

แบบรายงานเรื่องเต็ม ผลการวิจัยสิ้นสุด ปีงบประมาณ 2560

1.แผนงานวิจัย

2. โครงการวิจัย วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ ปุ๋ย พืช ดิน และ น้ำ

กิจกรรม

กิจกรรมย่อย –

3. ชื่อการทดลอง (ไทย) การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ธาตุอาหารรองในปุ๋ยเคมี ของห้องปฏิบัติการพื้นที่ ภาคตะวันออก

ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) Validate method of Minor Nutrient in Chemical Fertilizer at Laboratory Eastern Region

4. คณะผู้ดำเนินการ

หัวหน้าการทดลอง นางอุมพร รักษาพรหมณ์

ผู้ร่วมงาน นางเกษสิริ ฉันทพิริยะพูน

5. บทคัดย่อ

การทดลองได้ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ธาตุอาหารรองในปุ๋ยเคมี มีวัตถุประสงค์เพื่อทำการตรวจสอบเพื่อยืนยันความเหมาะสมของวิธีที่ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 นำมาใช้ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ธาตุอาหารรองในปุ๋ยเคมี เป็นการสร้างความเชื่อมั่นด้านการตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย เพื่อให้บริการทางวิชาการ และการดำเนินการทางกฎหมาย โดยการยืนยันคุณลักษณะเฉพาะของวิธีวิเคราะห์ (method performance characteristics) และประเมินด้วยวิธีทางสถิติว่าวิธีวิเคราะห์นี้มีความถูกต้องและเหมาะสมตามวัตถุประสงค์ของการใช้งาน คุณลักษณะเฉพาะของวิธีเหล่านี้ได้แก่ ความแม่นยำ (Accuracy) โดยทำการประเมินค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ (Recovery) ของตัวอย่างอ้างอิง ที่ความเข้มข้นระดับสูง (ที่ความเข้มข้น Cao 43.6 % MgO 21.03 % และ S 24.20 %) ได้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ 100.83, 100.97, และ 98.67 % ตามลำดับ ที่ความเข้มข้นระดับกลางที่ Cao 31.48 % และ S 17.8 % ได้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ 99.59, 98.77 %ตามลำดับ ที่ความเข้มข้นระดับต่ำ ที่ระดับ Cao 1.3 % MgO 2.97 % และ S 14.3 %)ได้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ 102.38, 97.39, 98.16 %ตามลำดับ และจากการประเมินค่าความเที่ยง (Precision) โดยพิจารณาจากค่า HORRAT ค่าความเที่ยงของทุกระดับความเข้มข้นอยู่ในเกณฑ์ยอมรับคือน้อยกว่า 2 และได้ทำการประเมิน

Intermediate Precision ค่าความเที่ยงของทุกระดับความเข้มข้นอยู่ในเกณฑ์ยอมรับคือน้อยกว่า 2 ความเป็นเส้นตรง (linearity) พบว่ามีความสัมพันธ์เชิงเส้นทุกธาตุ จากการประเมินพบว่า และขีดจำกัดของการตรวจวัด(LOQ) อยู่ที่ Cao 0.4 % MgO 0.2 % และ S 0.2%) และเมื่อประเมินความถูกต้อง ความแม่นยำ และความเป็นเส้นตรงพบว่า ผ่านเกณฑ์ประเมิน ซึ่งทำให้สามารถยืนยันได้ว่าวิธีการวิเคราะห์ธาตุอาหารรองในปุ๋ยเคมีที่ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 ใช้อยู่มีความน่าเชื่อถือสามารถนำไปเป็นวิธีมาตรฐานในการทดสอบ และสามารถนำไปใช้สำหรับให้บริการแก่เกษตรกรผู้ประกอบการ และการดำเนินการตามกฎหมายได้

6. คำนำ

เนื่องจากในปัจจุบันเกษตรกรมีการใช้ธาตุอาหารรอง เพิ่มมากขึ้น เพื่อเป็นการคุ้มครองและช่วยรักษาผลประโยชน์ของเกษตรกร สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 จึงได้ดำเนินการเพิ่มขีดความสามารถของห้องปฏิบัติการให้สามารถรองรับการวิเคราะห์ปุ๋ยได้หลายรายการเพิ่มมากขึ้น จึงมีการพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ และดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ปุ๋ยธาตุอาหารรองขึ้น

