ศึกษาเกณฑ์คลาดเคลื่อนจากค่าความไม่แน่นอนของการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์

Tolerance of Uncertainty on Total Phosphorus in Organic Fertilizers

ศุภากร ดวนใหญ่
Supakorn Duanyai

กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

ABSTRACT

The purpose of this study was to validate the method of total phosphorus in organic fertilizers. Study the tolerance of uncertainty on total phosphorus in organic fertilizers. by using spectrophotometric molybdovanadophosphate method. The result of Limit of detection (LOD) 0.03%TP_2O_5. Limit of quantitation (LOQ) 0.10%TP_2O_5. To prove the trueness and precision of LOQ as 0.3%TP_2O_5. The intermediate analysis CRM of LOQ and 8.0% TP_2O_5. %Recovery as 98.67, 100.03 and HorRat as 0.70, 0.25. The results of analysis showed that the acceptance criteria. Test organic fertilizers samples covering concentration ranged from 0.25-7.25%TP_2O_5. The tolerance of uncertainty on total phosphorus in organic fertilizers was in the range of 4.25-9.63%.

Keywords : Organic fertilizer Total Phosphorus Tolerance

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ และเกณฑ์คลาดเคลื่อนของปริมาณธาตุอาหารรับรองของฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ โดยนำมาประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัด และทดสอบตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ที่ความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง เพื่อประเมินค่าความไม่แน่นอนในขั้นตอนการสุ่มตัวอย่าง และขั้นตอนการทดสอบ โดยการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ โดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate พบว่า Range, Linearity, Accuracy, Precision ค่า LOD และ LOQ เท่ากับ 0.03 %TP_2O_5 และ 0.10%TP_2O_5 ผลการพิสูจน์ Trueness และความเที่ยง (Precision) ของตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ที่มีลักษณะเนื้อสาร (Matrix) ที่ระดับความเข้มข้น LOQ (0.3%TP_2O_5) และความเข้มข้นสูง (8.0%TP_2O_5) ได้ %Recovery เท่ากับ 98.67 และ 100.03 ได้ HorRat เท่ากับ 0.70 และ 0.25 ตามลำดับ ผ่านเกณฑ์การยอมรับทั้งหมด ค่าความไม่แน่นอนจากการสุ่มตัวอย่างและการทดสอบคลอบคลุมที่ระดับความเข้มข้น 0.25-7.25%TP_2O_5 และได้เกณฑ์คลาดเคลื่อนของปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์อยู่ในช่วง 4.25-9.63%

คำหลัก : ปุ๋ยอินทรีย์ ฟอสฟอรัสทั้งหมด เกณฑ์คลาดเคลื่อน

คำนำ

สถานการณ์ปุ๋ยเคมีภายในประเทศ พบว่า ปี 2564 ประเทศไทยมีปริมาณและมูลค่าการนำเข้าปุ๋ยเคมีเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับปี 2563 โดยราคาปุ๋ยในประเทศมีแนวโน้มปรับตัวสูงขึ้นตามราคาแม่ปุ๋ยในตลาดโลก เนื่องจากจีนซึ่งเป็นประเทศผู้ส่งออกปุ๋ยสำคัญจำกัดการส่งออก ส่งผลให้วัตถุดิบหรือแม่ปุ๋ยในตลาดโลกขาดแคลน ประกอบกับผลกระทบต่อเนื่องจากการระบาดของโรคติดเชื้อไวรัสโคโรนา 2019 ที่ส่งผลต่อระบบโลจิสติกส์และค่าขนส่งที่สูงขึ้น รัฐบาลจึงมีมาตรการแก้ปัญหาระยะสั้น โดยส่งเสริมการใช้ปุ๋ยตามค่าวิเคราะห์ดินและการส่งเสริมการใช้ปุ๋ยอินทรีย์และปุ๋ยชีวภาพ (สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร, 2565) และในปี 2565 รัฐบาลมีการส่งเสริมให้เกษตรกรเข้าร่วมโครงการเกษตรอินทรีย์ ซึ่งตั้งเป้าหมายเพิ่มพื้นที่ปลูกเกษตรอินทรีย์ จำนวน 1.3 ล้านไร่ (ผู้จัดการออนไลน์, 2564)

