ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

Method Validation on Analysis of Water Soluble Potash in Chemical Fertilizers

สรัญญา ช่วงพิมพ์ เยาวลักษณ์ แสงแก้ว พิรุณ ติระพัฒน์ อนนท์ สุขสวัสดิ์

บทคัดย่อ

การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ปุ๋ยของห้องปฏิบัติการเพื่อให้ได้มาซึ่งค่าวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แม่นยำ เป็นที่น่าเชื่อถือ สามารถอ้างอิงได้ตามมาตรฐานสากลนั้นมีความจำเป็น จึงได้ทำการทดลองโดยใช้วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยเคมี ซึ่งเป็นวิธีที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 8 ดัดแปลงจากวิธีการของ Official Methods of Analysis of Fertilizer (OMAF, 1987) โดยทำการศึกษาหา ความถูกต้อง (Accuracy), ความแม่นยำ (Precision), ช่วงความเป็นส้นตรง (Range and Linearity) และ ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (Limit of detection) วิเคราะห์ Certified Reference Material (CRM) 3 ระดับคือ ที่ระดับความเข้มข้นต่ำจากการเจือจางปุ๋ย CRM สูตร 0-0-60 ที่ความเข้มข้นระดับกลางจากปุ๋ย CRM สูตร 0-52-34 และที่ความเข้มข้นระดับสูงจากปุ๋ย CRM สูตร 0-0-60 จากการประเมินค่าความถูกต้องโดยหาค่า Recovery ในระดับ ต่ำ กลาง และสูง ได้เท่ากับ 100.17 เปอร์เซ็น, 100.64 เปอร์เซ็น และ 99.56 เปอร์เซ็น ตามลำดับ หาค่าแสดงความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM ในระดับ ต่ำ กลาง และสูง เท่ากับ 0.69, 1.97 และ -2.09 ตามลำดับ ประเมินความแม่นยำที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง โดยใช้สมการของ Horwitz's Ratio ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.29, 0.66 และ 0.46 ตามลำดับ ได้ช่วงความเชื่อมั่นที่ระดับกลางเท่ากับ 28.92$\pm$ 0.31 %K และที่ระดับสูงเท่ากับ 49.91 $\pm$ 0.34 % หาค่า Range and Linearity พบว่าช่วงที่เป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์หาโพแทสเซียมอยู่ในช่วง 0 - 40 mg/kg เลือกเอาช่วง 0 - 16 mg/kg ซึ่งมีค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.9998 เป็นช่วงการใช้งาน หาปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) เท่ากับ 0.11 % และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (LOQ) เท่ากับ 0.38% ซึ่งค่าที่ได้ทั้งหมดนั้นผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐานสากล

คำนำ

จากการที่หน่วยงานภาครัฐมีการแก้ไขปรับปรุง พระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ.2518 เป็น พระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับ ที่ 2) พ.ศ. 2550 ให้เหมาะสมกับสถานการณ์ปุ๋ยในปัจจุบัน เพื่อคุ้มครองและรักษาผลประโยชน์ของเกษตรกร และได้ประกาศในราชกิจจานุเบกษา เมื่อวันที่ 11 มกราคม 2551 โดยที่กรมวิชาการเกษตรเป็นหน่วยงานหลักในการกำกับดูแลและบังคับใช้กฎหมาย ซึ่งมีภาระกิจตรวจสอบร้านค้ารวมทั้งการวิเคราะห์ตรวจสอบคุณภาพปุ๋ยทั้งในส่วนกลางและส่วนภูมิภาค สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร 8 ซึ่งเป็นตัวแทนกรมวิชาการเกษตรในส่วนภูมิภาคจึงได้รับมอบภารกิจดังกล่าวให้บริการวิเคราะห์ตรวจสอบคุณภาพปุ๋ยภายใต้วิธีการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แม่นยำ น่าเชื่อถือ รองรับการบังคับใช้กฎหมายพรบ.ปุ๋ยเคมี โดยการใช้วิธีวิเคราะห์เดียวกับวิธีที่ห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตรใช้ คือคู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี (วรรณรัตน์ และชฎาพร, 2551) ซึ่งวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน เป็นวิธีการที่นักวิชาการรุ่นก่อนๆ ได้ปรับปรุง ดัดแปลง และพัฒนามาจากวิธีวิเคราะห์ของ AOAC, 2000 และ Official Methods of Analysis of Fertilizer (OMAF ,1987) ดังนั้นเพื่อให้มั่นใจในวิธีการวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการใช้อยู่ว่ายังเหมาะสมกับสภาพการวิเคราะห์ในปัจจุบัน จึงจำเป็นต้องตรวจพิสูจน์ความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ ตามคุณลักษณะต่างๆ คือความถูกต้อง (accuracy) ความเที่ยง(precision) พิสัย หรือช่วงการใช้งาน (working range) ความเป็นเส้นตรง (linearity) ขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ (limit of detection และ limit of quantitation) (กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ม, 2549) ให้เป็นไปตามมาตรฐานสากล และสามารถใช้วิธีการวิเคราะห์ดังกล่าวเพื่อขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการในโอกาสต่อไป

วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์และวิธีการ

อุปกรณ์

1. เครื่อง Flame Photometer (Sherwood Model 410)
2. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Mettler)
3. ตู้อบลมร้อน (Memmert)
4. เครื่องแก้ว
5. ตัวอย่างอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material : CRM) ของปุ๋ยสูตร 0 – 52 – 34 (SRM 200a) และ 0-0-60 (BCR No.113)
6. Sample Blank โดยใช้ปุ๋ยสูตร 18-46-0
7. สารมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์
8. HCl (AR grade) 37 %
9. CaCO3 (AR grade)

วิธีการ

1. การศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

1.1 วิเคราะห์ CRM+Sample Blank ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ในแต่ละระดับไม่ต่ำกว่า 10 ซ้ำ พร้อมทำ Reagent Blank ในช่วงเวลาต่างๆกัน

-ระดับต่ำ 0.8528%K จาก CRM- Potassium chloride

-ระดับกลาง 28.735 % K โดยใช้ Potassium dihydrogen phosphate

-ระดับสูง 50.13 % K โดยใช้ Potassium chloride

1.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีที่ดัดแปลงจากวิธี OMAF, 1987

1.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณผล

1.4 เปรียบเทียบค่าที่ได้กับค่าที่รับรองของ CRM

2. การศึกษาหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

2.1 วิเคราะห์ CRM+Sample Blank ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ในแต่ละระดับไม่ต่ำกว่า 10 ซ้ำ พร้อมทำ Reagent Blank ในช่วงเวลาต่างๆกัน

-ระดับต่ำ 0.8528%K จาก CRM- Potassium chloride

-ระดับกลาง 28.735 % K โดยใช้ Potassium dihydrogen phosphate

-ระดับสูง 50.13 % K โดยใช้ Potassium chloride

2.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีที่ดัดแปลงจากวิธี OMAF, 1987

2.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่า Precision ให้เป็นที่ยอมรับได้

3. การศึกษาหาค่า Range และ Linearity ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายในน้ำในปุ๋ยเคมี

3.1 ชั่ง Sample Blank เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม 16 ระดับความเข้มข้นคือ 0, 4, 8, 12, 16, 20, 24, 32, 40, 48, 56, 64, 72, 80, 88 และ 96 ppm

3.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย

3.3 นำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นของตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม กับค่าความเข้มของแสงที่อ่านจากเครื่อง Flame Photometer (Reading)

3.4 พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง

3.5 ชั่ง Sample Blank แล้วเติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม 11 ระดับ ในช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรงตามข้อ 3.4

3.6 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ย

3.7 วิเคราะห์ 3 ซ้ำ และหาค่าเฉลี่ย

3.8 บันทึกผล สร้างกราฟระหว่างค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียมกับค่าเฉลี่ยของ Reading

3.9 คำนวณหา Correlation coefficient (r)

