

## รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

1. แผนงานวิจัย : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปัจจัยการผลิตทางการเกษตรตามมาตรฐานสากล
2. โครงการวิจัย : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ ปุ๋ย พืช ดิน และน้ำ  
กิจกรรม : พัฒนาเทคนิคระบบการตรวจวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ดินและน้ำ
3. ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย) : การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์อินทรีย์วัตถุ ในดินโดยเทคนิคการหาค่าสูญเสียน้ำหนักในการเผาไหม้  
ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) : Validation of Loss on Ignition In Soil Organic Matter Analysis

#### 4. คณะผู้ดำเนินงาน

หัวหน้าการทดลอง	นางสาวเจนจิรา เทเวศร์วรกุล	กองพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
ผู้ร่วมงาน	นางสาวสุภา โปธิจันทร์	กองพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
	นางสาวจิตติรัตน์ ชูชาติ	กองพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
	นางสาวพจมาลย์ แก้ววิมล	กองพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
	นางสาวญาณธิชา จิตต์สะอาด	กองพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

#### 5. บทคัดย่อ

เพื่อลดความผิดพลาดในการหาปริมาณอินทรีย์วัตถุ การใช้สารเคมีที่มีมูลค่าสูงขึ้นในทุกปี รวมทั้งการวิเคราะห์ปริมาณอินทรีย์วัตถุที่ใช้ระยะเวลาสั้น ทางห้องปฏิบัติการกลุ่มงานจึงเลือกเอาวิธีการหาปริมาณอินทรีย์วัตถุโดยการหาค่าการสูญเสียน้ำหนัก โดยอบตัวอย่างดินเพื่อศึกษาสภาวะการเตรียมตัวอย่างก่อนเผา ที่อุณหภูมิ 100 105 และ 110 องศาเซลเซียส ซึ่งจากการศึกษาพบว่าได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการอบตัวอย่างที่ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับเผา โดยเผาตัวอย่างดินที่อุณหภูมิ 360 400 และ 550 องศาเซลเซียส พบว่าอุณหภูมิการเผาที่เหมาะสมคือ 400 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นศึกษา Accuracy, Precision, Range, Linearity พบว่า ให้อัตราของ recovery และ RSD อยู่ในช่วงของเกณฑ์ยอมรับ (AOAC, 2016) ได้ช่วงความเป็นเส้นตรงของระดับอินทรีย์วัตถุ ต่ำ กลางและสูง โดยมีสหสัมพันธ์ = 0.999 สรุปได้ว่าวิธีดังกล่าวมีความเหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณอินทรีย์วัตถุในห้องปฏิบัติการได้เทียบเท่ากับวิธีของ Walkley and Black (1934)

คำสำคัญ: สภาวะการอบ, สภาวะการเผา

## Abstracts

Decreasing error in soil organic matter analysis, using chemical reagent that are going to be high cost and reducing analysis time we have to study in loss on ignition method to replace using chemical reagent. This study investigated in optimum temperatures (100, 105 and 110 °C) and time of drying the results was 105 °C, 24 hour suitable in preparing soil samples before ignite. Next, finding optimum temperatures (360, 400 and 550 °C) and time of Ignition we found that 400 °C, 12 hour was similar result walkley and black methos. Then, study on accuracy, precision, range and linearity of LOI method found that the result of % recovery and % RSD was AOAC criteria (AOAC, 2016) and correlation coefficient was 0.999. This method was suitable in Agricultural Chemistry Group.

Key word: optimum temperatures and time of drying, optimum temperatures and time of Ignition

## 6. คำนำ

อินทรีย์วัตถุมีบทบาทสำคัญทั้งในด้านกายภาพ เคมีและชีวภาพ โดยเป็นแหล่งธาตุอาหารของ จุลินทรีย์พืช ได้แก่ ไนโตรเจน คาร์บอน และซัลเฟอร์ ช่วยยึดอนุภาคดิน และปรับปรุงโครงสร้างดิน เพื่อลดการไหลบ่าของน้ำ ปริมาณ CEC สูงช่วยในการดูดซับธาตุอาหารและสะสมคาร์บอนไว้ในดิน (Craswall and Lefroy, 1999) การวิเคราะห์หาปริมาณอินทรีย์วัตถุส่วนใหญ่หาได้จาก การวิเคราะห์หาปริมาณโดยน้ำหนัก ไม่ว่าจะเป็นการออกซิไดส์ด้วย H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> การเผาด้วยเตาเผาความร้อนสูง รวมทั้งการเผาแห้งที่มี HF เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นอกจากนี้อินทรีย์วัตถุยังหาได้จากการคูณค่าคงที่ของพารามิเตอร์ที่สัมพันธ์กัน ซึ่งได้แก่ ไนโตรเจนและคาร์บอน ซึ่งปริมาณอินทรีย์คาร์บอนในปัจจุบันยังคงนิยมใช้วิธี wet oxidation กันอย่างแพร่หลาย (Schulte and Haskin, 2011) โดยการนำเอากรดโครมิกเข้าไปย่อยสลายสารอินทรีย์จะได้คาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ จากนั้นทำการไตเตรทหาปริมาณโครเมต (Cr<sup>3+</sup>) ที่เหลือเพื่อนำมาคำนวณกลับเป็นปริมาณอินทรีย์วัตถุต่อไป แต่การวิเคราะห์นี้พบว่าปริมาณไดโครเมต (Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>) ที่ได้จะให้ค่าวิเคราะห์ที่สูงเกินความจริง ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณ

เหล็กที่อยู่ในตัวอย่างดินแห้งจะมีการออกซิไดส์ออกมาอยู่ในรูปของ  $Fe^{3+}$  ทำให้ค่าวิเคราะห์ที่ได้สูงเกินความเป็นจริง ขณะเดียวกันแมงกานีส ( $Mn^{2+}$ ) จะแข่งขันกับเหล็กในการเกิดปฏิกิริยากับไดโครเมต ( $Cr_2O_7^{2-}$ ) ทำให้ค่าวิเคราะห์ที่ได้ต่ำกว่าความเป็นจริง นอกจากนี้ ยังพบว่า % recovery ของวิธีนี้มีความถูกต้องแม่นยำน้อยกว่าวิธีการเผาด้วยความร้อนสูงและการเผาแห้งโดยใช้ตัวเร่งทำให้ต้องมีการคูณด้วยค่า Correlation Factor (CF) เข้าไปในสูตรคำนวณเพื่อให้ได้ปริมาณคาร์บอนอินทรีย์ที่มีความถูกต้องมากขึ้น (ปวรินทร์, 2550) พบว่าอยู่ในช่วง 1.03-1.41 เฉลี่ยอยู่ที่ 1.3 (Nelson and Sommer, 1996)

สำหรับวิธีการเผาด้วยเตาเผาความร้อนสูง (Muffle furnace) เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณอินทรีย์วัตถุโดยตรง จากการเผาปริมาณอินทรีย์วัตถุเป็นลำดับขั้น ในขั้นแรกเป็นการอบเอาน้ำออกที่อุณหภูมิ 105-110 องศาเซลเซียส (เป็นอุณหภูมิเริ่มต้นก่อนการเผาตัวอย่าง) จากนั้นทำการเผาไหม้ตัวอย่างด้วยอุณหภูมิตั้งแต่ 350-440 องศาเซลเซียสข้ามคืน (Schumacher, 2002) ที่อุณหภูมิ 360 องศาเซลเซียส อินทรีย์คาร์บอนสามารถเผาไหม้ได้หมด ขณะที่มีการสูญเสียในส่วนของสารประกอบอินทรีย์คาร์บอน น้ำที่อยู่ในโครงสร้างของอนุภาคดินเหนียวน้อยที่สุด ทั้งยังมีสัมพันธ์กับปริมาณอินทรีย์คาร์บอนที่วิเคราะห์โดย Walkley-Black (Salehi *et al.*, 2011) การเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ที่เวลา 8-16 ชั่วโมงพบว่าให้ผลการสูญเสียน้ำหนักอินทรีย์วัตถุสูงสุดไม่แตกต่างกัน บางห้องปฏิบัติการใช้ 550 องศาเซลเซียส (AOAC, 2009) ขนาดของตัวอย่าง ระยะเวลาการเผาและตำแหน่งการวางในเตามีผลต่อค่าวิเคราะห์ที่อุณหภูมิดังกล่าว (Heiri *et al.*, 2001) ความละเอียดของตัวอย่างและปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตในตัวอย่าง ทำให้ค่าน้ำหนักที่หายไปสูงเกินความจริง ทั้งนี้เพื่อความถูกต้องของวิธี LOI ต้องมีการเทียบค่ากับการวิเคราะห์อินทรีย์คาร์บอนทั้งหมด (Veres, 2002) รวมถึงในกรณีตัวอย่างดินมีอนุภาคดินเหนียวในปริมาณสูง เช่น ในดินล่าง จะมีปริมาณอินทรีย์วัตถุที่ถูกออกซิไดส์สูงเป็นร้อยละ 1.5 ของน้ำหนักดินทั้งหมด (Ranny, 1969)

ดังนั้นการเลือกใช้วิธีดังกล่าวต้องมีการศึกษาสภาวะพร้อมทั้งจัดทำคุณลักษณะที่ใช้ตรวจสอบวิธีวิเคราะห์ เพื่อยืนยันว่าวิธีการที่ใช้สามารถบรรลุวัตถุประสงค์ได้ เป็นการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method Validation) และเกิดความมั่นใจว่าวิธีการเหมาะสมกับงานที่ทำ (สำนักพัฒนาศักยภาพนักวิทยาศาสตร์ปฏิบัติการ, 2550) โดยการหาค่าของตัวชี้วัดความถูกต้อง ได้แก่ Range, Linear, Accuracy, Precision, LOD, LOQ และการใช้สถิติทดสอบที่เหมาะสมในการประเมินผลการวิเคราะห์ (สถาบันอาหาร, 2543) ดังนั้นทางห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ดินและน้ำ กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตรควรมีการศึกษาตัวชี้วัดดังกล่าวเพื่อให้ได้ข้อมูลเป็นหลักฐานว่าวิธีที่นำมาใช้นั้นมีความถูกต้องเหมาะสม และครอบคลุมความต้องการในการประยุกต์ใช้

