การเปรียบเทียบวิธีการวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส (Available P_2O_5) ในปุ๋ย ระหว่างเทคนิค Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) และ Photometric method

นายสุนทร ขวัญอ่อน
นางสาวผุสดี มุหะหมัด
นางสาวณัชยาตา หมวกทอง

หน่วยเครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่

ทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินรายได้คณะวิทยาศาสตร์ ประเภทการพัฒนาคน พัฒนางาน
ปีงบประมาณ 2560

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้คิดขึ้นเพื่อต้องการพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์/ทดสอบของหน่วยเครื่องมือกลาง เพื่อการพัฒนางาน และต้องขอขอบคุณโครงการสนับสนุนทุนวิจัยพัฒนาคน พัฒนางานจากเงินรายได้คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ตามสัญญาเลขที่ วท. 60001 นอกจากนี้ยังต้องขอขอบคุณนักศึกษาสหกิจศึกษา จากคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตสุราษฎร์ธานี ที่ได้ร่วมทดลอง ให้งานวิจัยนี้เสร็จลุล่วงเป็นอย่างดี

สุดท้ายนี้ หากมีสิ่งผิดพลาดประการใด คณะผู้จัดทำใคร่ขออภัยเป็นอย่างสูงด้วย และหวังเป็นอย่างยิ่งว่า งานวิจัยนี้คงมีประโยชน์สำหรับหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง ตลอดจนท่านผู้สนใจ

คณะผู้จัดทำ

15 ธันวาคม 2560

บทคัดย่อ

การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส (Available P_2O_5) ในปุ๋ย โดยใช้เทคนิค Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) ซึ่งมีความสะดวก รวดเร็ว ประหยัดทรัพยากร ที่สำคัญลดขั้นตอน และลดความผิดพลาดของการวิเคราะห์ได้เป็นอย่างดี โดยศึกษาเปรียบเทียบกับเทคนิคเดิมคือเทคนิคโฟโตเมตริกซ์ (Photometric) ใช้ตัวอย่างปุ๋ย 71 ตัวอย่าง และนำผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งสองวิธี ไปประเมินค่าทางสถิติ แบบ T-test พบว่า มีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับ 0.081 ซึ่งมากกว่า 0.05 แสดงว่าการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งสองวิธีไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ดังนั้นสามารถใช้เทคนิค Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) ในการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสในปุ๋ย แทนเทคนิคเดิมได้

ABSTRACT

In this work, a method for analysis of phosphorus (Available P_2O_5) in fertilizer was developed using Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) technique. The method developed was proved faster, convenient and cost saving. More importantly it shortens the time and steps involved in the analysis as compared to the conventional method, namely photometric method. In the experiment, 71 known samples were tested using both methods and the results were compared statistically using T -test. It was found that the new method was significantly better than conventional one at significant level 0.05. Thus it can be used to analyze phosphorus content in fertilizer if the facility is available.

สารบัญ

เรื่อง **หน้า**

กิตติกรรมประกาศ.....ก

บทคัดย่อ.....ข

Abstract.....ค

สารบัญ.....ง

สารบัญตาราง.....ฉ

สารบัญรูปภาพ.....ช

บทที่ 1 บทนำ.....1

1.1 ที่มา และความสำคัญของงานวิจัย.....1

1.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....3

1.3 วัตถุประสงค์.....6

1.4 ขอบเขตงานวิจัย.....7

1.5 วิธีการดำเนินงาน.....7

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....7

1.7 สถานที่ดำเนินการวิจัย.....8

1.8 ระยะเวลาดำเนินงาน.....8

บทที่ 2 วิธีดำเนินการ.....9

2.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....9

2.2 วิธีการเตรียมตัวอย่างปุ๋ย.....9

2.3 วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยด้วยเทคนิคสเปคโตรโฟโตมิเตอร์.....10

2.4 วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยด้วยเทคนิค ICP-OES.....10

2.5 วิธีการควบคุมคุณภาพภายในของการวิเคราะห์ปุ๋ย.....12

2.6 วิธีการคำนวณ.....12

บทที่ 3 ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง.....13

3.1 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) และเทคนิค Photometric.....13

