

3. อุปกรณ์การย่อยและกลั่นไนโตรเจน (Macro Kjeldahl Digestion Apparatus and Distillation Apparatus)
4. เครื่อง NIR (Buchi NIRFlex N-500, Switzerland)
5. บิวเรต
6. เตาระเหยไฟฟ้า
7. เครื่องชั่งไฟฟ้า ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
8. เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ สำหรับวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O)
9. ขวดพลาสติกสำหรับบรรจุตัวอย่าง

สารเคมี

1. สารเคมี สำหรับวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O)

วิธีการ

1. คัดเลือก รวบรวมตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ให้ครอบคลุมทุกระดับความเข้มข้น พร้อมกับรวบรวมข้อมูลของตัวอย่าง
2. วิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ตามคู่มือการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี กรมวิชาการเกษตร
3. นำตัวอย่างปุ๋ยเคมีวัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง NIRS โดยใช้ เทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared Spectroscopy-NIRS) แบบวิธีสะท้อน (Reflectance) ด้วยหัววัดใยแก้วนำแสง (Fiber optic probe) โดยใช้แสงที่มีความยาวคลื่น (wave length) 800-2500 นาโนเมตร หรือเลขคลื่น (wave number) 4000-12500 ต่อเซนติเมตร
4. สร้างสมการทำนายปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) จากข้อ 3 โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป NIRCal ของเครื่อง NIR (Buchi NIRFlex N-500, Switzerland)
5. พิจารณาสมการทำนายผล โดยปรับปรุงสมการให้มีค่าความสัมพันธ์กับค่าการดูดกลืนแสง โดยมีสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์สูง (Correlation coefficient ; R) ค่าความคลาดเคลื่อนในการวิเคราะห์ค่า (Standard of Calibration : SEC) และค่าความคลาดเคลื่อนในการประเมินค่า (Standard of Error of Prediction: SEP) แล้วนำสมการไปประเมินในตัวอย่างปุ๋ยเคมี จนแน่ใจว่าสมการมีประสิทธิภาพในการประเมิน
6. เตรียมตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายใน สำหรับใช้ในการพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกัน
 - 6.1 บดตัวอย่างปุ๋ยเคมีผ่านตะแกรงขนาด 0.5 มิลลิเมตร สูตรละ 5 กิโลกรัม ร่อนตัวอย่างที่บดได้ทั้งหมดด้วยตะแกรงขนาด 40 เมช
 - 6.2 นำตัวอย่างที่ร่อนแล้วทั้งหมดมาคลุกเคล้าให้เข้ากันอีกครั้ง และตักใส่ขวดพลาสติกขนาด 30 มิลลิลิตร ปิดฝาให้แน่น และกำหนดหมายเลขตัวอย่างในแต่ละขวด
 - 6.3 สุ่มตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายใน สูตรละ 10 ขวด

7. นำตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายในวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ด้วยวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี ของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร และวิธี NIR

8. พิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายใน โดยการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (One way Analysis of variance)

เวลาและสถานที่ 1 ตุลาคม 2559 - 30 กันยายน 2561 ณ กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

