วิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมีด้วยเทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้

Analysis of Organic Matter in Chemical Organic Fertilizers by Near Infrared Spectroscopy

ชฎาพร คงนาม *ศุภัคชญา ทาหาร*

Chadaporn Khongnam *Supakchaya Thahan*

กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

ABSTRACT

The objective of this study was to determine organic matter in chemical organic fertilizers by Near Infrared Spectroscopy (NIRS), is non-destructive technique to rapidly and accurately predictions. The chemical organic fertilizers are determined the organic matter content by Walkley and Black Method. The results of organic matter the range was 7.3 – 62.4%. All samples were scanned by NIRS in the region 800 – 2500 nm or 4000 – 12500 $cm.^{-1}$ All spectra were pretreated by Standard normal variate (SNV). NIRS-PLS technique showed the calibration for predicting organic matter in chemical organic fertilizers, the correlation coefficient (R) was 0.90. The standard error of calibration (SEC) was 4.89%; and standard error of prediction (SEP) was 4.94%. Validation of the method, inspection of accurate by paired t-test showed that t_{ext} lower than t_{crit} at confidence level of 95% (accepted $t_{ext} < t_{crit}$) and recovery at concentration more than 15.0% was 80 – 120%. Inspection of precision by RSD, the %RSD lower than 1.9. (AOAC accepted %RSD ≤ 1.9) Therefore, calibration model can be used to predict of organic matter contents in chemical organic fertilizers at concentration more than 15.0% with accuracy in the range of 81 – 117%.

Keywords : Near Infrared Spectroscopy Organic matter Chemical organic fertilizers

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี โดยโดยเทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared Spectroscopy, NIRS) ซึ่งเป็นวิธีการวัดแบบไม่ทำลายตัวอย่าง สามารถทำนายค่าทางเคมีได้อย่างรวดเร็ว แม่นยำ ลดการใช้สารเคมี และมลภาวะที่เกิดจากห้องปฏิบัติการ โดยเตรียมตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมีให้ครอบคลุมทุกระดับความเข้มข้น จำนวน 178 ตัวอย่างวิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี โดย Walkley and Black Method ซึ่งเป็นวิธีมาตรฐานของห้องปฏิบัติการวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย พบว่าค่าพิสัยอยู่ในช่วง 7.3 – 62.4 เปอร์เซ็นต์ นำไปสแกนด้วยเทคนิค NIRS ที่ความยาวคลื่น 800 – 2500 นาโนเมตร หรือเลขคลื่น 4000 – 12500 ต่อเซนติเมตร สร้างสมการเทียบมาตรฐาน (Calibration) เพื่อใช้ทำนายค่าด้วยวิธี Partial least square (PLS) regression ปรับแต่งสเปกตรัมด้วยวิธีการปรับความแปรปรวนให้เป็นมาตรฐาน Standard normal variate (SNV) พบว่ามีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient, R) เท่ากับ 0.90 ค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานในการทำนายกลุ่มตัวอย่าง Calibration (Standard error of calibration, SEC) เท่ากับ 4.89 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ และค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานในการทำนายกลุ่มตัวอย่าง Validation (Standard error of prediction, SEP) เท่ากับ 4.94 เปอร์เซ็นต์ ทวนสอบความใช้ได้ของวิธีด้วยตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี พิจารณาความถูกต้องโดยใช้ Paired t-test

พบว่าค่า t_{ext} มีค่าน้อยกว่า t_{crit} ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ ผลการวิเคราะห์ที่ได้ผ่านเกณฑ์การยอมรับ และ %Recovery ที่ระดับความเข้มข้นมากกว่า 15.0% อยู่ในช่วง 81 – 117% พิจารณาความเที่ยงโดยใช้ %RSD พบว่ามีค่า %RSD เฉลี่ยน้อยกว่า 1.9 ผลการวิเคราะห์ผ่านเกณฑ์การยอมรับของ AOAC (%RSD ≤ 1.9) สามารถนำสมการมาใช้ประเมินค่าปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี โดยเทคนิค NIRS ที่ระดับความเข้มข้นมากกว่า 15.0% ได้อย่างรวดเร็ว ไม่ทำลายตัวอย่าง และมีความแม่นอยู่ในช่วง 81 – 117%