เมื่อรัฐบาลส่งเสริมให้เกษตรกรใช้ปุ๋ยอินทรีย์ในภาคการเกษตรมากขึ้น ปุ๋ยอินทรีย์ที่มีจำหน่ายตามท้องตลาดจึงเป็นทางเลือกหนึ่งของเกษตรกร ซึ่งตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550 (มาตรา 3) ปุ๋ยอินทรีย์ หมายความว่า ปุ๋ยที่ได้หรือทำมาจากวัสดุอินทรีย์ ซึ่งผลิตด้วยกรรมวิธีทำให้ชื้น สับ หมัก บด หรือด้วยวิธีอื่น และวัสดุอินทรีย์ถูกย่อยสลายสมบูรณ์ด้วยจุลินทรีย์ แต่ไม่ใช่ปุ๋ยเคมีและ ปุ๋ยชีวภาพ กรมวิชาการเกษตรในฐานะผู้รับผิดชอบหลักในการกำกับดูแลคุณภาพปุ๋ย ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550 โดยกองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร ซึ่งเป็นหน่วยงานที่รับผิดชอบภารกิจการตรวจวิเคราะห์คุณสมบัติด้านต่างๆ ของปุ๋ยเคมี ปุ๋ยอินทรีย์ และปุ๋ยชีวภาพ เพื่อเป็นข้อมูลประกอบการขอขึ้นทะเบียน การขออนุญาตผลิต การนำเข้า การขาย การนำผ่านการส่งออก การดำเนินคดีกับผู้กระทำผิด

เกณฑ์คลาดเคลื่อนของปริมาณธาตุอาหาร มีความสำคัญในการบ่งชี้ว่าปริมาณธาตุอาหารรับรองที่ระบุผ่านเกณฑ์คลาดเคลื่อนขั้นต่ำ ซึ่งตามประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ ได้กำหนดเกณฑ์คลาดเคลื่อนของปริมาณอินทรียวัตถุรับรองที่มีในปุ๋ยอินทรีย์เคมีและในปุ๋ยอินทรีย์ ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติมฉบับที่ 2 พ.ศ. 2550 พ.ศ. 2552 และกำหนดเกณฑ์คลาดเคลื่อนของปริมาณธาตุอาหารรับรองของปุ๋ยเคมี ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไข เพิ่มเติมฉบับที่ 2 พ.ศ. 2550 พ.ศ. 2554 แต่ปัจจุบันยังไม่มีเกณฑ์คลาดเคลื่อนของการตรวจสอบปริมาณธาตุอาหารรับรองของปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ เพื่อให้การผลิตปุ๋ยอินทรีย์เป็นไปอย่างถูกต้องตามมาตรฐานและเป็นการรักษาผลประโยชน์ของเกษตรกรและเพื่อความเป็นธรรมของผู้ที่เกี่ยวข้อง ซึ่งต้องอาศัยผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุอาหารจากห้องปฏิบัติการ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการกำหนดเกณฑ์คลาดเคลื่อนออกมารองรับปริมาณหรือความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้น

วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์

1. ตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์
2. วัสดุอ้างอิงรับรอง
   2.1 Ammonium Dihydrogen Phosphate (SRM 194a); 61.71±0.14%P_2O_5
3. เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น XS204
4. เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-VIS Spectrophotometer) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น Lambda 45
5. เครื่องบดตัวอย่าง ยี่ห้อ Retsch รุ่น ZM 200
6. เตาระเหยไฟฟ้า ยี่ห้อ Thermo Scientific รุ่น 2200
7. สารเคมี
   7.1 Potassium Dihydrogen Phosphate (KH_2PO_4), AR grade
   7.2 กรดไนตริก 69-70% (HNO_3), AR grade
   7.3 กรดเปอร์คลอริก 69-72% ($HClO_4$), AR grade
   7.4 Ammonium molybdate [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$], AR grade