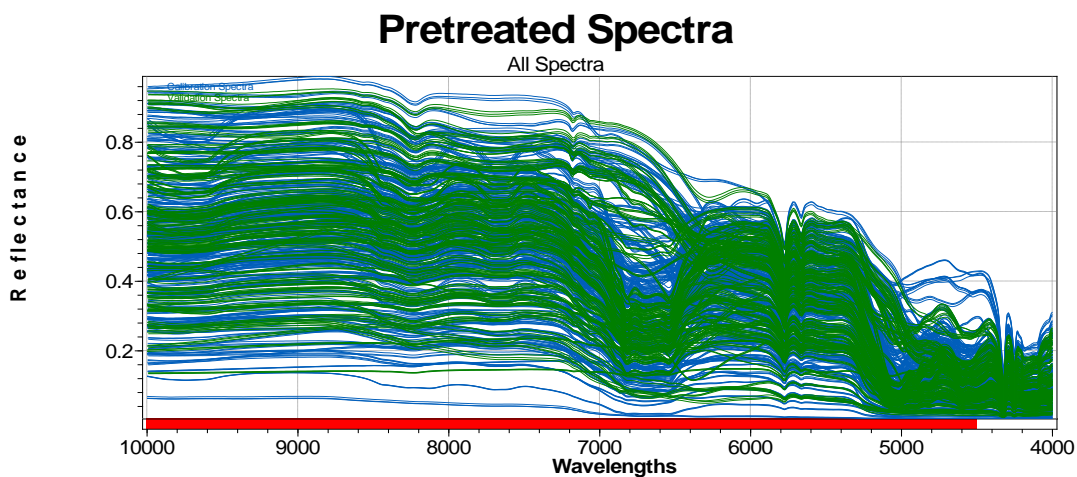
ผลการทดลองและวิจารณ์

1. ได้ตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) จากการวิเคราะห์โดยวิธีของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร จำนวน 381 ตัวอย่าง ดังแสดงในตาราง 1

ตาราง 1 จำนวนตัวอย่างแบ่งตามช่วงความเข้มข้นของปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และ โพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O)

รายการทดสอบ	ช่วงความเข้มข้น (%)	จำนวนตัวอย่าง
ไนโตรเจนทั้งหมด	3-8	42
	9-20	260
	21-38	79
ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5)	3-8	217
	9-20	135
	21-52	29
โพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O)	3-8	143
	9-20	161
	21-40	77

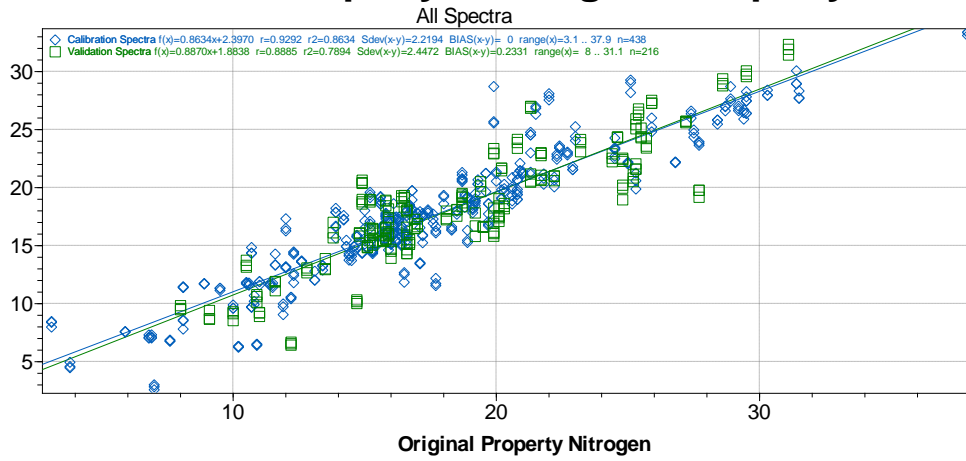
2. วัดการดูดกลืนแสงของตัวอย่างปุ๋ยเคมี ด้วยเครื่อง NIRS พบว่า ได้สเปกตรัมแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ดังแสดงตามภาพ 1 – 4 สร้างสมการโดยใช้การถดถอยกำลังสองน้อยที่สุดบางส่วน (Partial Least Square ; PLS) และใช้การปรับแต่งสเปกตรัมเพื่อลดผลกระทบจากปัจจัยที่มีผลต่อสเปกตรัม โดยเลือกสมการที่ดีที่สุดเพื่อใช้ในการทำนายผลโดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient ; R) สูง ความคลาดเคลื่อนในการวิเคราะห์ (Standard of Calibration : SEC) ต่ำ และความคลาดเคลื่อนในการประเมิน (Standard of Error of Prediction: SEP) ต่ำ ดังแสดงตามตาราง 2