คำหลัก : สเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ อินทรียวัตถุ ปุ๋ยอินทรีย์เคมี

คำนำ

ปุยอินทรียเคมี ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550 หมายความวา ปุยที่มีปริมาณธาตุอาหารรับรองแน่นอนโดยมีปริมาณอินทรียวัตถุตามที่รัฐมนตรีกำหนดโดยประกาศในราชกิจจานุเบกษา ซึ่งปริมาณอินทรียวัตถุรับรอง คือ ปริมาณขั้นต่ำของอินทรียวัตถุที่ผู้ผลิต หรือผู้นำเข้าปุยอินทรียรับรองในฉลากวามีอยู่ในปุย อินทรียที่ตนผลิตหรือนำเข้า แล้วแต่กรณี โดยคิดเป็นจำนวนร้อยละของน้ำหนักสุทธิของปุ๋ยอินทรีย์ และกำหนดให้ปุ๋ยอินทรีย์เคมีต้องมีปริมาณอินทรียวัตถุไม่ต่ำกว่าร้อยละ 10 ของน้ำหนัก ตามประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดปริมาณอินทรียวัตถุที่ให้มีในปุ๋ยอินทรีย์เคมี ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 ซึ่งแก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550 พ.ศ. 2554 การวิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี ด้วยวิธี Walkley and Black Method ตามประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี พ.ศ. 2559 วิธีทดสอบ 1.28.01 ซึ่งเป็นวิธีที่ห้องปฏิบัติการวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ยใช้วิเคราะห์ปริมาณอินทรียวัตถุ มีหลายขั้นตอน ต้องใช้สารเคมี และเวลาในการวิเคราะห์ ดังนั้นการพัฒนาวิธีวิเคราะห์ที่รวดเร็ว ลดการใช้สารเคมี และปลอดภัยต่อผู้วิเคราะห์ จึงเป็นที่ต้องการในการวิเคราะห์ดังกล่าว