4. หาปริมาณโพแทสเซียมต่ำที่สุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of Detection ;LOD) และปริมาณโพแทสเซียมต่ำที่สุดที่สามารถรายงานผลได้ (Limit of Quantitation ;LOQ) โดยการวิเคราะห์ sample blank 10 ซ้ำ นำมาหาค่า mean ค่า SD และคำนวณหา LOD และLOQ

5. สรุป และรายงานผลการทดลอง

ระยะเวลา

เริ่มต้น เดือน ตุลาคม 2553 - สิ้นสุด เดือนกันยายน 2554

สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 8

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

จากการตรวจพิสูจน์ความถูกต้องวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี โดยการหาค่า Accuracy, Precision, Range , Linearity , Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ) โดยใช้วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยเคมีที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยใช้อยู่ในปัจจุบัน (OMAF, 1978) วิเคราะห์ตัวอย่างอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material : CRM) ได้ผลการทดลองดังนี้

1. การศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

วิเคราะห์ CRM+Sample Blank ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ในแต่ละระดับ 10 ซ้ำ พร้อมทำ Reagent Blank ในช่วงเวลาต่างๆ กัน

1.1 ความเข้มข้นระดับต่ำ โดยการเจือจาง CRM Potassium chloride (ปุ๋ยสูตร 0-0-60) มีค่าจากการคำนวณ เท่ากับ 0.8528 % K

ผลจากการวิเคราะห์มีค่าระหว่าง 0.846-0.863 %K โดยมีค่าเฉลี่ย เท่ากับ 0.8543 %K (ตารางที่ 1) นำผลที่ได้มาหาค่า Recovery

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{ค่าเฉลี่ย}}{\text{ค่าจริง}} \times 100 = \frac{0.8543}{0.8528} \times 100 = 100.17\ \%$$

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

ประเมินความแตกต่างผลการวิเคราะห์ระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM (จากการคำนวณ) โดยใช้ t-test และประเมินค่า t ที่ความเชื่อมั่น 95 % ตามสูตร

$$t = \frac{(\text{ค่าเฉลี่ย- ค่าจริง})}{(\ SD\ /\ \sqrt{n}} = \frac{0.8528-0.8543}{0.0066\ /\sqrt{10}} = 0.69$$

เกณฑ์การยอมรับ $t < tc$

$df = 10 - 1 = 9$

tc ที่ df = 9 ที่ความเชื่อมั่น 95 % คือ 2.26 แสดงว่าค่าที่วิเคราะห์ได้ไม่แตกต่างจากค่าจริง ผลการวิเคราะห์ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

1.2 ความเข้มข้นระดับกลาง โดยใช้ Potassium dihydrogen phosphate (ปุ๋ยสูตร 0-52-34) ซึ่งมีค่า Certified Value ของ CRM เท่ากับ 28.735 ± 0.012 %K

ผลจากการวิเคราะห์มีค่าระหว่าง 28.374-29.314 %K โดยมีค่าเฉลี่ย เท่ากับ 28.920 %K (ตารางที่ 2) นำผลที่ได้มาหาค่า Recovery

$$\% \text{ Recovery} = \text{ค่าเฉลี่ย} \times 100 = 28.920 \times 100 = 100.64\ \%$$

$$\frac{\text{ค่าจริง}}{} \qquad \frac{}{28.735}$$

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

ประเมินความแตกต่างผลการวิเคราะห์ระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM จากใบ certificate (28.735 %K) โดยใช้ t-test และประเมินค่า t ที่ความเชื่อมั่น 95 % ตามสูตร

$$t = \frac{\text{(ค่าเฉลี่ย- ค่าจริง)}}{\text{(SD / } \sqrt{\text{ n}}} = \frac{28.920-28.735}{0.3053 /\sqrt{10}} = 1.97$$

เกณฑ์การยอมรับ t < tc

df = 10 - 1 = 9

tc ที่ df = 9 ที่ความเชื่อมั่น 95 % คือ 2.26 แสดงว่าค่าที่วิเคราะห์ได้ไม่แตกต่างจากค่าจริง ผลการวิเคราะห์ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