7. วิธีการดำเนินการและอุปกรณ์

7.1 อุปกรณ์และเครื่องมือวิทยาศาสตร์

- เครื่องแก้ว
- เครื่องวิเคราะห์ธาตุอาหาร (Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy)
- เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยมทศนิยมสี่ตำแหน่ง
- เตาระเหยไฟฟ้า

7.2 - สารเคมี

- Nitric acid 69-70 % (HNO_3), AR grade
- Hydrochloric acid 36-38 % (HCl), AR grade
- สารละลายมาตรฐาน (Stock Standard) แคลเซียม, แมกนีเซียม, กำมะถัน ความเข้มข้นชนิดละ 1,000 ppm.
- สารมาตรฐานอ้างอิงที่ใช้ในการทดลอง ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สารมาตรฐานอ้างอิงที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารอ้างอิง	Certified value (%)		
	CaO	MgO	S
BCR-033	31.48±0.3	0.21±0.02	14.3±0.1
SRM-88b		21.03±0.07	
BCR-114 (Potassium Sulfate)	1.3±0.03		17.8±0.07
BCR-178	12.42±0.04		
SRM-694	43.6±0.4		
SRM-695		2.97±0.08	
Ammonium sulfate			24.20±0.001

7.3 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินการ

7.3.1 วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่าง

ดำเนินการวิเคราะห์ตัวอย่างอ้างอิง ตาม ประกาศกรมวิทย์วิเคราะห์ปุ๋ยเคมี ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 โดยมีขั้นตอนการวิเคราะห์ดังนี้

7.3.1.1 การเตรียม Reagent

- กรดผสม HNO_3 : HCl อัตรา 1:3

ผสม 69-70 % HNO_3 กับ 35 % HCl ในอัตราส่วน อัตรา 1:1 โดยปริมาตร

7.3.1.2 สารละลายมาตรฐาน สำหรับใช้กับ ICP

สารละลายมาตรฐาน (Working Standard) ความเข้มข้นดังนี้

แคลเซียม 0, 0.1, 1, 10, 50, 100, 200 และ 250 ppm

แมกนีเซียม 0, 1, 20, 40, 60, 80, 100 ppm.

กำมะถัน 0, 1, 10, 40, 100, 200 และ 250 ppm

7.3.1.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

- ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 0.5xxx กรัม ใส่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 20 มิลลิลิตร นำไปย่อยโดย Hot Plate ที่อุณหภูมิไม่เกิน 220 °C จนได้สารละลายใสทั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

- ถ่ายสารละลายแล้วขัดตะกอน ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

7.3.1.4 วิธีการวิเคราะห์

ปิเปตสารละลายตัวอย่าง ตามข้อ 7.3.1.3 ตามความเหมาะสม ให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงของการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตร ขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

นำ Working Standard และสารละลายตัวอย่างไปวัดหาปริมาณ แคลเซียม แมกนีเซียม และกำมะถัน ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy (ICP-OES)

7.3.1.5 การคำนวณ

$$\%(\text{Ca, Mg, S}) = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots 1$$

$$\% \text{ CaO} = \% \text{ Ca} \times 1.399$$

$$\% \text{ MgO} = \% \text{ Mg} \times 1.658$$

7.3.2 การประเมินความถูกต้องของวิธีการทดสอบด้วยวิธีทางสถิติ

ขอบเขต การประเมินความถูกต้องของวิธีการทดสอบ ดำเนินการทดสอบเฉพาะในปุ๋ยเคมีเท่านั้น การประเมินความถูกต้องของวิธีการทดสอบ ประเมินโดยใช้พารามิเตอร์ต่อไปนี้

7.3.2.1 ความเป็นเส้นตรง (Linearity) ทำการทดสอบความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) ความเข้มข้นดังนี้

แคลเซียม 0, 0.1, 1, 10, 50, 100, 150, 200, 250, 300 ppm

แมกนีเซียม 0, 1, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 120 ppm.