ภาพ 1 สเปกตรัมของตัวอย่างปุ๋ยเคมี

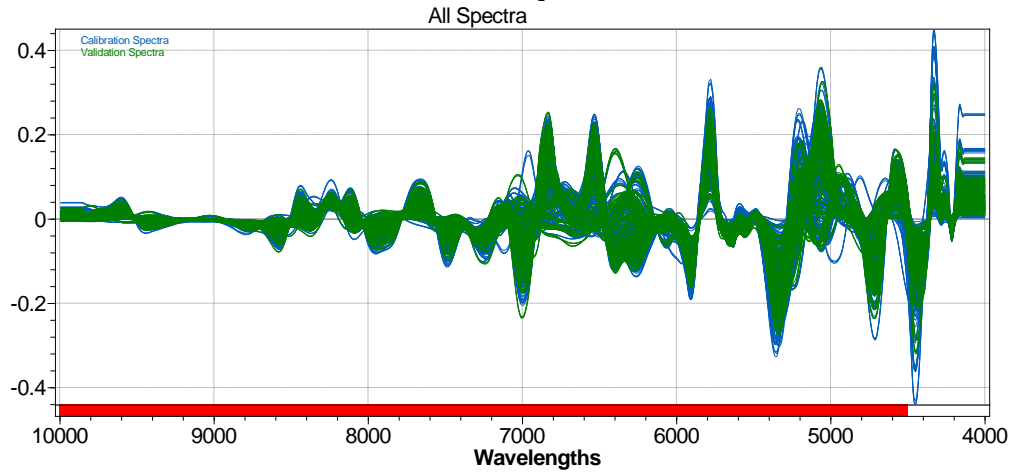
Predicted Property Nitrogen

Predicted Property vs. Original Property



Reflectance (nm a, ds 2g 2)

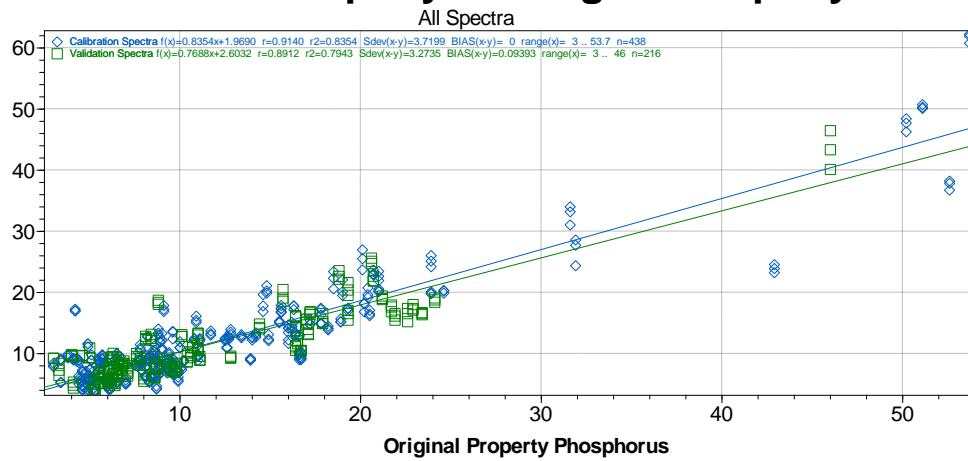
Pretreated Spectra



ภาพ 2 สมการแสดงความสัมพันธ์และการปรับแต่งสเปกตรัม รายการทดสอบไนโตรเจนทั้งหมดของตัวอย่าง
ปุ๋ยเคมี