1.3 ความเข้มข้นระดับสูง โดยใช้ Potassium chloride (ปุ๋ยสูตร 0-0-60) ซึ่งมีค่า Certified Value ของ CRM เท่ากับ 50.13 %K

ผลจากการวิเคราะห์มีค่าระหว่าง 49.53-50.62 %K โดยมีค่าเฉลี่ย เท่ากับ 49.91 %K (ตารางที่ 3)

นำผลที่ได้มาหาค่า Recovery

$$\text{\% Recovery} = \frac{\text{ค่าเฉลี่ย}}{\text{ค่าจริง}} \times 100 = \frac{49.91}{50.13} \times 100 = 99.56\ \%$$

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

ประเมินความแตกต่างผลการวิเคราะห์ระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM จากใบ certificate (50.13 %K) โดยใช้ t-test และประเมินค่า t ที่ความเชื่อมั่น 95 % ตามสูตร

$$t = \frac{\text{(ค่าเฉลี่ย- ค่าจริง)}}{\text{(SD / } \sqrt{\text{ n}}} = \frac{49.91-50.13}{0.3368 /\sqrt{10}} = -2.09$$

เกณฑ์การยอมรับ t < tc

df = 10 - 1 = 9

tc ที่ df = 9 ที่ความเชื่อมั่น 95 % คือ 2.26 แสดงว่าค่าที่วิเคราะห์ได้ไม่แตกต่างจากค่าจริง ผลการวิเคราะห์ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. การหาค่า Precision โดยคำนวณหาค่า %RSD แล้วประเมินโดยใช้ Horwitz's Ratio (ตติย , 2548)

2.1 ที่ความเข้มข้นระดับต่ำ (sample blank + 0.8528 % K)

%RSD = (SD/X) x 100

= (0.0066/0.8543) x 100 = 0.7780

Predicted Horwitz RSD = $0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log C)}$

= $0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log 0.0085)}$ = 2.70

C = concentration ratio = 0.8543 / 100 = 0.0085

HORRAT (Horwitz's Ratio)

$$= \frac{\text{\% RSD}}{\text{Predicted Horwitz RSD}} = \frac{0.7780}{2.70} = 0.29$$

เกณฑ์การประเมิน Horrat ≤ 2 แสดงว่าผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2.2 ที่ความเข้มข้นระดับกลาง (sample blank + 28.735 % K)

%RSD = (SD/X) x 100

= (0.3053/28.92) x 100 = 1.0556

Predicted Horwitz RSD = $0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log C)}$

= $0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log 0.29)}$ = 1.59

C = concentration ratio = 28.92 / 100 = 0.29

HORRAT (Horwitz's Ratio)

$$= \frac{\%\ RSD}{\text{Predicted Horwitz RSD}} = \frac{1.0556}{1.59} = 0.66$$

เกณฑ์การประเมิน Horrat ≤ 2 แสดงว่าผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2.3 ที่ความเข้มข้นระดับสูง (sample blank + 50.13 % K)

%RSD = (SD/X) x 100

= (0.3368/49.91) x 100 = 0.6749

Predicted Horwitz RSD = $0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log C)}$

= $0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log 0.50)}$ = 1.46

C = concentration ratio = 50.13 / 100 = 0.50

HORRAT (Horwitz's Ratio)

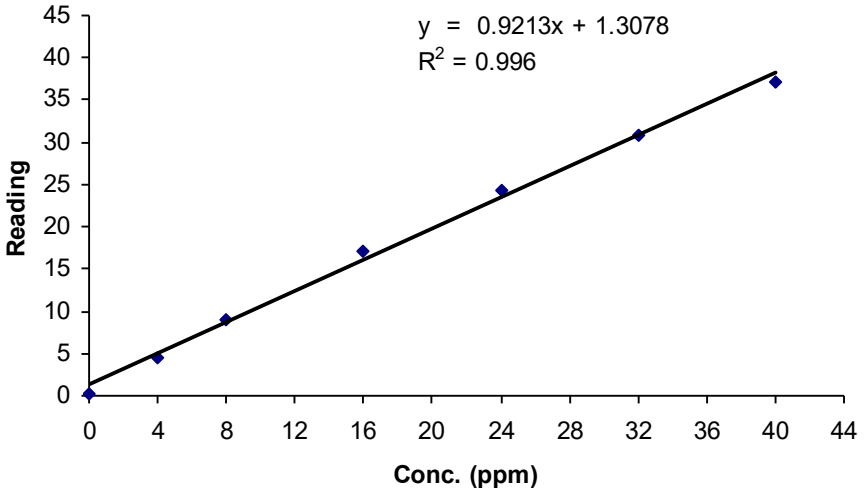
$$= \frac{\%\ RSD}{\text{Predicted Horwitz RSD}} = \frac{0.6749}{1.46} = 0.46$$