กำมะถัน 0, 1, 10, 20, 40, 100, 150, 200, 250, 300 ppm

เกณฑ์การยอมรับ $r \geq 0.9999$

โดย การหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรสองตัวแปร ซึ่งมีความสัมพันธ์เชิงเส้น เรียกว่า สัมประสิทธิ์ของเพียร์สัน (Pearson correlation coefficient : r) ดังสมการ

$$r = \frac{\sum[(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})]}{\sqrt{[\sum(x_i - \bar{x})^2][\sum(y_i - \bar{y})^2]}} \dots\dots\dots 2$$

เมื่อ x_i คือ ชุดข้อมูลของ X $\bar{x}$ คือค่าเฉลี่ยของ X ทั้งหมด

y_i คือ ชุดข้อมูลของ Y $\bar{y}$ คือค่าเฉลี่ยของ y ทั้งหมด

7.3.2.2 ขีดจำกัดของการตรวจพบ (Limit of Detection, LOD) เป็นการประเมินหาค่าความเข้มข้นของสารที่สนใจในปริมาณต่ำสุด ที่วิธีทดสอบจะสามารถตรวจพบได้ แต่ที่ความเข้มข้นระดับนี้ ไม่อาจจะบอกปริมาณสารที่มีความถูกต้อง และเที่ยงตรงในระดับที่ยอมรับได้ เนื่องจากมีความไม่แน่นอนสูง

การหาค่า LOD กระทำได้โดยการนำ Sample Blank : ซึ่งเป็นสารตัวอย่างที่ไม่มีสารสนใจหรือมีสารที่สนใจในปริมาณต่ำมาก มาทำการทดสอบด้วยวิธีการทดสอบที่กำหนด ตามข้อ 7.2 โดยมีการดำเนินการดังนี้

- วิเคราะห์ Sample blank 7-10 ซ้ำ : ซ้ำละ 1 ครั้ง
- คำนวณค่าความเข้มข้น และความเข้มข้นเฉลี่ย และเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ของ sample blank
- คำนวณค่า LOD จากสูตร

$$LOD = \bar{x} + 3SD \dots\dots\dots 3$$

7.3.2.3 ขีดจำกัดของการตรวจวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantitation, LOQ) เป็นความเข้มข้นต่ำสุดของสารที่สนใจในตัวอย่างที่วิธีทดสอบสามารถตรวจวัดได้ ที่ความเข้มข้นนี้สามารถรายงานได้ เพราะเป็นปริมาณที่มีทั้งความแม่นยำและความเที่ยงในระดับที่ยอมรับได้

การกำหนด ค่า LOQ มี 2 ขั้นตอนคือการประมาณค่า และการยืนยันค่า LOQ ที่มีความแม่นยำและความเที่ยงในระดับที่ยอมรับได้

การประมาณค่า LOQ จากค่า SD ที่ได้จากการหา LOD โดยการหาค่า จากสูตรดังนี้

$$LOQ_{(ประมาณ)} = \bar{x} + 10SD \dots\dots\dots 4$$

การยืนยัน ค่า LOQ ที่มีความแม่นยำและความเที่ยงในระดับที่ยอมรับได้

- เตรียม RM. ให้มีความเข้มข้นเท่ากับค่า LOQ (ประมาณ) หรือใกล้เคียง
- วิเคราะห์ 10 ซ้ำ
- คำนวณหาค่าความเข้มข้นเฉลี่ยและ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
- ประเมินการยอมรับความแม่นยำและความเที่ยง

ถ้าความแม่นยำและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ แต่คิดว่าค่า LOQ นี้อาจจะสูงไปให้เตรียม spike sample blank ใหม่ที่มีความเข้มข้นต่ำลง และทำการวิเคราะห์ใหม่ ถ้าความแม่นยำและความเที่ยงไม่อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ แนะนำให้ทำการเตรียม spike sample blank ใหม่ให้มีความเข้มข้นสูงขึ้น