3.2 ผลการวิเคราะห์ค่าความแปรปรวนจากตัวอย่างทั้งหมด.....17
3.3 วิจารณ์ผลการทดลอง.....17
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง.....19
ภาคผนวก.....20
เอกสารอ้างอิง.....29

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1 การเปรียบเทียบการวิเคราะห์ฟอสเฟตระหว่างวิธี ICP-OES กับวิธี Photometric.....3
ตารางที่ 2 ข้อดีและข้อเสียของปุ๋ยอินทรีย์.....6
ตารางที่ 3 ข้อดีและข้อเสียของปุ๋ยเคมี.....6
ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 1.....13
ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 2.....14
ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 3.....16
ตารางที่ 7 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 4.....16
ตารางที่ 8 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 5.....16
ตารางที่ 9 ตารางแสดงผลทางสถิติ.....17

สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 1 กราฟการกระจายตัวของค่าฟอสฟอรัสในปุ๋ย 71 ตัวอย่างจากเทคนิค ICP-OES และ เทคนิค Photometric…….17
รูปที่ 2 Spectroquant® NOVA 60/60 A……..26
รูปที่ 3 ICP-OES (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer) รุ่น Optima 4300DV……27
รูปที่ 4 องค์ประกอบของเครื่อง ICP-OES……...28
รูปที่ 5 คบพลาสมา (Plasma Torch)……28

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มา และความสำคัญของงานวิจัย

หน่วยเครื่องมือกลาง มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ ได้รับตัวอย่างปุ๋ยเคมี จากหน่วยงานต่างๆ มาวิเคราะห์คุณภาพของปุ๋ยเพื่อหาสัดส่วนธาตุอาหารว่าเป็นไปตามสัดส่วนที่กำหนดหรือไม่

โดยธรรมชาติแล้วมีธาตุอาหารที่พืชต้องการ 16 ชนิด ได้แก่ ออกซิเจน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน คาร์บอน ฟอสฟอรัส โพแทสเซียม กำมะถัน แคลเซียม เหล็ก สังกะสี แมงกานีส ทองแดง โบรอน โมลิบดินัม และ คลอรีน ในจำนวนธาตุอาหารเหล่านี้ ออกซิเจน ไฮโดรเจน และคาร์บอน เป็นธาตุอาหารที่พืชจะได้รับจากทางน้ำและอากาศ ส่วน ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส และโพแทสเซียม พืชต้องการในปริมาณมากเมื่อเทียบกับแร่ธาตุอื่นๆ (ซึ่งถูกจัดว่าเป็นธาตุอาหารหลัก หรือ ธาตุปุ๋ย) และในดินมักมีไม่เพียงพอต่อการเพาะปลูก จึงมีความจำเป็นต้องเพิ่มเติมธาตุเหล่านี้โดยการให้ปุ๋ย

ปุ๋ยเคมีทุกชนิดจะระบุปริมาณธาตุอาหารหลักเป็นตัวเลข 3 จำนวนเรียงกันเรียกว่า “สูตรปุ๋ย” ซึ่งหมายถึง % โดยน้ำหนักของไนโตรเจน-ฟอสฟอรัส-โพแทสเซียม หรือ N P K เรียงตามลำดับ ที่มีอยู่ในปุ๋ยน้ำหนัก 100 กิโลกรัม เช่นปุ๋ยสูตร 16-32-16 คือตัวแทนของธาตุอาหารหลักตรงกับตำแหน่ง N-P-K (ไนโตรเจน-ฟอสฟอรัส-โพแทสเซียม) หมายความว่าปุ๋ยน้ำหนัก 100 กิโลกรัม ให้ธาตุไนโตรเจนหนัก 16 กิโลกรัม ธาตุฟอสฟอรัสในรูปที่ใช้ประโยชน์ได้ (P_2O_5) หนัก 32 กิโลกรัมและธาตุโพแทสเซียมในรูปที่ใช้ประโยชน์ได้ (K_2O) หนัก 16 กิโลกรัม