ปัจจุบันได้มีการนำเทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared Spectroscopy, NIRS) มาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบต่างๆ ในตัวอย่าง เนื่องจากเป็นเทคนิคการวัดแบบไม่ทำลายตัวอย่าง สามารถทำนายค่าทางเคมีได้อย่างรวดเร็ว และแม่นยำ ทราบผลภายใน 3-4 นาที มีการศึกษาเทคนิค NIRS-PLS เพื่อประเมินองค์ประกอบทางเคมีหรือสมบัติทางกายภาพ เช่น ศึกษาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์โดยเทคนิค NIRS พบว่าช่วงคลื่นแสง 8800-5299 cm^{-1} เหมาะสมที่จะใช้ประเมินอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์ (จิตติมา และสงกรานต์, 2556) การทำนายค่าอินทรียวัตถุ ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส และโพแทสเซียมในดินโดยใช้แสงอินฟราเรดย่านใกล้ พบว่า สมการที่ได้สามารถทำนายปริมาณอินทรียวัตถุในดินได้ค่อนข้างแม่นยำ โดยมีค่าคลาดเคลื่อนมาตรฐาน (SECV) เท่ากับ 0.12% (ชลันธร และสมศักดิ์, 2557) การหาปริมาณของอินทรียวัตถุในดินโดย NIRS และ PLS (Fidencio *et al.*, 2002) ศึกษาเทคนิค NIR-PLS เพื่อพัฒนาการประเมินปริมาณอินทรียคาร์บอนในปุ๋ยอินทรีย์ให้ได้ผลการทดสอบที่รวดเร็วและถูกต้อง (Wang *et al.,* 2014) การเลือกความยาวคลื่นของการวิเคราะห์อินทรียวัตถุในดินโดย NIRS (Pan *et al.*, 2009) การทำนายองค์ประกอบของเส้นใย เถ้า และอินทรียวัตถุในในข้าวโพด (Fassio *et al*., 2014) เทคนิค NIRS อาศัยหลักการวัดปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนของตัวอย่างเมื่อรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 800 – 2500 นาโนเมตร หรือเลขคลื่น 4000 – 12500 ต่อเซนติเมตร เดินทางผ่านเข้าไปในตัวอย่าง ทำให้เกิดอันตรกิริยา (Interaction) กับอะตอม และโมเลกุลของตัวอย่างนั้น โมเลกุลดูดกลืนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้เข้าไปจะมีผลต่อการสั่นของพันธะต่างๆ ในโมเลกุล ระดับการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ของตัวอย่างที่ความยาวคลื่นต่างๆ จะปรากฏในสเปกตรัม NIR การหาความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนแต่ละความยาวคลื่นกับค่าทางเคมี โดยทั่วไปมักใช้การวิเคราะห์ถดถอย (Regression analysis) ซึ่งมีหลายวิธี เช่น การถดถอยเชิงเส้นพหุคูณ (Multiple linear regression, MLR) การถดถอยกำลังสองน้อยที่สุดบางส่วน (Partial least square (PLS) regression) การถดถอยองค์ประกอบหลัก (Principle component regression, PCR) เป็นต้น โดยวิธีที่ได้รับความนิยมมากที่สุดในขณะนี้ คือ PLS และ PCR เนื่องจากโปรแกรมจะวิเคราะห์การถดถอย เพื่อสร้างสมการแคลิเบรชั่นอย่างอัตโนมัติ รวดเร็ว ทำให้ผู้ใช้สะดวก และเพื่อให้สมการแคลิเบรชั่นมีความเสถียร และมีปัจจัย (Factors) ที่เหมาะสม ควรตรวจสอบช่วงความยาวคลื่นที่ดีที่สุดที่สอดคล้องกับการดูดกลืนขององค์ประกอบที่สนใจ ดังนั้นระหว่างการสร้างสมการแคลิเบรชั่นควรลอง

ปรับช่วงความยาวคลื่นที่ใช้วิธีการปรับแต่งสเปกตรัม และเงื่อนไขการปรับแต่งในแต่ละวิธี เพื่อให้ได้สร้างสมการแคลิเบรชั่นที่มีความแม่นยำที่สุด เพื่อใช้ทำนายค่าคุณสมบัติทางเคมีหรือคุณสมบัติอื่นๆ ของตัวอย่างที่สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้อย่างรวดเร็วและแม่นยำ ประหยัดเวลา และลดต้นทุนในการใช้สารเคมี (สถาบันค้นคว้าและพัฒนาผลิตผลทางการเกษตรและอุตสาหกรรมเกษตร, 2556) งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นในการศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี โดยเทคนิค NIRS เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี ที่มีความรวดเร็ว ประหยัดเวลา ลดการใช้สารเคมีที่เป็นอันตราย และปลอดภัยกับผู้วิเคราะห์

วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์

1. เครื่องบดตัวอย่าง
2. เครื่องชั่งไฟฟ้า ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
3. บิวเรต ขนาด 25 มิลลิลิตร
4. เครื่อง Near-Infrared (NIR)
5. สารเคมี เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์รายการทดสอบอินทรียวัตถุ ตามประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี พ.ศ. 2559 วิธีทดสอบ 1.28.01
6. ตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี

วิธีการ

1. การเตรียมตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี (ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์, 2559)

นำตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมีมาบดด้วยเครื่องบดตัวอย่างให้มีความละเอียดไม่น้อยกว่า 20 เมช เทตัวอย่างที่บดแล้วใส่ถุงพลาสติกซิบ ไล่อากาศออกให้หมด และปิดถุงให้สนิท เขียนป้ายบ่งชี้ตัวอย่างเพื่อนำไปวิเคราะห์

2. การวิเคราะห์ค่าทางเคมี (ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์, 2559)