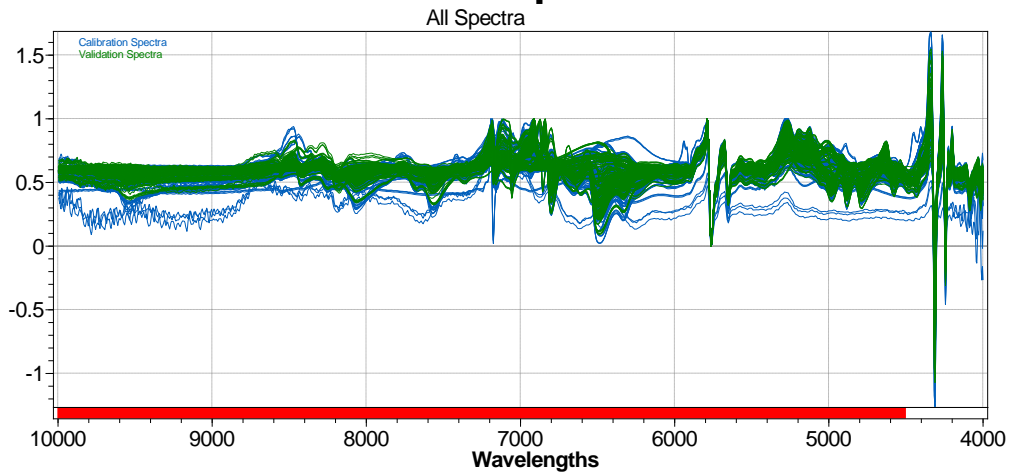
Predicted Property Phosp

Predicted Property vs. Original Property



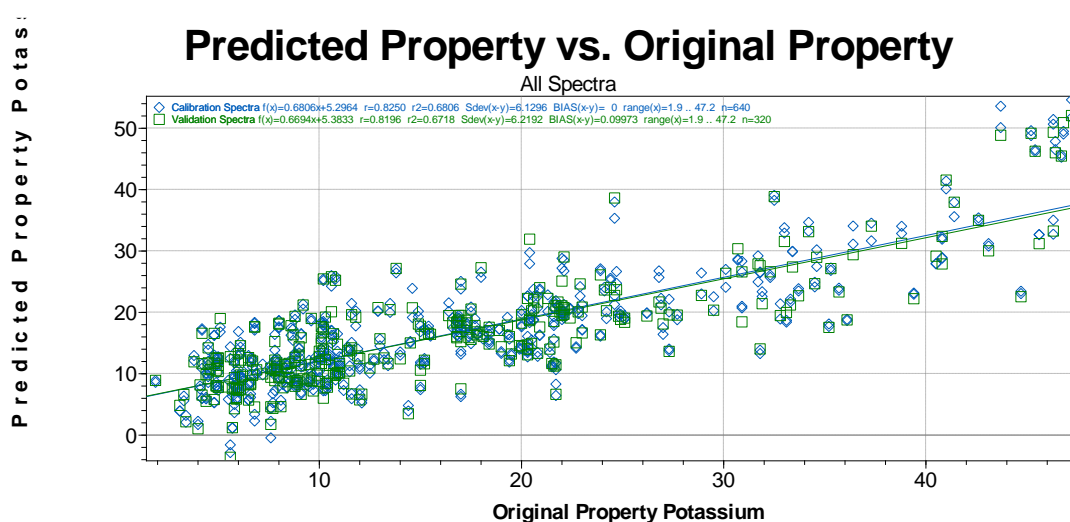
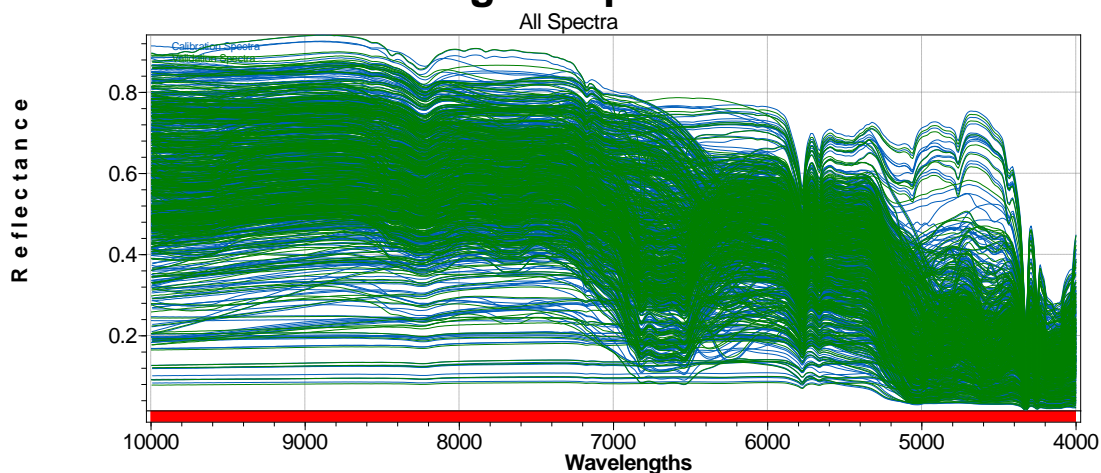
Reflectance (dt1,n01)