เป็นการพัฒนาการรายงานผลวิเคราะห์ให้เกิดประโยชน์มากขึ้น ทั้งยังเป็นการพัฒนามาตรฐานห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยให้เข้าสู่ระดับสากลตามข้อกำหนดด้านวิชาการ

## 7. วิธีดำเนินการ :

### อุปกรณ์

- เตาเผาความร้อนสูง (Muffel Furnace)
- เตาอบ
- Crucible สำหรับใส่ตัวอย่างดิน
- ตัวอย่างดินที่มีปริมาณอินทรีย์วัตถุต่ำ กลาง และสูง

### วิธีการ

- แผนการทดลองเป็นแบบ CRD 3 ซ้ำ มีขั้นตอนการศึกษา ดังนี้
1. ศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างก่อนเผาโดยการอบที่อุณหภูมิ 100, 105 และ 110 องศาเซลเซียส
  2. ศึกษาอุณหภูมิและระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการเผาที่อุณหภูมิ 360, 400 และ 550 องศาเซลเซียส
  3. ศึกษาความสัมพันธ์ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณอินทรีย์วัตถุระหว่างวิธี Walkley-Black และวิธี Loss-on-Ignition
  4. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์อินทรีย์วัตถุ โดยวิธี Loss on Ignition
    - 4.1 เตรียมเครื่องมือ อุปกรณ์ สารเคมี วิธี พร้อมทั้งจัดเตรียม CRM สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณอินทรีย์วัตถุ
    - 4.2 หา Accuracy โดยการประเมิน % recovery ของการวิเคราะห์ในโตรเจนทั้งหมดที่ได้จากวิธีที่ทำการศึกษากับจริงของ CRM โดยการทดสอบ CRM อย่างละ 10 ซ้ำ พร้อมทั้งหาผลต่างระหว่างค่าเฉลี่ยของผลการทดสอบ
    - 4.3 หา Precision โดยทดสอบความใกล้เคียงกันระหว่างข้อมูลที่วิเคราะห์ซ้ำ โดยการทดสอบ CRM ที่ระดับกลางและสูง อย่างละ 10 ซ้ำ พร้อมทั้งประเมินโดยใช้ HORRAT
    - 4.4 หา range/ linearity ของการวิเคราะห์อินทรีย์วัตถุด้วยวิธีการเผา จาก % recovery ของ sample blank (RM) และ CRM ที่ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลางและสูง ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ ต่อ CRM 1 ตัวอย่าง

#### 4.5 หา LOD และ LOQ จากการวิเคราะห์ SB 60 ซ้ำ

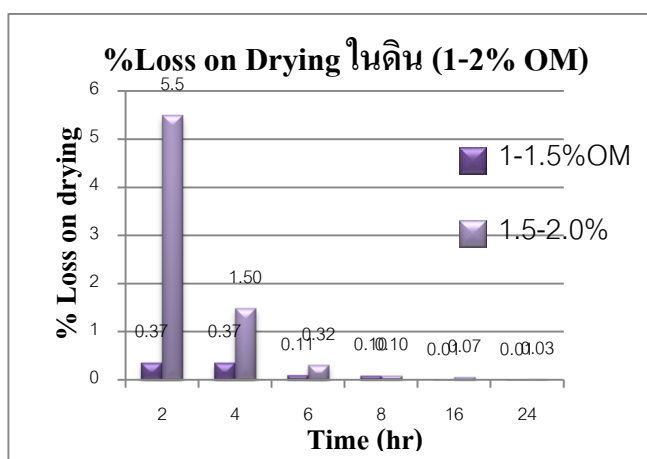
เวลาและสถานที่

- เริ่มต้น ตุลาคม 2558 สิ้นสุด กันยายน 2559 ณ กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร แขวงลาดยาว เขตจตุจักร กทม.

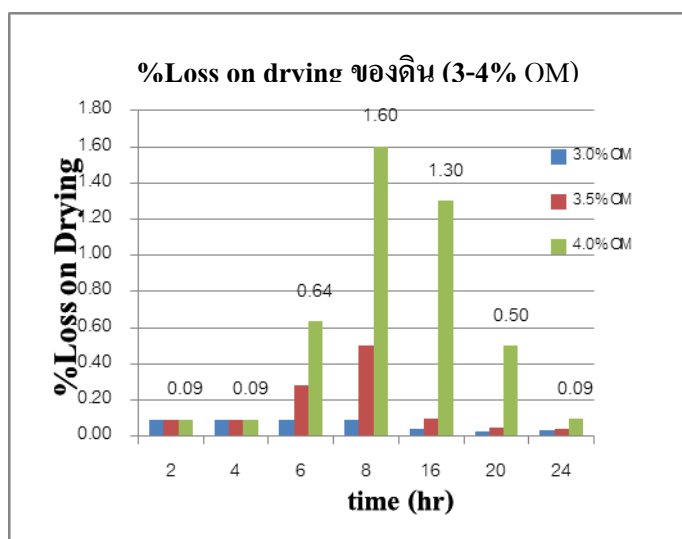
### 8. ผลการทดลองและวิจารณ์

8.1 ศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างก่อนเผา โดยการอบที่อุณหภูมิ 100, 105 และ 110 องศาเซลเซียส