2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.1xxx – 0.5xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร

2.2 ปิเปตสารละลาย Potassium dichromate ปริมาณ 10 มิลลิลิตร เติมลงไปในตัวอย่าง

2.3 เติม Sulfuric acid ปริมาณ 15 มิลลิลิตร ลงไปในสารละลายตัวอย่าง ข้อ 2.2 อย่างช้าๆ แกว่งเบาๆ ให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในตู้ดูดควัน 16 ชั่วโมง

2.4 เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร เติมสารละลาย O-phenanthroline ferrous sulfate ปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร

2.5 นำสารละลายตัวอย่างมาไตเตรทด้วยสารละลาย Ferrous sulfate จนได้สารละลายสีเขียว และเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นน้ำตาลปนแดง แสดงว่าถึงจุดยุติ บันทึกผล

การคำนวณ

$$\%\ \text{อินทรียคาร์บอน (OC)} = \frac{0.3896 \times N \times B(C-D)}{wt.of\ sample(g) \times C}$$

$$\%\ \text{อินทรียวัตถุ (OM)} = \frac{\%OC}{58} \times 100$$

3. วัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง Near-Infrared (NIR)

วัดค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี โดยใช้เทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared Spectroscopy, NIRS) แบบวิธีสะท้อน (Reflectance) โดยเทตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมีใส่ลงใน Petri dish

ให้มีความหนาประมาณ 1 เซนติเมตร แล้วนำไปวัดด้วยเครื่อง NIRS โดยใช้แสงที่ความยาวคลื่น (Wave length) 800-2500 นาโนเมตร หรือเลขคลื่น (Wave number) 4000-12500 ต่อเซนติเมตร เพื่อเก็บสเปกตรัม

4. สร้างและปรับปรุงสมการเทียบมาตรฐาน (Calibration)

หาค่าสหสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น (Wave length) 800 – 2500 นาโนเมตร หรือเลขคลื่น (Wave number) 4000-12500 ต่อเซนติเมตร และค่าทางเคมีของอินทรียวัตถุในตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป NIRCal ของเครื่อง NIR (Buchi NIRFlex N-500, Switzerland) และในงานวิจัยนี้เลือกใช้ PLS ซึ่งเป็นเทคนิคการวิเคราะห์หลายตัวแปร (Multivariate analysis) โดยการสร้างแฟกเตอร์แบบสมการเชิงเส้นตรงจากข้อมูลของสเปกตรัมเริ่มต้น และนำแฟกเตอร์ที่ได้ไปใช้ในสมการถดถอย วัตถุประสงค์ของ PLS เพื่อต้องการลดจำนวนข้อมูลสเปกตรัมให้ได้เฉพาะข้อมูลสเปกตรัมที่มีความสำคัญกับการทำนายค่าทางเคมีที่สนใจเท่านั้น เพื่อให้สามารถประเมินค่าทางเคมีได้ถูกต้องมากขึ้น การประเมินผลความสามารถของสมการแคลิเบรชั่นสามารถอธิบายได้จากค่าสถิติสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient, R) ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แนวทางการอธิบายความสามารถของสมการแคลิเบรชั่นด้วยค่า R (William, 2001)

ค่า R	ความสามารถของสมการแคลิเบรชั่น
± 0.5	ไม่ควรใช้ในการทำนาย (Not usable)
± 0.51 – 0.70	ความสัมพันธ์ไม่ดีพอ (Poor correlation)
± 0.71 – 0.80	การทำนายเพื่อการแบ่งระดับปริมาณอย่างหยาบ (Rough screening)
± 0.81 – 0.90	การทำนายเพื่อการแบ่งระดับปริมาณ หรือ ประมาณค่าเบื้องต้น (Screening)
± 0.91 – 0.95	การทำนายเพื่องานวิจัย (Research) และงานทั่วไป
± 0.96 – 0.98	การทำนายเพื่อการประกันคุณภาพ (Quality assurance)
± 0.99 ขึ้นไป	ทุกงาน (Any application)