Pretreated Spectra



ภาพ 3 สมการแสดงความสัมพันธ์และการปรับแต่งสเปกตรัม รายการทดสอบฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) ของตัวอย่างปุ๋ยเคมี

Original Spectra



ภาพ 4 สมการแสดงความสัมพันธ์และการปรับแต่งสเปกตรัม รายการทดสอบโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K₂O) ของตัวอย่างปุ๋ยเคมี

ตาราง 2 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient ; R) ความคลาดเคลื่อนในการวิเคราะห์ (Standard of Calibration : SEC) ความคลาดเคลื่อนในการประเมิน (Standard of Error of Prediction: SEP) และรูปแบบการปรับแต่งสเปกตรัม

รายการทดสอบ	R	SEC	SEP	การปรับแต่งสเปกตรัม
ไนโตรเจนทั้งหมด	0.9292	2.2194	2.4472	Normalization by Maxima*,Second Derivative Smoothing Gap2 (nma,ds2g2)
ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P ₂ O ₅)	0.9140	3.7199	3.2735	First Derivative Taylor 3 Points ,Normalization between 0 to 1* (dt1,n01)

โพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K ₂ O)	0.8250	6.1296	6.2192	ไม่ปรับแต่งสเปกตรัม
--	--------	--------	--------	---------------------

3. เตรียมตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายใน จำนวน 15 สูตร วิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P₂O₅) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K₂O) โดยวิธีของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร และวิธี NIR เพื่อพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันโดยการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (One way Analysis of variance) เปรียบเทียบ ค่า F จากการคำนวณ (F - cal) และค่า F จากตารางที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 (F - crit) หากค่า F - cal < F - crit แสดงถึงตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายในมีความเป็นเนื้อเดียวกัน พบว่า ผลการพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันของทั้ง 2 วิธีสอดคล้องกันร้อยละ 100 ตามตาราง 3 - 5

ตาราง 3 ผลการพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันโดยวิธีของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร และวิธี NIR รายการทดสอบไนโตรเจนทั้งหมด

Grade of Internal reference material	Homogeneity testing									
	Reference method					NIR				
	Mean	MS _B	MS _W	F - cal	evaluation	Mean	MS _B	MS _W	F - cal	evaluation
16-20-0	16.37	0.0633	0.0621	1.02	accept	16.84	0.4480	0.3734	1.19	accept
16-8-8	16.52	0.0390	0.0202	1.93	accept	15.67	0.7036	0.4356	1.62	accept
19-19-19	19.33	0.1318	0.0657	2.01	accept	25.26	0.3378	0.2302	1.47	accept
10-52-17	10.4	0.0154	0.0117	1.32	accept	9.42	0.2857	0.5541	0.52	accept
12-24-12	13.53	0.0704	0.0492	1.43	accept	13.89	0.2677	0.1592	1.68	accept
15-7-18	15.31	0.0152	0.0241	0.63	accept	17.7	0.5611	0.2309	2.43	accept
16-16-8	16.16	0.0114	0.0253	0.45	accept	15.36	0.2579	0.2192	1.18	accept
18-46-0	18.25	0.0311	0.0125	2.49	accept	13.61	0.1001	0.0358	2.79	accept
20-10-10	20.54	0.0345	0.0475	0.73	accept	18.78	0.2713	0.1682	1.61	accept
18-0-0	18.89	0.0221	0.0234	0.94	accept	23.38	0.0119	0.0106	1.12	accept
28-12-8	27.8	0.0383	0.0525	0.73	accept	29.57	0.5118	0.4184	1.22	accept
16-20-0+urea	17.31	17.0728	0.0649	263.1	not accept	17.48	7.5607	0.2176	34.75	not accept
16-8-8+urea	17.41	16.6021	0.0277	599.35	not accept	16.41	10.9828	0.4370	25.13	not accept
19-19-19+urea	20.38	20.4835	0.0666	307.56	not accept	26.76	4.5012	0.1995	22.61	not accept