จากการศึกษาอุณหภูมิและระยะเวลาที่เหมาะสมในการเตรียมตัวอย่างก่อนทำการเผาให้ร้อยละของปริมาณน้ำที่สูญเสีย (Loss on Drying: LOD) ที่อุณหภูมิ 100 105 และ 110 องศาเซลเซียส ให้แนวโน้มของร้อยละของ LOD ที่ไม่แตกต่างกัน เพื่อสะดวกกับการใช้งานในห้องปฏิบัติการจึงได้เลือกรายงานที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส ดังกราฟ



ภาพที่ 1 ร้อยละ Loss on Drying (LOD) ในดินทรายจนถึงดินร่วนทรายที่มีระดับอินทรีย์วัตถุ 1-2%

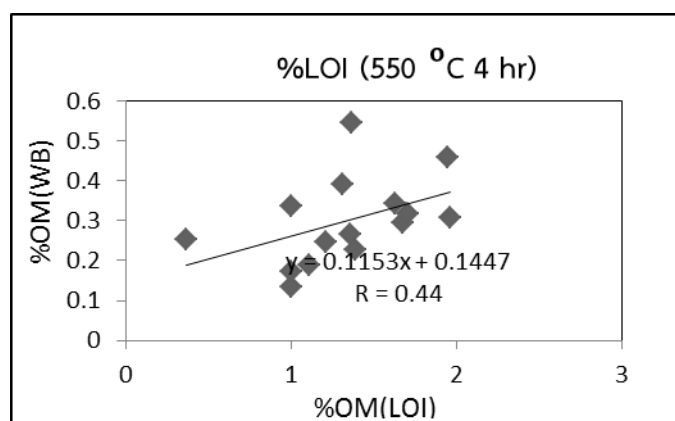


ภาพที่ 2 ร้อยละ Loss on Drying (LOD) ในดินร่วนเหนียวจนถึงดินเหนียวที่มีระดับอินทรีย์วัตถุ 3-4%

เมื่อพิจารณาจากกราฟแท่งแสดงร้อยละของ LOD ในดิน ที่มีระดับอินทรีย์วัตถุร้อยละ 1-2 พบมากที่สุดภายใน 2-6 ชั่วโมงแรก ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณอินทรีย์วัตถุในดินและลักษณะของดิน กรณีดินทรายพบว่า ร้อยละของ LOD ต่ำกว่าดินเหนียวอย่างเห็นได้ชัดที่ระยะเวลาดังกล่าว และจะคงที่ในระยะเวลา 16 ชั่วโมง สำหรับดินเหนียว Loss on drying จะคงที่ที่เวลา 24 ชั่วโมงเป็นต้นไป ขณะเดียวกันในดินที่มี 3-4 พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงระดับ LOD ในช่วง 6-8 ชั่วโมง จากนั้นจึงค่อยลดลงจนกระทั่งที่เวลา 24 ชั่วโมง ทั้งนี้เพื่อความสะดวกในห้องปฏิบัติการ จึงได้เลือกที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เป็นสภาวะการเตรียมตัวอย่างก่อนเผา

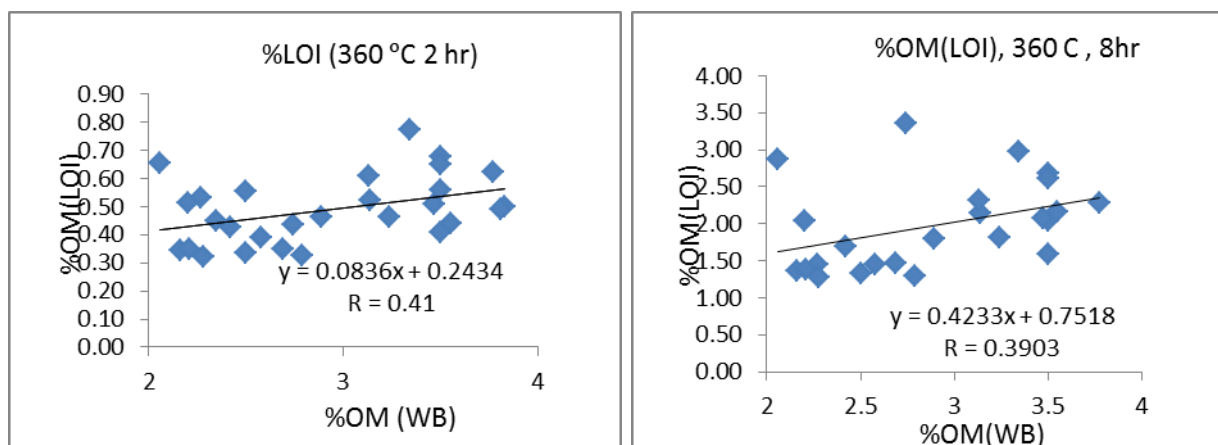
การทดลองที่ 2 ศึกษาอุณหภูมิและระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการเผาที่อุณหภูมิ 360, 400 และ 550 องศาเซลเซียส