5. ทวนสอบสมการเทียบมาตรฐาน (Calibration) ที่ใช้ในการทำนายปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี

ทวนสอบสมการ Calibration โดยใช้ตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี โดยพิจารณาความถูกต้อง และความเที่ยง เพื่อให้ได้สมการทำนายผลที่มีความถูกต้อง และแม่นยำ

5.1 พิจารณาความถูกต้องโดยใช้ Paired t-test และ %Recovery เปรียบเทียบค่าที่ทำนายได้ด้วยวิธี NIRS กับค่าวิเคราะห์ทางเคมี

การคำนวณ

$$t_{ext} = \frac{\bar{d}}{sd/\sqrt{n}}$$

$$\%Recovery = \frac{\text{ค่าที่ทำนายด้วยวิธี NIR}}{\text{ค่าวิเคราะห์ทางเคมี}} \times 100$$

เมื่อ $\bar{d}$ = ค่าเฉลี่ยของความแตกต่าง

sd = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของความแตกต่าง

n = จำนวนตัวอย่าง

5.2 พิจารณาความเที่ยง โดยใช้ %RSD (ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ : Relative standard deviation) การคำนวณ

$$\%RSD = \frac{sd}{\bar{x}} x\,100$$

เมื่อ sd = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$\bar{x}$ = ค่าเฉลี่ยของตัวอย่าง

ระยะเวลา เริ่มต้น เดือนตุลาคม 2562 สิ้นสุด เดือนกันยายน 2564

สถานที่ทำการทดลอง

ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

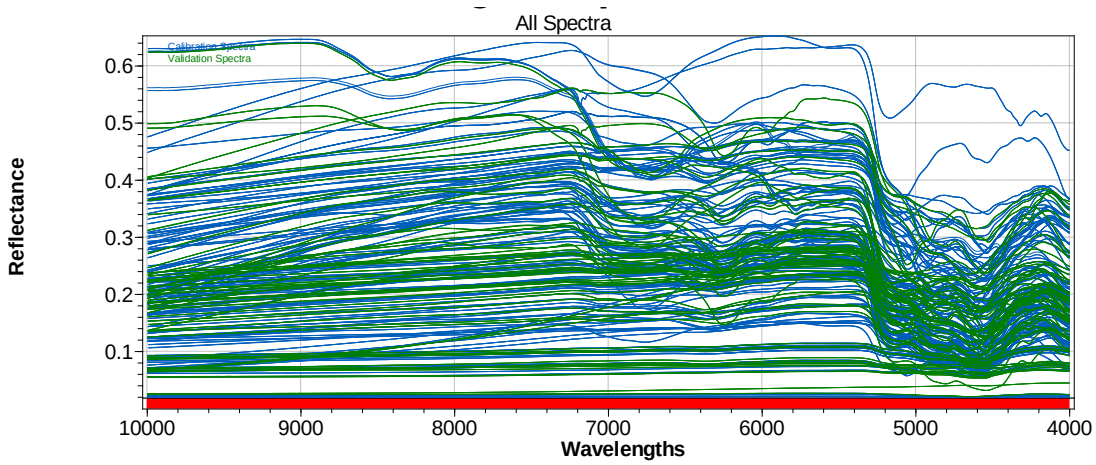
ผลการทดลองและวิจารณ์

1. ผลการวิเคราะห์ทางเคมี

จากการวิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุโดย Walkley and Black Method ในตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมีที่ใช้ในการสร้างสมการ Calibration จำนวน 178 ตัวอย่าง พบว่ามีค่าพิสัยอยู่ในช่วง 7.3 – 62.4 เปอร์เซ็นต์

2. ผลการวัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง Near-Infrared (NIR)

จากการวัดตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมีเพื่อหาปริมาณอินทรียวัตถุ โดยใช้เทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared Spectroscopy, NIRS) แบบวิธีสะท้อน (Reflectance) พบว่าได้สเปกตรัมอยู่ในช่วงความยาวคลื่น (Wave length) 1000-2500 นาโนเมตร หรือเลขคลื่น (Wave number) 4000-10000 ต่อเซนติเมตร (ภาพที่ 1)