ปัจจุบันหน่วยเครื่องมือกลางได้ตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยทั้งปุ๋ยเคมี ปุ๋ยอินทรีย์ ที่ส่งมาจากหน่วยงานภายนอก เช่น การยางแห่งประเทศไทย บริษัทผู้ผลิตปุ๋ยต่างๆ โดยใช้เทคนิค Photometric Method ซึ่งใช้เครื่อง Spectroquant ที่หน่วยฯ มีอยู่ในปัจจุบัน เครื่องมือนี้ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงและค่า intensity ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่าง ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อนและสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ โดยปัญหาที่เกิดขึ้นของเครื่องนี้คือถ้าสารละลายปุ๋ยที่เตรียมเพื่อนำมาวัดหาค่าฟอสเฟสนั้น เกิดมีสารที่เป็นคอลลอยด์เจือปนอยู่ภายในสารละลายอาจจะทำให้ค่าที่

อ่านได้นั้นเกิดความคลาดเคลื่อนได้ และการใช้วิธีการนี้ยังต้องอาศัยน้ำยาสารเคมีที่มีราคาค่อนข้างสูงอีกด้วย

สำหรับเครื่อง Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์หาปริมาณธาตุได้พร้อมกันหลายธาตุในเวลาเดียวกัน (Simultaneous)โดยการวัดค่าการคายคลื่นแสง (Atomic emission) ที่เกิดขึ้นสามารถวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักและแร่ธาตุได้กว่า 70 ธาตุทั้งแบบคุณภาพวิเคราะห์และแบบปริมาณวิเคราะห์ การวัดตัวอย่างตัวเครื่องมีระบบนำเข้าสารตัวอย่างอัตโนมัติ (Auto sampler) ควบคุมการทำงานและรายงานผลการวิเคราะห์ด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ ซึ่งทำให้สะดวกและประหยัดเวลาในการทำงานได้มาก แต่ยังมีข้อจำกัดอยู่ด้วยเช่นกันสำหรับการหาธาตุฟอสฟอรัสด้วยวิธีการนี้นั้นถ้าตัวอย่างที่เราเตรียมนั้นมีความเข้มข้นของฟอสฟอรัสในความเข้มข้นที่ต่ำมากๆก็อาจจะทำให้ค่าที่อ่านได้นั้นมีความผิดพลาดเกิดขึ้นได้ด้วยเช่นกัน

ในปัจจุบันนี้มีปุ๋ยมากมายหลากหลายแบบ หลากหลายชนิดให้เลือกใช้ แต่องค์ประกอบหลักๆ จะมีอยู่ 3 ตัวด้วยกันคือ ไนโตรเจน (N) ฟอสฟอรัส (P) โพแทสเซียม (K) ซึ่งในปัจจุบันทางหน่วยเครื่องมือกลางมีการวิเคราะห์ไนโตรเจนและโพแทสเซียมด้วยเครื่องวิเคราะห์ไนโตรเจน (CN Analyzer) และ ICP-OES ตามลำดับ ส่วนการวิเคราะห์หาค่าของฟอสฟอรัสนั้นใช้เทคนิค Photometric method ซึ่งจะต้องใช้ Test kit Phosphate ที่มีราคาค่อนข้างสูง ทางผู้จัดทำจึงได้เกิดความคิดที่จะพัฒนาวิธีวิเคราะห์ฟอสเฟตดังกล่าว เพื่อประหยัดเวลาในการทดลองเนื่องจากสามารถนำไปวิเคราะห์ควบคู่กับการหาค่าโพแทสเซียมในปุ๋ย อีกทั้งยังลดต้นทุนในการวิเคราะห์หาฟอสฟอรัสจากการใช้ Test kit Phosphate อีกด้วย ตามรายละเอียดการเปรียบเทียบทั้งสองวิธี ในตารางที่ 1

ในการศึกษานี้ ได้ทำการทดสอบธาตุฟอสฟอรัสในปุ๋ย ด้วยวิธี Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES) เทียบกับเทคนิค photometric method โดยใช้เครื่อง Spectrophotometer ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้อยู่ในปัจจุบันของหน่วยเครื่องมือกลาง