เกณฑ์การประเมิน Horrat ≤ 2 แสดงว่าผ่านเกณฑ์การยอมรับ

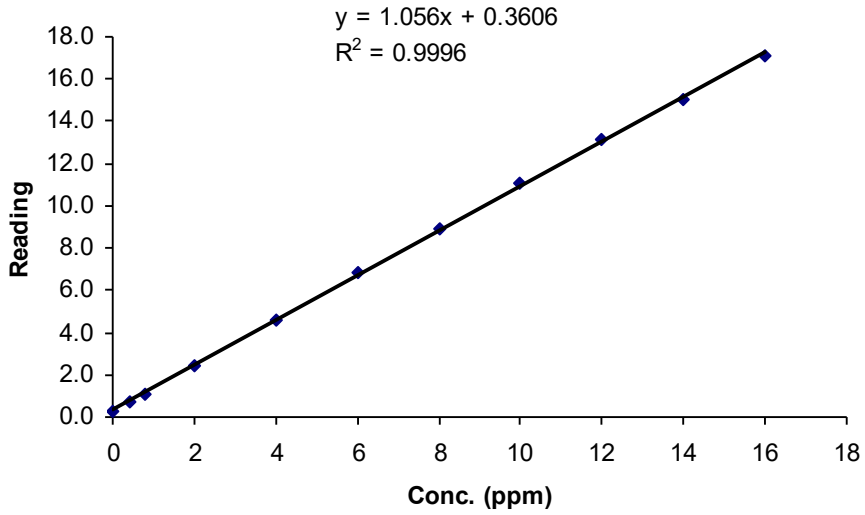
3. การหาค่า Range และ Linearity

3.1 ทดสอบ Fortified sample blank ความเข้มข้น 0-80 ppm สร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (แกน x) และค่าความเข้มข้นของแสงที่อ่านจากเครื่อง (แกน y) หาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรงพบว่าอยู่ในช่วง 0-40 ppm โพแทสเซียม ดังรูปที่ 1

3.2 เลือกเอาช่วง 0-16 ppm (ช่วงใช้งาน) มา Fortified sample blank ที่ 11 ระดับความเข้มข้น คือ 0, 0.4, 0.8, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 และ 16 ppm ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ สร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (แกน x) และค่าความเข้มข้นของแสงที่อ่านจากเครื่อง (แกน y) หาค่า Correlation coefficient (r) โดยค่า r ที่อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ จะต้องมากกว่า 0.995 จากการทดสอบพบว่า ค่า R^2 = 0.9996 และมีค่า r = 0.9998 แสดงว่าช่วงการใช้งานของวิธีวิเคราะห์โทแทชที่ละลายน้ำ ในช่วงความเข้มข้นดังกล่าวมีความเป็นเส้นตรงอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้(ตติย , 2548) ดังรูปที่ 2



รูปที่ 1 แสดงการหาช่วงความเป็นเส้นตรง (Range) ของการวิเคราะห์โพแทสเซียม



รูปที่ 2 แสดงผลการวิเคราะห์หาค่า Linearity ของการวิเคราะห์โพแทสเซียม

4. การหาปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำต่ำที่สุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of Detection ;LOD) และปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำต่ำที่สุดที่สามารถรายงานผลได้ (Limit of Quantitation ;LOQ)