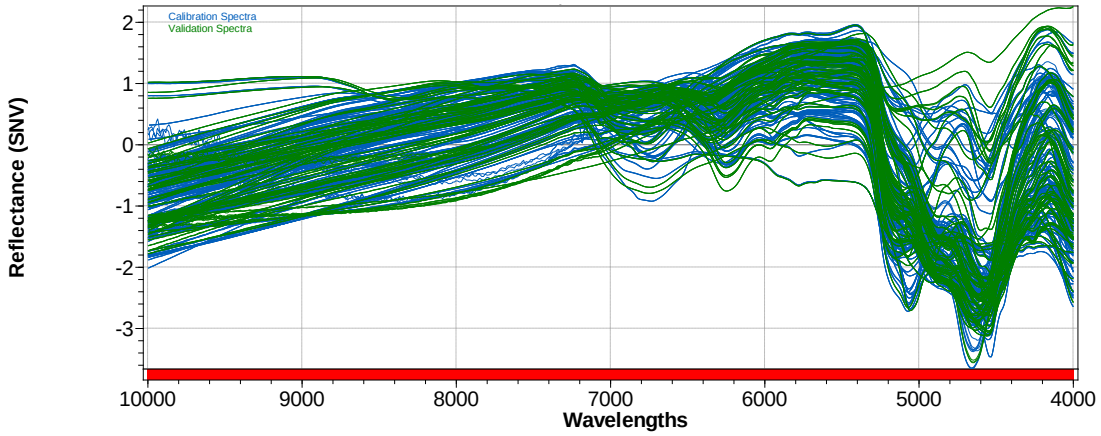


ภาพที่ 1 Original spectra ของตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมีในช่วงเลขคลื่น 4000-10000 ต่อเซนติเมตร

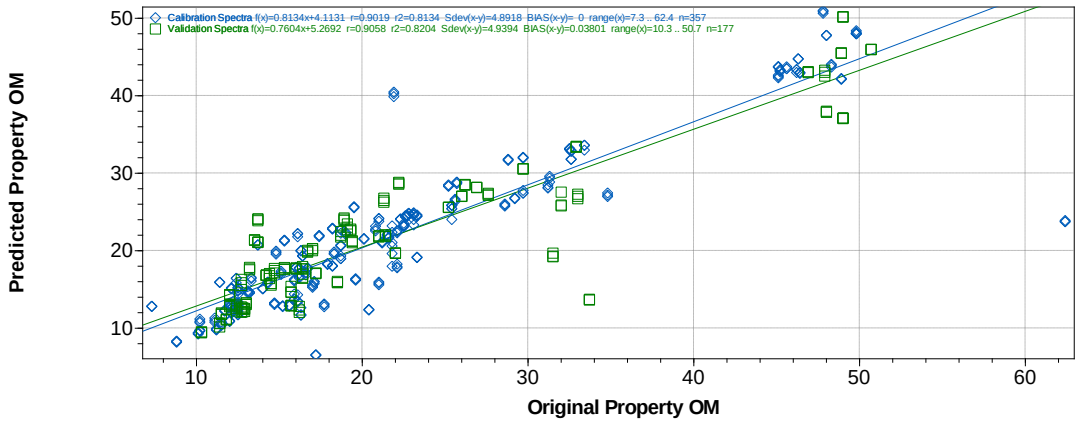
3. สมการเทียบมาตรฐาน (Calibration) ของปริมาณอินทรียวัตถุ