7.5 Ammonium metavanadate (NH_4VO_3), AR grade

8. กระดาษกรองเบอร์ 1

9. ปิเปต ขนาด 1, 2, 4, 5, 6, 10, 15, 20 และ 25 มิลลิลิตร

10. เครื่องแก้วและวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการทดลอง

วิธีการ

1. เตรียมปุ๋ยอินทรีย์ สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดครอบคลุมช่วงความเข้มข้น จำนวน 17 ตัวอย่าง ได้แก่ มูลวัวนม จำนวน 4 ตัวอย่าง มูลวัวปล่อยทุ่ง จำนวน 2 ตัวอย่าง มูลไส้เดือน จำนวน 3 ตัวอย่าง มูลค้างคาว จำนวน 1 ตัวอย่าง มูลไก่อัดเม็ด จำนวน 2 ตัวอย่าง ปุ๋ยอินทรีย์อัดเม็ด จำนวน 4 ตัวอย่าง และปุ๋ยอินทรีย์ผง จำนวน 1 ตัวอย่าง ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ความเข้มข้นละ 3 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 กิโลกรัม โดยนำตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์บดด้วยเครื่องบดตัวอย่างความเร็ว 10,000 รอบต่อนาที ที่มีรูคัดขนาด 0.5 มิลลิเมตร เตรียมใส่ถุงพลาสติกซิบไล่อากาศออกให้หมด และปิดถุงให้สนิท เขียนป้ายบ่งชี้ตัวอย่าง

2. การเตรียมสารละลายตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์

ชั่งตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ จำนวน 1.xxxx กรัม ลงใน Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสม 20 มิลลิลิตร (HNO_3 : $HClO_4$ 1:1 V/V) นำไปย่อยบนเตาระเหยไฟฟ้า ย่อยจนมีควันสีขาวเกิดขึ้นเหนือสารละลายหรือสารละลายมีลักษณะใส ซึ่งจะใช้เวลาประมาณ 30–40 นาที จากนั้นยกลงจากเตาระเหยไฟฟ้า ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายสารละลายตัวอย่างและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นใส่ใน Volumetric flask ขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ตั้งสารละลายตัวอย่างไว้ข้ามคืน ในกรณีที่เป็นสารละลายมีตะกอนขุ่นนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

3. การวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ (ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์, 2559) โดยนำสารละลายตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-VIS Spectrophotometer) ที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบกับ Standard curve และบันทึกผลการวิเคราะห์

การคำนวณ

$$\%P = \frac{\text{mg/L from standard curve x dilution factor}}{\text{wt of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\%P_2O_5 = \%P \times 2.2914$$

4. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี

4.1 การหาค่า Range ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์

โดยชั่งตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ที่ไม่มีสารที่ต้องการศึกษา (Sample blank) จำนวน 1.xxxx กรัม เติมสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 8 ระดับความเข้มข้น ได้แก่ 0.5, 1, 3, 5, 7, 9, 12 และ 15 mg/L ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ นำไปเตรียมสารละลายตัวอย่างตามข้อ 2 และวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดตามข้อ 3 บันทึกข้อมูลจากนั้น Plot กราฟระหว่างความเข้มข้นของ Sample blank ที่ spiked standard (แกน x) กับค่าเฉลี่ย Absorbance (Abs.) (แกน y) และคำนวณหาสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient : r) เกณฑ์ยอมรับ : $r \geq 0.995$ (APHA, AWWA and WEF, 2017)

4.2 การหาค่า Linearity ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์

โดยชั่ง Sample blank จำนวน 1.xxxx กรัม เติมสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 8 ระดับความเข้มข้น ได้แก่ 0.5, 1, 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 mg/L ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ นำไปเตรียมสารละลายตัวอย่าง ตามข้อ 2 และวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดตามข้อ 3 บันทึกข้อมูลจากนั้น Plot กราฟระหว่างความเข้มข้นของ Sample blank ที่ spiked standard (แกน x) กับค่าเฉลี่ย Absorbance (Abs.) (แกน y) และคำนวณหาสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient : r) เกณฑ์ยอมรับ : $r \geq 0.995$

4.3 การประมาณค่าปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (Limit of detection; LOD) และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (Limit of quantitation; LOQ) ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์

โดยชั่ง Sample blank จำนวน 3.xxxx กรัม 10 ซ้ำ ทำการทดสอบซ้ำแบบต่างเวลา (Intermediate) บันทึกข้อมูล คำนวณหาค่าเฉลี่ย (Mean) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) จากนั้นคำนวณค่า LOD , LOQ (Eurachem, 2014) จากสูตร LOD = $3S_0'$ LOQ = $10S_0'$

4.4 พิสูจน์ค่าความถูกต้อง (Trueness) และความเที่ยง (Precision) ที่ระดับความเข้มข้น LOQ