เกณฑ์การประเมิน F - cal < F - crit เมื่อ F - crit = 3.02

F - cal หมายถึง ความแปรปรวนของตัวอย่างที่ได้จากการคำนวณ

F - crit หมายถึง ความแปรปรวนที่ได้จากตารางการแจกแจงแบบ F ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05

ตาราง 4 ผลการพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันโดยวิธีของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร และวิธี NIR
รายการทดสอบฟอสฟอรัสทั้งหมด (P₂O₅)

Grade of Internal reference material	Homogeneity testing									
	Reference method					NIR				
	Mean	MS _B	MS _W	F - cal	evaluation	Mean	MS _B	MS _W	F - cal	evaluation
16-8-8	9.17	0.0058	0.0090	0.64	accept	15.08	0.2974	0.2304	1.29	accept
19-19-19	19.65	0.0295	0.0099	2.98	accept	21.85	0.9811	1.6797	0.58	accept
10-52-17	50.41	0.7386	0.3903	1.89	accept	49.66	3.0990	3.9625	0.78	accept
12-24-12	25.98	0.0287	0.0169	1.69	accept	11.11	0.2773	0.1487	1.86	accept
15-7-18	6.92	0.0127	0.0122	1.04	accept	16.42	0.1759	0.1260	1.39	accept
16-16-8	16.78	0.0169	0.0085	1.99	accept	20.45	0.5054	0.2595	1.95	accept
18-46-0	48.12	0.1023	0.1025	0.99	accept	38.59	2.2649	1.5927	1.42	accept
20-10-10	9.96	0.0074	0.0195	0.38	accept	15.52	0.5119	0.2591	1.98	accept
20-8-20	8.33	0.0084	0.0200	0.42	accept	6.62	0.6020	0.2600	2.31	accept
28-12-8	12.6	0.0277	0.0166	1.67	accept	15.93	0.7307	0.4190	1.74	accept
13-13-21	13.98	0.0285	0.0124	2.30	accept	15.84	0.5184	0.5545	0.93	accept
15-15-15	15.65	0.0588	0.0452	1.30	accept	15.4	0.3392	0.3274	1.04	accept
18-4-6	4.76	0.0072	0.0025	2.88	accept	3.33	0.2081	0.0851	2.45	accept
0-52-34	51.85	0.2262	0.1453	1.56	accept	52.14	1.0245	0.5176	1.98	accept
15-7-18 +urea	6.7	0.9973	0.0134	74.42	not accept	15.86	5.3738	0.1130	45.56	not accept
16-16-8 +urea	16.27	5.5023	0.0125	440.18	not accept	19.8	7.0423	0.2473	28.48	not accept

เกณฑ์การประเมิน $F - cal < F - crit$ เมื่อ $F - crit = 3.02$

F - cal หมายถึง ความแปรปรวนของตัวอย่างที่ได้จากการคำนวณ

F - crit หมายถึง ความแปรปรวนที่ได้จากตารางการแจกแจงแบบ F ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05

ตาราง 5 ผลการพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันโดยวิธีของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร และวิธี NIR
รายการทดสอบโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K₂O)