นำค่าการดูดกลืนแสง และค่าทางเคมีของอินทรียวัตถุในตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี มาสร้างสมการ Calibration โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป NIRCal ของเครื่อง NIR (Buchi NIRFlex N-500, Switzerland) ด้วยวิธี Partial least square (PLS) regression ปรับแต่งสเปกตรัมด้วยวิธีการปรับความแปรปรวนให้เป็นมาตรฐาน Standard normal variate (SNV) เพื่อลดอิทธิพลของการกระเจิงแสงออกจากสเปกตรัม สาเหตุให้เกิดความแปรปรวนในข้อมูลที่วัด (ภาพที่ 2) พบว่า สมการ Calibration ของปริมาณอินทรียวัตถุ มีค่าค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient, R) เท่ากับ 0.90 แสดงว่าสามารถทำนายเพื่อการแบ่งระดับปริมาณ หรือประมาณค่าเบื้องต้น (Screening) ได้ ค่าความคลาด

เคลื่อนมาตรฐานในการทำนายกลุ่มตัวอย่าง Calibration (SEC) เท่ากับ 4.89 เปอร์เซ็นต์ และค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานในการทำนายกลุ่มตัวอย่าง Validation (SEP) เท่ากับ 4.94 เปอร์เซ็นต์ (ภาพที่ 3)



ภาพที่ 2 สเปกตรัมที่ปรับแต่งด้วย Standard normal variate (SNV) ของตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี



ภาพที่ 3 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้จากวิธีทางเคมี และค่าที่ทำนายได้ด้วย NIRS ของปริมาณอินทรียวัตถุในตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี

4. ผลทวนสอบสมการเทียบมาตรฐาน (Calibration) ที่ใช้ในการทำนายปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี โดยเทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared Spectroscopy, NIRS)

เมื่อนำตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมีที่มีปริมาณอินทรียวัตถุที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง จำนวน 20, 31 และ 21 ตัวอย่าง ตามลำดับ มาทวนสอบสมการที่ใช้ทำนายปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี พิจารณาความถูกต้องโดยเปรียบเทียบค่าที่ทำนายได้ (เทคนิค NIRS) กับค่าวิเคราะห์ทางเคมี ด้วย Paired t-test พบว่า มีค่า $t_{ext} < t_{crit}$ ทุกระดับความเข้มข้น แสดงว่าผลการวิเคราะห์ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ และ %Recovery ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง อยู่ในช่วง 75-127%, 81-117% และ 92-114% ตามลำดับ พิจารณาความเที่ยงด้วย %RSD พบว่า มีค่า %RSD เฉลี่ย น้อยกว่า 1.9 ทุกระดับความเข้มข้น ผลการวิเคราะห์ผ่านเกณฑ์การยอมรับของ AOAC (AOAC, 2016) (ตารางที่ 2)

จากข้อมูลแสดงว่าสามารถนำสมการ Calibration มาใช้ประเมินค่าปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมีได้อย่างรวดเร็ว และไม่ทำลายตัวอย่าง ความแม่นของการประเมินค่าปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมีโดย NIRS ที่

ระดับความเข้มข้นน้อยกว่าหรือเท่ากับ 15.1% อยู่ในช่วง 75 – 127% ความเข้มข้น 15.1-20.0% อยู่ในช่วง 81 – 117% และความเข้มข้นมากกว่า 20.0% อยู่ในช่วง 92 – 114%

ตารางที่ 2 ประเมิน Accuracy และ Precision ของสมการที่ใช้ในการทำนายปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมี

Concentration	Accuracy			Precision	
	Paired t-test		%Recovery	$\%RSD_{ext}$	$\%RSD_r$
	$t_{ext.}$	$t_{crit.}$			
Low (≤15.0%)	-0.29	2.09	75 - 127	1.66	1.9
Medium (15.1-20.0%)	-1.28	2.13	81 - 117	1.46	1.9
High (>20.0%)	-0.66	2.06	92 - 114	0.41	1.9