โดยเตรียมสารละลายจากวัสดุอ้างอิงรับรอง Ammonium Dihydrogen Phosphate (SRM 194a) 61.71±0.14 %P_2O_5 ให้ได้ความเข้มข้น 0.3%P_2O_5 จากนั้นชั่งสารละลาย จำนวน 1.xxxx กรัม เติมลงใน Sample blank 10 ซ้ำ ทำการทดสอบซ้ำแบบต่างเวลา นำไปเตรียมสารละลายตัวอย่าง ตามข้อ 2 และวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดตามข้อ 3 บันทึกข้อมูล

4.5 การหาค่าความถูกต้อง (Trueness) และความเที่ยง (Precision) ที่ระดับความเข้มข้นต่ำและสูง

โดยชั่งสารที่ทราบค่าที่มีปริมาณความเข้มข้นต่ำและสูง ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ โดยใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง ได้แก่ ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.3%P_2O_5 เตรียมโดยการ Dilute Ammonium Dihydrogen Phosphate (SRM 194a); 61.71±0.17%P_2O_5) ชั่งตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ 0.9xxx กรัม และระดับความเข้มข้นสูง 8.0%P_2O_5 โดยการ Dilute Potassium Dihydrogen Phosphate ; 52.18%P_2O_5 ชั่งตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ 0.8xxx กรัม นำไปเตรียมสารละลายตัวอย่าง ตามข้อ 2 และวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดตามข้อ 3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาความเที่ยงโดยใช้ HorRat (Horwitz' Ratio) ตามสูตร

$$\text{HorRat (r)} = \frac{RSD(r)}{PRSD(R)}$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC (2016) : HorRat ≤ 1.3

5. ประเมินค่าความไม่แน่นอนตั้งแต่ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง ขั้นตอนการทดสอบ และคำนวณเกณฑ์คลาดเคลื่อนของปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์

5.1 นำตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ (A) จำนวน 2 กิโลกรัม แบ่งตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ (A) เป็น 2 ส่วน (A1, A2) ส่วนละ 1 กิโลกรัม แล้วนำปุ๋ยอินทรีย์ A1, A2 มาแบ่งเป็น 4 ส่วน (Eurachem, 2019) และบดตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ทั้ง 8 ส่วน

5.2 การวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ได้แก่ ตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (0.1-1.0 %TP_2O_5) กลาง (1.1-3.0 %TP_2O_5) และสูง (>3.0 %TP_2O_5) ความเข้มข้นละ 3 ตัวอย่าง โดยชั่งตัวอย่าง 1.xxxx กรัม วิเคราะห์ที่เวลาแตกต่างกัน ดำเนินการเตรียมสารละลายตัวอย่างเช่นเดียวกับขั้นตอน 2 และวิเคราะห์สารละลายตัวอย่างเช่นเดียวกับขั้นตอน 3 โดยวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 คน คนละ 2 ซ้ำ

5.3 คำนวณค่าความไม่แน่นอนตั้งแต่ขั้นตอนเตรียมตัวอย่าง และขั้นตอนวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ ตามสูตร

$$u = \%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$

เมื่อ u = ค่าคลาดเคลื่อน
% RSD = Relative standard deviation
SD = Standard deviation

5.4 คำนวณเกณฑ์คลาดเคลื่อนของปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ ตามสูตร

$$u_c = \sqrt{(u_{samp})^2 + (u_{anal})^2}$$

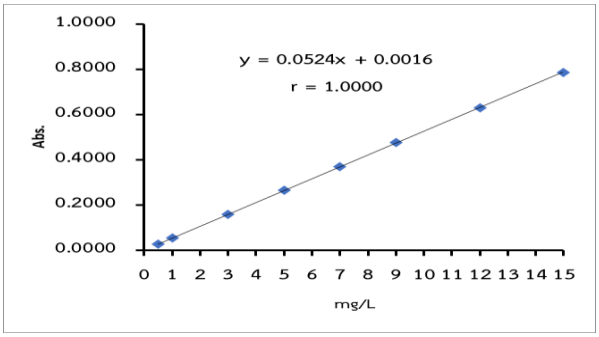
เมื่อ u_c = Combine uncertainty
u_{samp} = ค่าความไม่แน่นอนของการเตรียมตัวอย่าง
u_{anal} = ค่าความไม่แน่นอนของการวิเคราะห์