และทำการวิเคราะห์ใหม่

7.3.2.4 การประเมินความแม่นยำ (Accuracy) เป็นคุณลักษณะของวิธี ที่แสดงความใกล้เคียงของผลการทดสอบค่าจริง หรือค่าอ้างอิง การทดสอบความแม่นยำทำได้โดยการประเมินทั้ง symmetric และ random effect ที่มีผลต่อค่าทดสอบ ในการทดลองนี้เลือกการ แสดงความแม่นยำของวิธีการทดสอบด้วยการหาเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ (%Recovery) โดยใช้ CRM และ RM โดยเริ่มจากระดับ ต่ำ ที่ LOQ ที่ระดับกลาง และระดับสูงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 แสดงสารตัวอย่างอ้างอิงที่ใช้ในการทดลอง

ระดับความเข้มข้น	CaO	MgO	S
LOQ	Ca-0.3 %	BCR-033 0.21±0.02	S - 0.2 %
ต่ำ	BCR-114 1.3±0.03	SRM-695 2.97±0.08	BCR-033 14.3±0.1
กลาง	BCR-033 31.48±0.3		BCR-114 17.8±0.07
สูง	SRM-694 43.6±0.4	SRM-88b 21.03±0.07	NH ₄ SO ₄ 24.20±0.001

- การหาเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ (Recovery)

ทำการวิเคราะห์ blank

วิเคราะห์ CRM ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆตามที่ระบุไว้ในตาราง ตัวอย่างละ 10 ซ้ำ
คำนวณ % recovery โดยใช้สูตรดังนี้

$$\%R = \left(\frac{c_1 - c_2}{c_3} \right) \times 100 \dots\dots\dots 5$$

ตารางที่ 4 เกณฑ์การยอมรับ Recovery (ตาม AOAC)

ความเข้มข้น analyte	% Recovery
100 %	98-102 %
>10 %	98-102%
>1%	97-103%
>0.1%	95-105
100 ppm	90-107
10 ppm	80-110
1 ppm	80-110
100 ppb	80-110
10 ppb	60-115
1 ppb	40-125

7.3.2.5 การประเมินความเที่ยง (Precision) ความเที่ยงเป็นคุณลักษณะเฉพาะของวิธีที่แสดงถึงความใกล้เคียงกันของผลการวิเคราะห์ซ้ำภายใต้สภาวะที่กำหนด ความเที่ยง จะบอกถึงความคลาดเคลื่อนแบบสุ่ม (random error) โดยทั่วไปการแสดงความเที่ยงของวิธีการวิเคราะห์จะแสดงได้หลายรูปแบบ เช่น การทวนซ้ำได้ (repeatability) หรือการทำซ้ำได้ (reproducibility) ในการทดลองนี้มีการหาค่าความเที่ยงใน สองรูปแบบได้แก่

- การทวนซ้ำได้ (repeatability, RSD_r) เมื่อนักวิเคราะห์หนึ่งคนทำการทดลองซ้ำๆกัน ในเวลาเดียวกันด้วยเครื่องมือชุดเดียวกัน ในระยะเวลาใกล้เคียงกัน โดยดำเนินการดังนี้

วิเคราะห์ตัวอย่างอ้างอิง ที่ความเข้มข้นระดับต่าง ๆ

คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ของแต่ละความเข้มข้น

คำนวณค่า % RSD_r จะได้ค่าการทวนซ้ำที่ความเข้มข้นนั้น ๆ

$$\%RSD_r = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \dots\dots\dots 6$$

- การทำซ้ำได้ (Within laboratory reproducibility, % RSD_r) เป็นการวิเคราะห์ตัวอย่างซ้ำที่ระดับความเข้มข้นที่เตรียมไว้ ระดับละ 10 ซ้ำ โดยนักวิเคราะห์คนเดียวหรือมากกว่า หนึ่งคน แต่ต่างเวลากัน คำนวณตามสมการที่ (8-9)

เกณฑ์การยอมรับ ความเที่ยง

ประเมินการยอมรับ ด้วย HARRAT หรือ Howiz ratio ตามสมการดังนี้

$$HORRAT = \frac{RSD_{obs}}{RSD_{expected}} \dots\dots\dots 7$$

RSD_{obs} ได้จากการคำนวณจากผลการทดสอบ

$RSD_{expected}$ ได้จากการคำนวณ Horwitz equation ดังสมการ

สำหรับ reproducibility : $\%RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)} = 2C^{-0.1505} \dots\dots\dots 8$