จากการศึกษาอุณหภูมิการเผาตัวอย่าง โดยเริ่มจากการใช้อุณหภูมิสูงสุดก่อนคือ 550 องศาเซลเซียส โดยเลือกทำการเผาตัวอย่างที่มีอินทรีย์วัตถุร้อยละ 1-2 ซึ่งมีชนิดดินตั้งแต่ร่วนปนทรายไปจนถึงดินเหนียว พบว่าค่าของอินทรีย์วัตถุที่ได้จากวิธีเผาสูงเกินความเป็นจริงในทุกเนื้อดิน ซึ่งเมื่อนำมาหาความสัมพันธ์ระหว่างวิธีวิเคราะห์ทั้งสองวิธีพบว่าให้สหสัมพันธ์น้อยมาก (0.44) จึงสรุปได้ว่าอุณหภูมิดังกล่าวสูงเกินไป ทำให้การเผามีการเผาเอาส่วนอื่นนอกจากอินทรีย์วัตถุออกไปด้วย ทำให้ค่าที่ได้สูงกว่าความเป็นจริง (Overestimate)



ภาพที่ 3 ความสัมพันธ์ระหว่าง %OM (WB) และ %OM (LOI)

จากนั้นเลือกทำการเผาที่อุณหภูมิต่ำ คือ 360 และ 400 องศาเซลเซียส ซึ่งที่อุณหภูมินี้จะทำให้ปริมาณอินทรีย์คาร์บอนสามารถละลายออกมาได้หมด (Salehi *et al.*, 2011) โดยเลือกใช้ตัวอย่างที่มีปริมาณอินทรีย์วัตถุที่วิเคราะห์ด้วยวิธี Walkley and Black ร้อยละ 2-4 ทั้งนี้เพื่อทดสอบความเหมาะสมของอุณหภูมิโดยเริ่มจากการเผาที่ 360 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า ค่าวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีทั้งสองจนกระทั่งระยะเวลาผ่านไป 8 ชั่วโมงพบว่า ทั้งสองวิธีให้สหสัมพันธ์ ดังภาพ

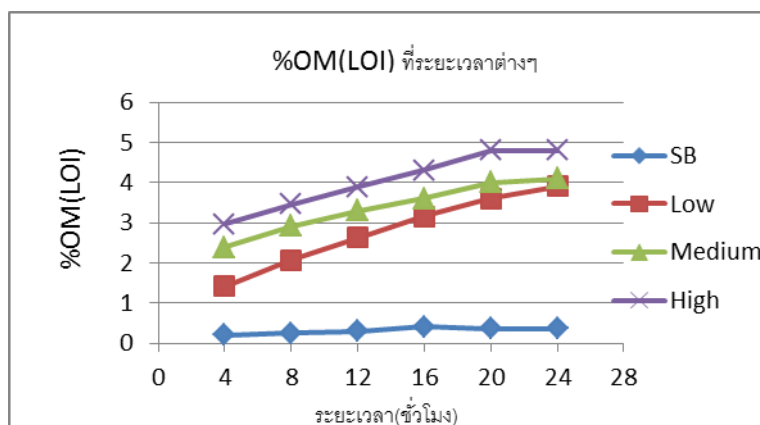


ภาพที่ 4 ความสัมพันธ์ระหว่าง %OM (WB) และ %OM (LOI) ที่อุณหภูมิ 360 °C เป็นเวลา 2 และ 8 ชั่วโมง

จากการศึกษาพบว่าร้อยละของอินทรีย์วัตถุ ที่ได้จากวิธี Walkley and Black และ วิธีการเผาไม่มีความสัมพันธ์กัน โดยค่าที่ได้จากการเผาจะต่ำกว่าวิธี ของ Walkley and Black ทุกระดับ จึงกล่าวได้ว่าที่อุณหภูมิและระยะเวลาดังกล่าวยังไม่สามารถละลายเอาส่วนของอินทรีย์คาร์บอนจากอนุภาคดินออกมาได้ ซึ่งเมื่อทำการเพิ่มระยะเวลาเป็น 8 ชั่วโมง ทั้งสองวิธีจะให้ค่าที่ใกล้เคียงกัน แต่วิธีการเผายังคงให้ปริมาณอินทรีย์วัตถุที่ต่ำกว่า