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ/คำแนะนำ

การหาปริมาณอินทรียวัตถุในตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมี โดยเทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared Spectroscopy, NIRS) วิธีการวัดแบบ Reflectance สามารถนำสมการเทียบมาตรฐาน (Calibration) มาใช้ประเมินค่าปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมีโดย NIRS ที่ระดับความเข้มข้นมากกว่า 15.0% ได้อย่างรวดเร็ว ไม่ทำลายตัวอย่าง และมีความถูกต้อง อยู่ในช่วง 81 – 117% สำหรับที่ระดับความเข้มข้นน้อยกว่าหรือเท่ากับ 15.0% ยังคงต้องมีการปรับปรุงและพัฒนาสมการที่ใช้ในการทำนาย สมการ Calibration ที่ดีควรมีการปรับปรุง โดยเพิ่มจำนวนกลุ่มตัวอย่างให้มีความหลากหลาย ค่าทางเคมีในตัวอย่างควรมีค่าที่กระจายอย่างสม่ำเสมอตลอดช่วงของค่าทั้งหมด หรือมีความแปรปรวนครอบคลุมค่าของตัวอย่างในอนาคต เพื่อให้ได้สมการ Calibration ที่เหมาะสม มีความถูกต้อง และแม่นยำตลอดการใช้งาน

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. ได้วิธีวิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์เคมีด้วยเทคนิคสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดย่านใกล้ เพื่อเป็นทางเลือกในการวิเคราะห์ ที่รวดเร็ว ไม่ทำลายตัวอย่าง ลดการใช้สารเคมีที่เป็นอันตราย และปลอดภัยกับผู้วิเคราะห์
2. สามารถพัฒนาผลงานวิจัยในการตรวจวิเคราะห์พารามิเตอร์อื่นๆ ของปุ๋ย

เอกสารอ้างอิง

จิติมา และสงกรานต์. 2556. ศึกษาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณอินทรียวัตถุในปุ๋ยอินทรีย์โดยเทคนิค NIRS. ใน เอกสารประกอบการสัมมนาวิชาการ 2556 สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. กรุงเทพฯ

ชลันธร วิชาศิลป์ และสมศักดิ์ ระยัน. 2557. การทำนายค่าอินทรียวัตถุ ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส และโพแทสเซียมในดินโดยใช้แสงอินฟราเรดย่านใกล้. วารสารแก่นเกษตร 42 (1) (พิเศษ) 1 : 708-713

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

ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดปริมาณอินทรียวัตถุที่ให้มีในปุ๋ยอินทรีย์เคมี ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 ซึ่งแก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550 พ.ศ. 2554. (2554, 1 สิงหาคม). ราชกิจจานุเบกษา. เล่ม 128/ตอนพิเศษ 98 ง. หน้า 20.

สถาบันค้นคว้าและพัฒนาผลิตผลทางการเกษตร และอุตสาหกรรมเกษตร. 2555. เทคโนโลยีอินฟราเรดย่านใกล้และการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม. มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. กรุงเทพฯ

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

Fassio, A., E. Restaino and D. Cozzolino. 2014. Prediction of fiber fractions, ash and organic matter digestibility in untreated maize stover by near infrared reflectance spectroscopy. Agro Sur. 42(1): 81-86.

Fidencio, P.H., R.J. Poppi, J.C. Andrade and H. Cantarella. 2002. Determination of organic matter in solil using near-infrared spectroscopy and partial least squares regression. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 33(9&10): 1607-1615.

Pan, T., H. Chen, J. Xie, H. Yin and X. Chen. 2009. Wavelengths selection of near infrared diffuse reflection spectroscopy analysis for soil organic matter, pp. 159-162. *In* Proceedings of the 14th International Conference. IM Publications LLP, OHY, UK.

Wang, C., C. Huang, J. Qian, J. Xiao, H. Li, Y. Wen, X. He, W. Ran, Q. Shen and G. Yu. 2014. Rapid and Accurate Evaluation of the Quality of Commercial Organic Fertilizers Using Near Infrared Spectroscopy. Evaluation of Commercial Organic Fertilizers. 9(2): 1-7.

Williams, P.C. 2001. Implementation of Near-Infrared Technology. *In*: Williams, P.C. and K. Norris., eds. Near-Infrared Technology in the Agricultural and Food Industries. 2nd ed. American Association of Cereal Chemists, St. Paul, 145-169.