สำหรับ repeatability : $\%RSD_r = 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)} = 0.66 \times 2C^{-150} \dots\dots\dots 9$

ตารางที่ 5 เกณฑ์การยอมรับค่าความเที่ยง ใช้เกณฑ์ที่ AOAC และ Codex กับ EU กำหนดไว้ทั่วไปดังนี้

Reference	ค่า HORRAT ที่ยอมรับ
AOAC	< 2
Codex,EU	≤ 2

- ระยะเวลา (เริ่มต้น – สิ้นสุด)

ตุลาคม 2558- ตุลาคม 2560

- สถานที่ดำเนินการ

ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

8.1 ผลการประเมินความเป็นเส้นตรง

ตารางที่ 6 ผลการประเมินความเป็นเส้นตรงของวิธีการทดสอบ

ธาตุ	r
Ca	0.99995
Mg	0.99993
S	0.99997

8.2 ผลการประเมิน LOD

ผลการประเมินค่า ขีดจำกัดของการตรวจวัดโดยการทดสอบ sample blank ประเมินค่าขีดจำกัดของการตรวจวัดด้วยสมการที่ 3

ตารางที่ 7 ผลการประเมินค่า LOD

	% Ca	% CaO	% Mg	% MgO	% S
$\bar{x}$	0.06	0.08	0.011	0.02	0.02
SD	0.03	0.05	0.009	0.01	0.02
LOD	0.15	0.22	0.04	0.05	0.08

8.3 ผลการประเมิน LOQ

8.3.1 ผลการประเมินค่า LOQ โดยประมาณ

ตารางที่ 8 ผลการประเมินค่า LOD

	% Ca	% CaO	% Mg	% MgO	% S
$\bar{x}$	0.06	0.08	0.011	0.02	0.02
SD	0.03	0.05	0.009	0.01	0.02
LOQ (ประมาณ)	0.36	0.58	0.10	0.12	0.22

8.3.2 ผลการประเมินค่า LOQ จากการทดสอบดังตาราง

ตารางที่ 9 ผลการประเมินค่า LOQ

	% Ca	% CaO	% Mg	% MgO	% S
ค่ารับรอง	0.3	0.42	0.127	0.21	0.2
ค่าเฉลี่ยทดสอบ	0.295	0.42	0.125	0.20	0.20
% recovery	98.33		98.69		100.00
SD	0.02		0.01		0.01
RSD _(obs)	6.33		5.66		6.24
RSD _(expect)	3.16		3.16		3.16
HARRAT	1.62		1.79		1.97

8.4 ผลการประเมินความแม่นยำ

ในประเมินค่าความแม่นยำของสารตัวอย่างอ้างอิง ได้ดำเนินการประเมินความเที่ยงในส่วนของการ
repeatability ไปพร้อมกันเพื่อความต่อเนื่องของการทำงาน

ตารางที่ 10 ผลการประเมินความแม่นยำที่ระดับความเข้มข้นต่ำ

	% Ca	% CaO	% Mg	% MgO	% S
ค่ารับรอง		1.3		2.97	14.3
ค่าเฉลี่ยทดสอบ	0.951	1.33	1.745	2.892	14.037
% recovery	102.38		97.39		98.16
SD	0.05		0.10		0.35
RSD _(obs)	5.14		5.97		2.50
RSD _(expect)	3.14		3.16		1.77
HARRAT	1.63		1.89		1.41

ตารางที่ 11 ผลการประเมินความแม่นยำที่ระดับความเข้มข้นระดับกลาง

	% Ca	% CaO	% Mg	% MgO	% S
ค่ารับรอง		31.48	-	-	17.8
ค่าเฉลี่ยทดสอบ	22.41	31.352	-	-	17.561
% recovery	99.59		-		98.66
SD	0.57		-		0.32
RSD _(obs)	2.54		-		1.82
RSD _(expect)	1.58		-		1.72
HARRAT	1.60		-		1.06