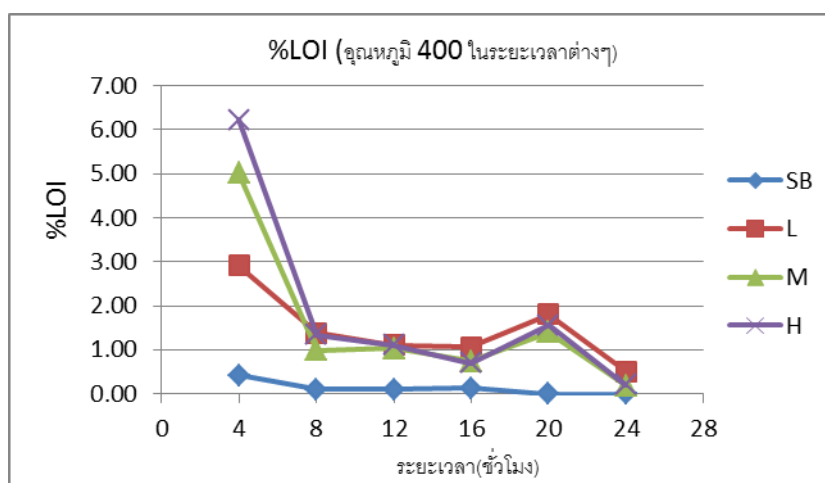
จะเห็นว่าอุณหภูมิการเผาดังกล่าวเหมาะสำหรับการเผาดินทรายเพียงเท่านั้น ไม่เพียงพอสำหรับการเผาคาร์บอนในดินที่มีลักษณะร่วนไปจนถึงเหนียว สำหรับเนื้อดินที่เป็นดินร่วนและเหนียวนั้น ยังคงให้ร้อยละของ OM ที่ต่ำกว่าความเป็นจริง เนื่องจากการละลายของคาร์บอนยังไม่สมบูรณ์ที่อุณหภูมิ ขณะเดียวกันเมื่อเพิ่มระยะเวลา พบว่า ร้อยละของอินทรีย์วัตถุในดินร่วนทรายจะสูงขึ้น จึงทำการศึกษาที่อุณหภูมิ 400 องศา เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้การละลายของคาร์บอนที่อุณหภูมิดังกล่าวเกิดได้สมบูรณ์ จากผลการศึกษาไม่พบสหสัมพันธ์ระหว่างร้อยละของอินทรีย์วัตถุทั้งสองวิธี แต่ค่าที่ได้ใกล้เคียงกัน เมื่อทำ T-test ทดสอบค่าวิเคราะห์ของตัวอย่างดินจำนวน 45 ตัวอย่างมีลักษณะเนื้อดินเป็นดินร่วนจนถึงเหนียวด้วยวิธี Walkley and Black และ Loss on Igniton แต่ละวิธีไม่แตกต่างกัน ( $P=0.13$ ) จึงกล่าวได้ว่าอุณหภูมิดังกล่าวมีความเหมาะสมสำหรับการเผาคาร์บอนในดิน แต่ระยะเวลาการเผาที่นานเกินไปจะมีผลต่อดินที่มีระดับ OM ต่ำ โดยจะให้ค่าสูงเกินความเป็นจริง ทั้งนี้เนื่องจากระยะเวลาการเผาดังกล่าวนานเกินไป มีผลทำให้เกิด dehydration ของแร่ 2:1 ในอนุภาคดินออกมา ทำให้ค่าที่ได้สูงเกินความเป็นจริง

จากการใช้ตัวอย่างรวมที่มีลักษณะหลากหลาย ไม่สามารถอธิบายถึงแนวโน้มของหลักการเผาได้ชัดเจน จึงเลือกทำการเผา CRM ที่มีลักษณะเป็นตัวแทนของดินเหนียวมีเนื้อละเอียดมาก รวมทั้ง Sample Blank ที่เป็นดินทราย มาทำการเผาที่ระยะเวลา 4, 8, 12, 16, 18, 20 และ 24 ชั่วโมง พบว่าร้อยละของอินทรีย์วัตถุที่ได้จากการเผาจะมีค่าสูงขึ้นเมื่อระยะเวลาการเผาเพิ่มขึ้น ดังภาพ



ภาพที่ 5 ร้อยละของอินทรีย์วัตถุที่ได้จากการเผา (LOI) ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาต่างๆ

จากภาพจะเห็นได้ว่า ใน Sample Blank ซึ่งเป็นดินทรายจะให้ร้อยละของอินทรีย์วัตถุคงที่ ขณะที่ CRM ที่ระดับต่ำ กลางและสูง มีแนวโน้มที่จะให้ค่าที่สูงขึ้นตั้งแต่ที่ระยะเวลามากกว่า 12 ชั่วโมงเป็นต้นไป เมื่อพิจารณาจากร้อยละของ LOI



ภาพที่ 6 %OM (LOI) ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาต่างๆ

จะเห็นได้ว่า ที่ระยะเวลา 4-8 ชั่วโมง ปริมาณอินทรีย์คาร์บอนที่หายไปเมื่อถูกเผา ขึ้นกับลักษณะของเนื้อดิน โดยที่ระยะเวลาการเผา 12 ชั่วโมง จะให้ร้อยละของอินทรีย์วัตถุจากการเผา CRM ที่ระดับกลางและสูงอยู่ในช่วงการยอมรับ และเมื่อเวลาผ่านไปพบว่าร้อยละของน้ำหนักที่หายไปสูงขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเกิด dehydroxylation ของแร่ที่อยู่ในอนุภาคดินดังกล่าว ทำให้ปริมาณน้ำหนักที่หายไปมีมากขึ้น ปริมาณอินทรีย์วัตถุที่วิเคราะห์ได้จะมีค่าสูงกว่าความเป็นจริง