โดยการวิเคราะห์ sample blank จำนวน 10 ครั้ง นำมาหาค่า mean และค่า SD และ (ตารางที่ 4) และ คำนวณหาหาค่า LOD/LOQ ดังนี้

mean = -0.0013

SD = 0.0390

LOD = mean+3SD = 0.11 % K_2O

LOQ = mean+10SD = 0.38 % K_2O

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากการทดลองการตรวจพิสูจน์ความถูกต้องวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี โดยการหาความถูกต้อง (accuracy) ความเที่ยงหรือความแม่นยำ (precision) พิสัยหรือช่วงการใช้งาน (working range) ความเป็นเส้นตรง(linearity) ปริมาณต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ (limit of detection และ limit of quantitation) ใช้วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี ที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.8 ดัดแปลงจากวิธีการของ Official Methods of Analysis of Fertilizer (OMAF, 1987) มาวิเคราะห์ CRM ที่ระดับต่ำ กลาง และสูง โดยใช้ CRM ของปุ๋ยสูตร 0 - 0 – 60 และ 0-52-34 พบว่า

ความถูกต้อง (Accuracy)

ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง โดยใช้ CRM สูตร 0-0-60 และ 0-52-34 ประเมินค่าความถูกต้องโดยหาค่า Recovery ได้เท่ากับ 100.17 เปอร์เซ็น 100.64 เปอร์เซ็น และ 99.56 เปอร์เซ็น ตามลำดับ หาค่าแสดงความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM ในระดับ ต่ำ กลาง และสูง เท่ากับ 0.69, 1.97 และ -2.09 ตามลำดับซึ่งค่าทั้งหมดที่วิเคราะห์ได้ไม่แตกต่างจากค่าจริงที่ความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็น

ความแม่นยำ (Precision)

ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลางและสูง โดยใช้ CRM สูตร 0-0-60 และ 0-52-34 ประเมินความแม่นยำที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง โดยใช้สมการของ Horwitz's Ratio ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 0.29, 0.66 และ 0.46 ตามลำดับ

ช่วงความเป็นเส้นตรง (Range and Linearity)

ช่วงที่เป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์หาโพแทสเซียมอยู่ในช่วง 0 - 40 mg/kg เลือกเอาช่วง 0 - 16 mg/kg ซึ่งมีค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.9998 เป็นช่วงการใช้งาน

ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (Limit of detection :LOD) เท่ากับ 0.11 %

ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (Limit of Quantitation ;LOQ) เท่ากับ 0.38%

จากค่าวิเคราะห์ทั้งหมดสามารถยืนยันได้ว่าวิธีวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.8 ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี นั้นได้ค่าวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง แม่นยำ เป็นที่น่าเชื่อถือ ผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐานสากล และมีสมรรถนะดีพอเหมาะสมต่อการใช้งาน

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. นำวิธีที่ได้รับการทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายในน้ำ มาเป็นวิธีวิเคราะห์มาตรฐานของกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.8

2. นำข้อมูลที่ได้มาใช้ประกอบในการประเมินระบบคุณภาพของผู้ประเมินระบบคุณภาพ เพื่อขอการรับรอง ISO/IEC 17025

เอกสารอ้างอิง

AOAC, 1993. Peer Verified Methods Program, Manual on Policies Procedures, Arlington, VA, Nov 1993.

Official Methods of Analysis of AOAC International. 2000. AOAC International Gaithersburg, MD, USA, Official Method 938.02. 17 th Ed. p. 21 - 24.

Official Methods of Analysis of Fertilizers. 1978. The National Institute of Agriculture Sciences. Ministry of Agriculture, Forestry, and Fisheries, Japan 130 p.

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์. 2549. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว. กระทรวงสาธารณสุข. 124 หน้า.

ตติย สีหร่าย. 2548. เอกสารประกอบการอบรม-สัมมนาวิชาการด้านอุตสาหกรรมอาหาร เรื่อง การตรวจพิสูจน์ความถูกต้องของวิธีทดสอบทางเคมี สถาบันอาหาร. กรุงเทพฯ 40 หน้า.

วรรณรัตน์ ชุติบุตร และชฎาพร คงนาม. 2551. คู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์.