ระยะเวลา เริ่มต้น ตุลาคม 2562 สิ้นสุด กันยายน 2564

สถานที่ทำการทดลอง กลุ่มงานวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี
กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

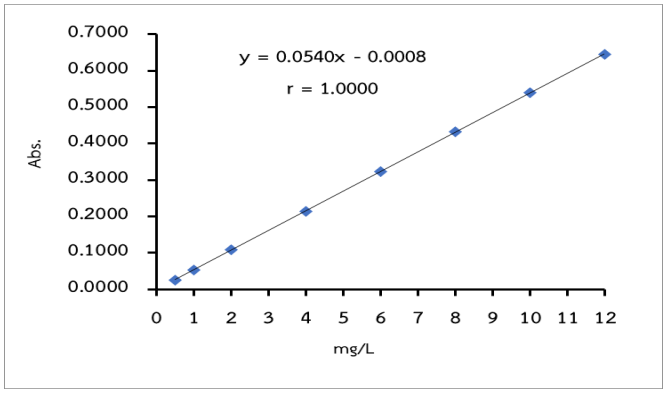
ผลการทดลองและวิจารณ์

1. ช่วงความเข้มข้นที่ทดสอบ (Range) โดยสร้างกราฟความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส (แกน x) กับค่าเฉลี่ย Absorbance (Abs.) 8 ความเข้มข้น (แกน y) ได้แก่ 0.5, 1, 3, 5, 7, 9, 12 และ 15 mg/L ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 1.0000 (ภาพที่ 1) ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับ



ภาพที่ 1 การหาช่วงความเข้มข้นที่ทดสอบ (Range) ของการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์

2. ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (Linearity) โดยสร้างกราฟความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส (แกน x) กับค่าเฉลี่ย Absorbance (Abs.) 8 ความเข้มข้น (แกน y) ได้แก่ 0.5, 1, 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 mg/L ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 1.0000 (ภาพที่ 2) ซึ่งผ่านเกณฑ์ยอมรับ



ภาพที่ 2 ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (Linearity) ของการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์

3. การประมาณปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (LOQ) ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ ได้ค่าเฉลี่ยเท่ากับ 0.04%TP_2O_5 และค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 0.01 ได้ค่า LOD เท่ากับ 0.03%TP_2O_5 และได้ค่า LOQ เท่ากับ 0.10%TP_2O_5

4. การพิสูจน์ค่าความถูกต้อง (Trueness) และความเที่ยง (Precision) ของตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ที่มีลักษณะเนื้อสาร (Matrix) ที่ระดับความเข้มข้น LOQ (0.3%TP_2O_5) และความเข้มข้นสูง (8.0%TP_2O_5) ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ โดยการเติมวัสดุอ้างอิงรับรองหรือสารเคมีมาตรฐานลงไปใน Sample blank พบว่า %Recovery

ที่ระดับความเข้มข้น LOQ และสูง อยู่ในช่วงเกณฑ์การยอมรับ และการตรวจสอบความเที่ยงโดยประเมินค่า Precision จาก HorRat (Horwitz's Ratio) ที่ความเข้มข้น LOQ และสูง อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ผลการพิสูจน์ค่าความถูกต้อง (Trueness) และความเที่ยง (Precision)

Concentration	Accuracy		Precision	
	%Recovery	Acceptance criteria	HorRat	Acceptance criteria
LOQ (0.3 %TP_2O_5)	98.67	95-105	0.70	1.3
High (8.0%TP_2O_5)	100.03	97-103	0.25	1.3

5. ประเมินค่าความไม่แน่นอนจากการสุ่มตัวอย่างและการทดสอบ

เกณฑ์คลาดเคลื่อนจากค่าความไม่แน่นอนของการวัดของปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ โดยคำนวณจากค่าความไม่แน่นอนจากการสุ่มตัวอย่างและการทดสอบ ที่ช่วงความเข้มข้นต่ำ เท่ากับ 4.81%, 5.42% และ 4.25% ช่วงความเข้มข้นกลาง เท่ากับ 9.49%, 6.15% และ 6.86% และช่วงความเข้มข้นสูง เท่ากับ 9.63%, 8.13% และ 4.46% ตามลำดับ (ตารางที่ 2)