ตารางที่ 12 ผลการประเมินความแม่นยำที่ระดับความเข้มข้นระดับสูง

	% Ca	% CaO	% Mg	% MgO	% S
ค่ารับรอง		43.6		21.03	22.4
ค่าเฉลี่ยทดสอบ	31.42	43.96	12.807	21.234	22.102
% recovery	100.83		100.97		22.102
SD	0.46		0.14		0.38
RSD _(obs)	1.48		1.12		1.71
RSD _(expect)	1.50		1.65		1.64
HARRAT	0.98		0.68		1.04

8.5 ผลการประเมินความเที่ยง

เป็นผลการประเมินความเที่ยงโดยทำการวิเคราะห์ ตัวอย่างควบคุม ที่สองระดับความเข้มข้น ทำการวิเคราะห์โดย วิธีการเดียวกัน เครื่องในการทดสอบชุดเดียวกัน แต่ต่างเวลากันเป็นเวลาสิบวันได้ผลการทดสอบดังตารางที่ 12

ตารางที่ 12 ผลการประเมินความเที่ยง ระดับที่ 1

ตัวอย่างควบคุม-1	% Ca	% CaO	% Mg	% MgO	% S
ค่ากำหนด	-	22.0	-	9.2	4.8
ค่าเฉลี่ยทดสอบ	15.82	22.131	5.55	9.20	4.62
SD	0.34		0.18		0.28
RSD _(obs)	2.13		3.31		6.06
RSD _(expect)	2.51		2.83		3.25
HARRAT	0.85		1.17		1.87

ตารางที่ 13 ผลการประเมินความเที่ยง ระดับที่ 2

ตัวอย่างควบคุม-1	% Ca	% CaO	% Mg	% MgO	% S
ค่ากำหนด	-	2.7	-	1.46	8.93
ค่าเฉลี่ยทดสอบ	1.879	2.629	0.859	1.424	8.563
SD	0.08		0.05		0.31
RSD _(obs)	4.43		5.59		3.63
RSD _(expect)	2.51		2.83		3.25
HARRAT	1.76		1.98		1.12

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากผลวิเคราะห์และประเมินความถูกต้องของวิธีการทดสอบธาตุอาหารรองในปุ๋ยเคมีสามารถสรุปการประเมินแต่ละพารามิเตอร์ดังรายละเอียดต่อไปนี้

9.1 การประเมินความเป็นเส้นตรง

ผลการประเมินความเป็นเส้นตรง ของวิธีการทดสอบเมื่อเทียบกับเกณฑ์ พบว่าผ่านเกณฑ์ประเมิน

9.2 การประเมินค่าขีดจำกัดของการตรวจพบ

พบว่าขีดจำกัดของการตรวจพบ และขีดจำกัดของการหาปริมาณที่ผ่านเกณฑ์การประเมินความแม่นยำและความเที่ยง และสามารถ ระบุค่าขีดจำกัดของการตรวจพบ และขีดจำกัดของการตรวจวัด ดังตารางที่ 14

ตารางที่ 14 ค่าขีดจำกัดของการตรวจพบ

พารามิเตอร์	% CaO	% MgO	% S
LOD	0.22	0.05	0.08
LOQ	0.4	0.1	0.2

9.3 การประเมินความแม่นยำ

จากการประเมินความแม่นยำ ที่แต่ละระดับความเข้มข้นโดยทำการประเมินในส่วนของความแม่นยำ และความเที่ยง(repeat ability) ได้ผลการประเมินดังนี้

ตารางที่ 15 สรุปผลการประเมินความแม่นยำที่ระดับ LOQ

ประเมินความแม่นยำ (LOQ)	CaO 0.4%	MgO 0.1%	S 0.2%
เกณฑ์ (%Recovery)	95-105	95-105	95-105
Recovery (%)	98.33	98.69	100.00
HARRAT ratio (< 2)	1.62	1.79	1.97
สรุปผล	ผ่าน	ผ่าน	ผ่าน

ตารางที่ 16 สรุปผลการประเมินความแม่นยำที่ความเข้มข้นระดับต่ำ

ประเมินความแม่นยำ (ระดับต่ำ)	CaO 1.3 %	MgO 2.97 %	S 14.3 %
เกณฑ์(%Recovery)	97-103	97-103	98-102
Recovery (%)	102.38	97.39	98.16
HARRAT ratio (< 2)	1.63	1.89	1.41
สรุปผล	ผ่าน	ผ่าน	ผ่าน