#### 4. ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์อินทรีย์วัตถุ โดยวิธี Loss on Ignition

เลือก Sample Blank (%OM=0.30) และ CRM ที่ระดับกลาง (GBW 07458, %OM =3.3-3.4) และสูง (NSC DC 85106, %OM = 3.72-3.98) สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณอินทรีย์วัตถุ



1.หา accuracy โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง CRM ที่ระดับกลางและสูง ทำการวิเคราะห์ 10 ซ้ำ ให้ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 %OM(LOI) ที่การเผาอุณหภูมิ 400 C เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง

No. Rep	%OM(LOI) ที่ระยะเวลา 12 ชั่วโมง		
	SB	Med	High
1	0.36	3.42	3.92
2	0.38	3.44	3.92
3	0.36	3.44	3.54
4	0.38	3.44	3.45
5	0.34	3.50	4.36
6	0.38	3.45	4.31
7	0.34	3.55	4.29
8	0.37	3.58	4.31
9	0.37	3.61	4.32
10	0.35	3.46	4.40
<b>Avg</b>	0.36	3.49	3.96
<b>SD</b>	0.01	0.07	0.03
<b>%CV</b>	4.10	1.92	1.95

นำผลที่ได้มาหา % Recovery = ค่าเฉลี่ย/ค่าจริง x 100

$$t = \frac{\text{ค่าเฉลี่ย} - \text{ค่าจริง}}{(SD/\sqrt{n})}$$

ประเมินช่วงความเชื่อมั่นตาม = ค่าเฉลี่ย + (2.26 x SD/√n)

พบว่าได้ % recovery

ที่ระดับกลาง % recovery = 3.3/3.3\*100 = 99.06 %

$$t = \frac{(3.3 - 3.3)}{(0.36/\sqrt{10})} = -0.27$$

$$\text{ช่วงความเชื่อมั่น} = 3.3 + (2.26 \times (0.40)/\sqrt{10}) = 3.3 \pm 0.26$$

ที่ระดับสูง % recovery = 3.89/3.85\*100 = 100.96 %

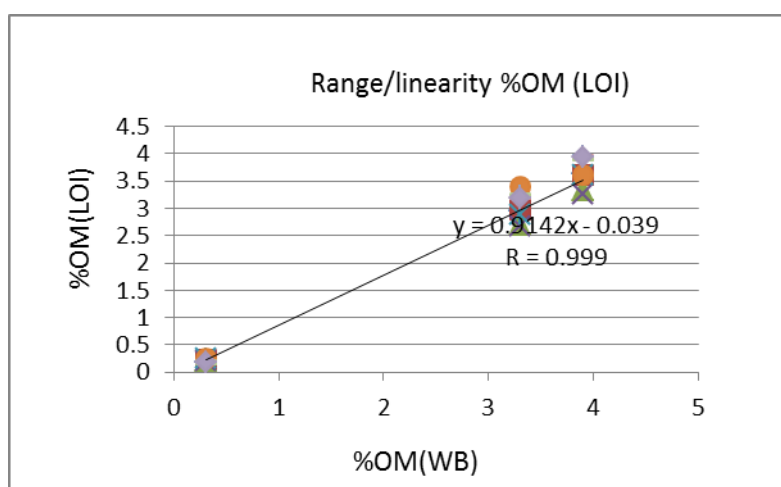
$$t = \frac{(3.89 - 3.85)}{(0.34/\sqrt{10})} = 0.35$$

$$\text{ช่วงความเชื่อมั่น} = 3.3 + (2.26 \times (0.34)/\sqrt{10}) = 3.3 \pm 0.24$$

ซึ่งเกณฑ์ยอมรับคือ  $t < t_c$  ( $df=10-1=9$ ) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % = 2.26 แสดงว่าผลวิเคราะห์ผ่านเกณฑ์ยอมรับ

2. หา precision ที่ความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง โดยคำนวณหาค่า %RSD แล้วประเมินโดยใช้ Horwitz's Ratio โดยพิจารณา %RSD ตามที่ AOAC ระบุไว้ ที่ระดับความเข้มข้น 0.1 % %RSD = 3.7 ซึ่งพบว่า ในการวิเคราะห์ปริมาณอินทรีย์วัตถุใน CRM ที่ระดับกลางและสูงนั้นผ่านเกณฑ์ยอมรับ

3. หา range/ linearity ของการวิเคราะห์อินทรีย์วัตถุ โดยวิธีการเผา ที่ระดับความเข้มข้น ต่ำ (Sample Blank) กลาง และ สูง เมื่อพิสูจน์ Range/Linearity ช่วงความเป็นเส้นตรงให้สหสัมพันธ์ (Correlation Coefficient) เท่ากับ 0.999 ได้ LOD = 3SD = 0.15 และ LOQ = 0.52



ภาพที่ 7 ช่วงความเป็นเส้นตรงของอินทรีย์วัตถุที่ได้จากวิธีการเผาเทียบกับวิธีของ Walkley and Black