ตารางที่ 2 ค่าความไม่แน่นอนของปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์

Concentration	%TP_2O_5	Measurement uncertainty		
		Sampling (%)	Analytical (%)	Total (%)
Low	0.25	4.40	1.97	4.81
	0.72	2.70	4.70	5.42
	0.82	2.01	3.74	4.25
Medium	1.72	4.45	8.38	9.49
	2.12	3.26	5.21	6.15
	2.32	3.35	5.99	6.86
High	3.53	5.46	7.93	9.63
	4.12	4.46	6.79	8.13
	7.25	3.85	2.24	4.46

ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ช่วงความเข้มข้น 1.0%TP_2O_5 มีค่าความไม่แน่นอนมากที่สุดเท่ากับ 5.42% สอดคล้องกับกฎหมายของสหภาพยุโรป (Official Journal of the European Union. 2019) เกี่ยวกับการจำหน่ายปุ๋ยอินทรีย์ ที่ระบุว่าปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ที่ความเข้มข้น 1% มีค่าคลาดเคลื่อนได้ไม่เกิน 50%

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ/คำแนะนำ

การศึกษาเกณฑ์คลาดเคลื่อนของการวัดปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ โดยทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยอินทรีย์ เพื่อนำมาประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัด และทำการทดสอบตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ การทดสอบ Range, Linearity, Limit of detection (LOD), Limit of quantitation (LOQ), Accuracy และ Precision พบว่า Range, Linearity, Accuracy, Precision ผ่านเกณฑ์การยอมรับทั้งหมด ค่า LOD และ LOQ เท่ากับ 0.03%TP_2O_5 และ 0.10%TP_2O_5 และได้เกณฑ์คลาดเคลื่อนของปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ครอบคลุมที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง (0.25 - 7.25%TP_2O_5) อยู่ในช่วง 4.25 - 9.63%

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

ใช้เป็นข้อมูลในการสร้างความเชื่อมั่นด้านการตรวจวิเคราะห์ เพื่อพิสูจน์และยืนยันถึงวิธีการที่นำมาใช้ในการทดสอบว่ามีความถูกต้อง แม่นยำ น่าเชื่อถือ สามารถสอบกลับได้ ลดข้อโต้แย้ง ในการกำกับและบังคับใช้กฎหมายของกรมวิชาการเกษตร ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550

เอกสารอ้างอิง

ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี พ.ศ. 2559 (2560, 4 มกราคม). ราชกิจจานุเบกษา. เล่ม 134 ตอนพิเศษ 2 ง. หน้า 24.

ผู้จัดการออนไลน์. 2564. รัฐบาลแจงปุ๋ยแพง เหตุจีนมีนโยบายส่งออกน้อย แนะเปลี่ยนปลูกพืชจากใช้ปุ๋ยเคมีเป็นปุ๋ยอินทรีย์. แหล่งที่มา https://mgronline.com/politics/detail/9640000090892. (30 พฤศจิกายน 2564)

สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร. 2565. นราพัฒน์ ติดตามสถานการณ์ปุ๋ยเคมี เร่งแก้ปัญหาปุ๋ยแพง เปิดแผนการบริหารจัดการปุ๋ย ปี 65-69. แหล่งที่มา https://www.oae.go.th/view/1/38107/TH-TH (21 เมษายน 2565)

American Public Health Association, American Water Works Association and World Economic Forum (APHA, AWWA and WEF). 2017. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Part 4000: Inorganic Nonmetallic Constituents. 23rd ed. Washington DC, USA.

AOAC. 2016. Official Methods of Analysis of AOAC International. 20th ed. AOAC International, Maryland, USA.

Eurachem. 2014. The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. 2nd ed. Available from http://www.eurachem.org. (30 Nov. 2021)

Eurachem. 2019. Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches. 2nd ed. Available from http://www.eurachem.org. (30 Nov. 2021)

Official Journal of the European Union. 2019. *Laying down rules on the making available on the market of EU fertilising products and amending Regulations (EC) No 1069/2009 and (EC) No 1107/2009 and repealing Regulation (EC) No 2003/2003*. Available from https://assets.gov.ie/127589/228a7796-1204-49e0-834d-1966755c79e9.pdf. (30 NOV. 2021)