ตารางที่ 17 สรุปผลการประเมินความแม่นยำที่ความเข้มข้นระดับกลาง

ประเมินความแม่นยำ (ระดับกลาง)	CaO 31.48 %		S 17.8 %
เกณฑ์(%Recovery)	98-102		98-102
Recovery (%)	99.59		98.77
HARRAT ratio (< 2)	1.6		1.06
สรุปผล	ผ่าน		ผ่าน

ตารางที่ 18 สรุปผลการประเมินความแม่นยำที่ความเข้มข้นระดับสูง

ประเมินความแม่นยำ (ระดับสูง)	CaO 43.6 %	MgO 21.03 %	S 22.4 %
เกณฑ์(%Recovery)	98-102	98-102	98-102
Recovery (%)	100.83	100.97	98.67
HARRAT ratio (< 2)	0.98	0.68	1.04
สรุปผล	ผ่าน	ผ่าน	ผ่าน

9.4 การประเมินความเที่ยง

เป็นการดูความแปรปรวนที่เกิดขึ้นเมื่อมีการวิเคราะห์ต่างเวลากัน (intermediate precission) โดยทำการวิเคราะห์ต่างเวลากัน ในการทดลองนี้ ได้ทำการทดสอบโดยการวิเคราะห์ตัวอย่างควบคุมที่สองระดับความเข้มข้น โดยทำการวิเคราะห์วันละ 1 ชั่วโมง เป็นเวลา สิบวันและประเมินความแม่นยำได้ผลการทดสอบดังตารางที่ 19

ตารางที่ 19 สรุปผลการประเมินความเที่ยงที่ความเข้มข้นระดับที่ 1

ประเมินความแม่นยำ (ระดับที่ 1)	CaO 22.0%	MgO 9.2 %	S 4.8 %
ค่าเฉลี่ย	22.13	9.2	4.6
HARRAT ratio (< 2)	0.85	1.17	1.87
สรุปผล	ผ่าน	ผ่าน	ผ่าน

ตารางที่ 20 สรุปผลการประเมินความเที่ยงที่ความเข้มข้นระดับที่ 2

ประเมินความแม่นยำ (ระดับที่ 2)	CaO 2.7 %	MgO 1.46 %	S 8.93%
ค่าเฉลี่ย	2.6	1.42	8.56
HARRAT ratio (< 2)	1.76	1.98	1.12
สรุปผล	ผ่าน	ผ่าน	ผ่าน

จากผลการประเมินความถูกต้องของวิธีทดสอบ ธาตุอาหารรองในปุ๋ยเคมีได้แก่ ธาตุแคลเซียม แมกนีเซียม และกำมะถัน พบว่าวิธีที่ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 นำใช้ในการวิเคราะห์และทดสอบ ธาตุอาหารรอง มีความถูกต้องและแม่นยำ สามารถให้ผลการทดสอบที่น่าเชื่อถือ

10. การนำไปใช้ประโยชน์

จากที่ได้ทำการตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ธาตุอาหารรองในปุ๋ยเคมีเสร็จสิ้นแล้ว และพบว่ามีความถูกต้องและน่าเชื่อถือ ขั้นตอนในลำดับต่อไปในการพัฒนาห้องปฏิบัติการคือการนำผลงานวิจัยเพื่อไปเป็นส่วนหนึ่งของการขอขยายขอบข่ายการรับรอง ISO/IEC 17025 สำหรับธาตุอาหารรองต่อไป

11. เอกสารอ้างอิง

ทิพวรรณ นิงน้อย.แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว.

2549.กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข นนทบุรี

วรรณรัตน์ ชุตินทร และชฎาพร คงนาม.2541.คู่มือวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี.พินิจ พับบลิชซิ่ง กรุงเทพฯ. 66 หน้า

Peter,F.K. (ed.). 2005. Official Method of Analysis Of AOAC International 18th Method 938.02. AOAC International Inc., Gaithersberg, MD.

The National Institute of Agro-environmental Sciences. 1987.Official Method of Analysis of Fertilizers.

Foundation Norin Kosaikai,Tsukuba-shi,Ibaraki-ken. 133pp