## 12. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

12.1 ได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับเตรียมตัวอย่างก่อนเผา คือ อบตัวอย่างที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

12.2 ได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับเผาตัวอย่าง คือ เผาตัวอย่างที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

12.3 ได้วิธีที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณอินทรีย์วัตถุในดินสำหรับห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยพัฒนาระบบคุณภาพดินและน้ำ กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี

## 13. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

นำไปใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ดินและน้ำ กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี เพื่ออำนวยความสะดวกให้เกษตรกร นิสิต นักศึกษา รวมทั้งหน่วยงานต่างๆ ให้บริการที่วิเคราะห์รวดเร็ว ลดปริมาณการใช้สารเคมีปลอดภัยทั้งผู้ปฏิบัติรวมถึงสิ่งแวดล้อม

#### 14. คำขอบคุณ (ถ้ามี)

ขอขอบคุณหัวหน้ากลุ่มงานวิเคราะห์ดินและน้ำ หัวหน้ากลุ่มงานวิเคราะห์ปุ๋ย และ หัวหน้ากลุ่มงานวิเคราะห์พืชที่เอื้อเฟื้ออุปกรณ์รวมทั้งเครื่องมือวิเคราะห์รวมถึงเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ดินทำให้งานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ขอขอบคุณมา ณ ที่นี้ด้วย

#### เอกสารอ้างอิง

- ปวรินทร์ สุวรรณอินทร์, 2550. การศึกษาเปรียบเทียบปริมาณคาร์บอนอินทรีย์ของดินที่ต่างชนิดกันและการกำหนดค่า correlation factor ของวิธี Walkley-Black โดยใช้เทคนิคการเผาให้แห้ง. วิทยานิพนธ์หลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. สาขาวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม ภาควิชาวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม. มหาวิทยาลัยศิลปากร.
- สถาบันอาหาร, 2543. การทำ Validation วิธีทดสอบทางเคมี. เอกสารประกอบการอบรมสัมมนาวิชาการด้านอุตสาหกรรมอาหาร. ณ โรงแรมมารวย กรุงเทพฯ.
- สำนักพัฒนาศักยภาพนักวิทยาศาสตร์ปฏิบัติการ. 2550. เอกสารประกอบการฝึกอบรม หลักสูตร “นักวิเคราะห์มืออาชีพสาขาเคมี (Professional Chemical Analyst) รุ่นที่ 4 ระหว่างวันที่ 22 กันยายน 2549 ถึง 24 กุมภาพันธ์ 2550 ณ อาคารสถานศึกษาเคมีปฏิบัติชั้น 3 ห้อง 312. สำนักพัฒนาศักยภาพนักวิทยาศาสตร์ปฏิบัติการ. กรมวิทยาศาสตร์บริการ. กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี.
- AOAC international. 2009. Official Methods of Analysis of AOAC International 18th edition. Method 2.7.08. Chapter2.p37.
- Ben-Dor, E., and A. Banin. 1989. Determination of organic matter content in arid-zone soils using a simple “loss-on-ignition” method. Commun. Soil. Sci. Soc. Am. J. 43:78-83.
- Craswell, E.T. and R.D.B. Lefroy. 1999. The role and function of organic matter in tropical soils. Nutrient Cycling in Agroecosystem. 61:7-18.
- Ecological Risk Assessment Support Center office of Research and Development. United States Environmental Protection Agency.

- Heiri, O., A.F. Lotter and G. Lemcke. 2001. Loss on ignition as a method for estimating organic and carbonate content in sediments: reproducibility and comparability of results. *Journal of Paleolimnology*. 25: 101-110.
- Nelson, D.W. and L.E. Sommers. 1996. Chapter 34 total carbon, organic carbon and organic matter, pp. 961-1010. In Sparks, D.L., J.M. Bartels and J.M. Bigham, eds. *Methods of Soil Analysis, Part 3. Chemical Methods*. Soil Science Society of America and American Society of Agronomy. Madison. Wisconsin.
- Ranny, R.W. 1969. An organic carbon – organic matter conversion equation for Pennsylvania surface soils. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 33:809-811.
- Robertson, S. 2011. Direct Estimation of Organic matter by loss on ignition:Method. Property of SFU Soil Science lab.
- Salehi, M.H., O. H. Beni, H. B. Harchigani, I.E. Borujeni and H.R. Motaghian. 2011. Refining soil organic matter determination by Loss-on-ignition. *Pedosphere*. 21(4): 473-482.
- Schulte, E.E. and B. Hoskins. 2011. Chapter 8: Recommended Soil Organic Matter Tests. In *Soil Testing Procedures for the Northeastern United states*. Northern Regional Publication. Cooperative Extension. College of Agriculture and natural resources. University of Delaware.
- Schumacher, B.A. 2002. Methods for the determination of total organic carbon (TOC) in soil and sediments. Environmental Sciences Division National Exposure Research Laboratory.
- Veres, D.S., 2002. A comparative study between loss on ignition and total carbon analysis on minerogenic sediments. *Geoglaciacia*, XLLVII, 1. 171-182.