ภาคผนวก

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์เพื่อหาค่าความถูกต้อง (Accuracy) และ ความแม่นยำ (Precision) ที่ความเข้มข้นระดับต่ำ โดยการเจือจาง CRM Potassium chloride มีค่าจากการคำนวณ เท่ากับ 0.8528 % K

ครั้งที่	น้ำหนัก Sample Blank	น้ำหนัก CRM	ppm	% K
1	0.5043	10.0212	10.18	0.8469
2	0.5060	10.0139	10.28	0.8471
3	0.5044	10.0068	10.15	0.8456
4	0.5022	10.0224	10.38	0.8632
5	0.5059	10.0155	10.34	0.8603
6	0.5034	10.0200	10.34	0.8599
7	0.5064	10.0094	10.22	0.8512
8	0.5018	10.0209	10.33	0.8586
9	0.5018	10.3163	10.53	0.8507
10	0.5087	10.0414	10.36	0.8595
ค่าเฉลี่ย				**0.8543**
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				**0.0066**
% RSD				**0.7780**

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์เพื่อหาค่าความถูกต้อง (Accuracy) และ ความแม่นยำ (Precision) ที่ความเข้มข้นระดับกลางโดยใช้ Potassium dihydrogen phosphate (ปุ๋ยสูตร 0-52-34) ซึ่งมีค่า Certified Value ของ CRM เท่ากับ 28.735 %K

ครั้งที่	น้ำหนัก Sample Blank	น้ำหนัก CRM	ppm	% K
1	0.5021	0.2033	7.09	29.06
2	0.5033	0.2073	7.06	28.37
3	0.5080	0.2017	7.03	29.04
4	0.5039	0.2043	7.14	29.31
5	0.5034	0.2132	7.48	29.25
6	0.5054	0.2051	7.16	29.08
7	0.5041	0.2040	7.08	28.92
8	0.5035	0.2052	7.08	28.74
9	0.5018	0.2379	8.29	28.94
10	0.5066	0.2515	8.60	28.49
ค่าเฉลี่ย				**28.92**
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				**0.3053**
% RSD				**1.0556**

ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์เพื่อหาค่าความถูกต้อง (Accuracy) และ ความแม่นยำ (Precision) ที่ความเข้มข้นระดับสูง โดยใช้ Potassium chloride (ปุ๋ยสูตร 0-0-60) ซึ่งมีค่า Certified Value ของ CRM เท่ากับ 50.13 % K

ครั้งที่	น้ำหนัก Sample Blank	น้ำหนัก CRM	ppm	% K
1	0.5025	0.2044	12.4	49.53
2	0.5052	0.2039	12.3	49.59
3	0.5023	0.2036	12.3	49.66
4	0.5023	0.2042	12.3	49.69
5	0.5041	0.2035	12.3	49.78
6	0.5073	0.2033	12.3	49.93
7	0.5008	0.2021	12.4	50.62
8	0.5065	0.2045	12.4	49.90
9	0.5094	0.2021	12.4	50.22
10	0.5092	0.2077	12.6	50.14
ค่าเฉลี่ย				**49.91**
SD				**0.3368**
% RSD				**0.6749**

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์การหาLOD และปริมาณ LOQ โดยการวิเคราะห์ sample blank 10 ครั้ง

ครั้งที่	น้ำหนัก Sample Blank	ppm	% K_2O
1	1.0035	-0.01	-0.0063
2	1.0048	-0.03	-0.0334
3	1.0072	-0.05	-0.0521
4	1.0032	-0.02	-0.0241
5	1.0072	-0.04	-0.0432
6	1.0055	0.00	-0.0025
7	1.0035	0.02	0.0162
8	1.0073	-0.06	-0.0620
9	1.0032	0.05	0.0517
10	1.0023	0.04	0.0431
ค่าเฉลี่ย			**-0.0113**
SD			**0.0390**
3SD			**0.1170**
10SD			**0.3900**
LOD=ค่าเฉลี่ย+3SD			**0.11**
LOQ=ค่าเฉลี่ย+10SD			**0.38**