Grade of Internal reference material	Homogeneity testing									
	Reference method					NIR				
	Mean	MS _B	MS _W	F - cal	evaluation	Mean	MS _B	MS _W	F - cal	evaluation
16-8-8	8.57	0.0144	0.0067	2.14	accept	5.21	0.1473	0.0768	1.92	accept
19-19-19	20.7	0.0479	0.0259	1.85	accept	14.3	1.3611	0.5382	2.53	accept
10-52-17	17.18	0.0179	0.0150	1.19	accept	13.7	0.9936	1.0528	0.94	accept
12-24-12	14.54	0.0054	0.0159	0.34	accept	15.42	0.3015	0.2650	1.14	accept
15-7-18	17.63	0.0414	0.0385	1.08	accept	14.37	0.3391	0.4799	0.71	accept
16-16-8	8.37	0.0113	0.0053	2.13	accept	15.56	0.2663	0.1236	2.15	accept
0-52-34	34.65	0.2561	0.1152	2.22	accept	37.91	4.2067	2.7736	1.52	accept
20-10-10	11.09	0.0069	0.0065	1.06	accept	10.06	0.6838	0.2611	2.62	accept
20-8-20	21.69	0.0139	0.0199	0.70	accept	19.27	0.6871	0.2699	2.55	accept
28-12-8	9.52	0.0182	0.0222	0.82	accept	12.12	0.7664	0.3230	2.37	accept
13-13-21	21.65	0.0581	0.0452	1.28	accept	18.04	0.2952	0.1125	2.62	accept
15-15-15	15.56	0.0433	0.0168	2.57	accept	19.39	0.5298	0.4900	1.08	accept
18-4-6	6.31	0.0171	0.0084	2.04	accept	20.02	1.0577	0.4502	2.35	accept
15-7-18+urea	17.06	6.7398	0.0210	320.94	not accept	13.86	5.2320	0.2382	21.96	not accept
16-16-8+urea	8.1	1.3679	0.0098	139.58	not accept	14.83	10.4310	0.1095	95.26	not accept

เกณฑ์การประเมิน $F - cal < F - crit$ เมื่อ $F - crit = 3.02$

$F - cal$ หมายถึง ความแปรปรวนของตัวอย่างที่ได้จากการคำนวณ

$F - crit$ หมายถึง ความแปรปรวนที่ได้จากตารางการแจกแจงแบบ F ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากการรวบรวมตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ให้ครอบคลุมช่วงความชื้นตัวอย่างปุ๋ยเคมี และนำไปวิเคราะห์โดยวิธีของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร แล้วนำไปวัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง NIRS จำนวน 381 ตัวอย่าง พบว่า ได้สเปกตรัมแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) สร้างสมการโดยใช้การถดถอยกำลังสองน้อยที่สุดบางส่วน (Partial Least Square ; PLS) และใช้การปรับแต่งสเปกตรัมเพื่อลดผลกระทบจากปัจจัยที่มีผลต่อสเปกตรัม โดยเลือกสมการที่ดีที่สุดเพื่อใช้ในการทำนายผล โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient ; R) สูง ความคลาดเคลื่อนในการวิเคราะห์ (Standard of Calibration : SEC) ต่ำ และความคลาดเคลื่อนในการประเมิน (Standard of Error of Prediction: SEP) ต่ำ พบว่า รายการทดสอบไนโตรเจนทั้งหมดปรับแต่งสเปกตรัมแบบ Normalization by Maxima*, Second Derivative Smoothing Gap2 (nma,ds2g2) ค่า R 0.9292 ค่า SEC 2.2194 ค่า SEP 2.4472 รายการทดสอบฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) ปรับแต่งสเปกตรัมแบบ First Derivative Taylor 3 Points, Normalization between 0 to 1* (dt1,n01) ค่า R 0.9140 ค่า SEC 3.7199 ค่า SEP 3.2735 และรายการทดสอบโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ใช้สเปกตรัมแบบ Original ไม่มีการปรับแต่งสเปกตรัม ค่า R 0.8250 ค่า SEC 6.1296 ค่า SEP 6.2192 ตามลำดับ

จากการเตรียมตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายในที่มีสูตรต่างๆ จำนวน 15 สูตร วิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) โดยวิธีของห้องปฏิบัติการกรมวิชาการเกษตร และวิธี NIR เพื่อพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันโดยการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (One way Analysis of variance) เปรียบเทียบ ค่า F จากการคำนวณ (F - cal) และค่า F จากตารางที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 (F - crit) หากค่า F - cal < F - crit แสดงถึงตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายในมีความเป็นเนื้อเดียวกัน พบว่าผลการพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันของทั้ง 2 วิธีสอดคล้องกันร้อยละ 100

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

เป็นวิธีทางเลือกในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5) และโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) เพื่อพิสูจน์ความเป็นเนื้อเดียวกันสำหรับตัวอย่างปุ๋ยเคมีอ้างอิงภายใน ที่มีความสะดวกรวดเร็ว ลดขั้นตอน และลดการใช้สารเคมีที่เป็นอันตรายต่อผู้วิเคราะห์

11. ขอบคุณ (ถ้ามี) : -

12. เอกสารอ้างอิง

เอกสารอ้างอิง

กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี. 2551. คู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร.

กรมวิชาการเกษตร. กรุงเทพฯ. 66 หน้า.

จิตติมา วีระนันทนาพันธ์. 2555. การใช้ประโยชน์ NIRS ในภาคอุตสาหกรรมปุ๋ยครั้งแรกในประเทศไทย. ใน **The 3rd Asian Near-Infrared Symposium , Shot Course in Thai เทคนิค Near-Infrared Spectroscopy (NIRs)**. Kasetsart University and Asian Near-Infrared Consortium. May 14-18, 2012 . Bangkok : Amari Watergate Hotel, Thailand. Pp.1-7.

ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี พ.ศ.2559.

4 มกราคม 2560. ราชกิจจานุเบกษา. เล่มที่ 134 ตอนพิเศษ 2 ง.

รองศาสตราจารย์ ดร.วิชัย หุทัยธนาสันดี. 2555. เทคโนโลยีอินฟราเรดย่านใกล้และการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม. มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

วรรณรัตน์ และคณะ 2551. การทดสอบความชำนาญในการวิเคราะห์ตรวจสอบปุ๋ย. ผลงานวิจัยดีเด่นและผลงานวิจัยที่เสนอเข้าร่วมพิจารณาคือเป็นผลงานวิจัยดีเด่นประจำปี 2550. กรมวิชาการเกษตร. หน้า 49-62.

ISO Guide 35, 2006. Reference Materials - General and Statistical Principles for Certification.

Official Methods of Analysis of AOAC International. 2016. AOAC International Gaithersburg, MD, USA, Official Method 20 th Ed.

Official Methods of Analysis of Fertilizers. 1987. The National Institute of Agriculture Sciences.

Ministry of Agriculture, Forestry, and Fisheries, Japan 130 p.

13. ภาคผนวก

ภาคผนวก

ตารางผนวก 1 การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว

Source of veariation	SS	df	MS	F
----------------------	----	----	----	---

Between groups	SS_B	$K-1$	$SS_B / K-1$	MS_B / MS_W
Within groups	SS_W	$N-K$	$SS_W / N-K$	
Total	$SS_B + SS_W$	$N-1$		

หมายเหตุ K = จำนวนกลุ่มตัวอย่าง
 N = จำนวนข้อมูลหรือกลุ่มตัวอย่างทั้งหมด
 df_1 = $K-1$ (degree of freedom for the numerator)
 df_2 = $N-K$ (degree of freedom for the denominator)

ตารางผนวก 2 ตารางการแจกแจงแบบ F ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05

df_2 (denominator)	df_1 (numerator)										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	161.5	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.0
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.4
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.76
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.94
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.70
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.03
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.60
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.31
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.10
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.94
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.82
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.72
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.63
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.57
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.51
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.31

30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.13
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	2.04
50	4.03	3.18	2.79	2.56	2.40	2.29	2.20	2.13	2.07	2.03	1.99
100	3.94	3.09	2.70	2.46	2.31	2.19	2.10	2.03	1.97	1.93	1.89