ตารางที่ 1 การเปรียบเทียบการวิเคราะห์ฟอสเฟตระหว่างวิธี ICP-OES กับวิธี Photometric

รายการ	ICP-OES	Photometric Method
1. เวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง	30 นาที	2 ชม.
2. เวลาในการตรวจวิเคราะห์ต่อตัวอย่าง	45 วินาที	3 นาที
3. สิ่งรบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์	ไม่มีผล	สีมีผลต่อการวิเคราะห์
4. ความผิดพลาดของผลการวิเคราะห์	มีความเสี่ยงน้อย	มีความเสี่ยงสูง
5.จำนวนตัวอย่างที่สามารถวิเคราะห์ได้ในแต่ละครั้ง	วิเคราะห์ได้ครั้งละหลายๆ ตัวอย่าง	วิเคราะได้ครั้งละ 1 ตัวอย่าง
6. ระยะเวลาทั้งหมดที่สามารถออกรายงานผลวิเคราะห์ให้กับผู้ใช้บริการ	1 สัปดาห์	3-4 สัปดาห์
7. ต้นทุนต่อตัวอย่าง	10 บาท	70 บาท

1.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

1.2.1 ฟอสฟอรัส

ฟอสฟอรัส เป็นธาตุที่มีความสำคัญต่อพืชมากชนิดหนึ่ง เป็นแร่ธาตุที่พบมากในธรรมชาติในรูปของเกลือฟอสเฟตต่างๆ สำหรับฟอสฟอรัสที่พบในแหล่งน้ำธรรมชาติ และแหล่งน้ำเสีย ได้แก่

1. ออโธฟอสเฟต (orthophosphate) หรือเรียกว่าฟอสฟอรัสละลายน้ำ (soluble reactive phosphorus) สารเหล่านี้ละลายน้ำได้ดี และแพลงก์ตอนพืชสามารถนำไปใช้ประโยชน์เพื่อการเจริญเติบโต ได้แก่ Trisodium Phosphate (Na_3PO_4), Disodium Phosphate (Na_2HPO_4), Monosodium Phosphate (NaH_2PO_4), Diammonium Phosphate ($(NH_4)_2HPO_4$)

2. โพลีฟอสเฟต (polyphosphate) เป็นสารที่พบมากในน้ำเสียจากบ้านเรือนหรือโรงงานอุตสาหกรรม เนื่องจากเป็นส่วนผสมของน้ำยาทำความสะอาด เมื่อแตกตัวจะให้ออโธฟอสเฟต

ได้แก่ Sodium Hexametaphosphate ($Na_3(PO_4)_6$), Sodium Triphosphate ($Na_5P_3O_{10}$), Tetrasodium Pyrophosphate ($Na_4P_2O_7$) สารเหล่านี้ เป็น Dehydrated Phosphate ซึ่งจะถูกไฮโดรไลซ์ ในน้ำกลับไปเป็นสารออโธฟอสเฟต การย่อยสลายจะเกิดได้ช้า ถ้าเป็นน้ำสะอาดที่ 4-50 วัน แต่จะเกิดได้เร็วถ้าเป็นน้ำเสียที่ 20 ชั่วโมง

3. อินทรีย์ฟอสเฟต สารประกอบฟอสเฟตชนิดนี้เกิดจากกระบวนการย่อยสลายทางชีวภาพ พบได้ในรูปสารละลาย สารแขวนลอย สารอินทรียวัตถุที่กำลังเน่าสลายหรือเป็นองค์ประกอบในสิ่งมีชีวิต ได้แก่ Nucleic Acid, Phospholipids, Sugar Phosphate

ฟอสฟอรัสต่อพืช

เนื่องจากฟอสฟอรัสเป็นธาตุที่ถูกตรึงหรือเปลี่ยนเป็นสารประกอบได้ง่ายทำให้ละลายน้ำได้ยากพืชสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้ลดลง จึงไม่เพียงพอกับความต้องการของพืช ฟอสฟอรัสที่พบในพืชจะในรูปของฟอสเฟตไอออน พบมากบริเวณในท่อลำเลียงน้ำ เมล็ด ผล และในเซลล์พืช มีบทบาทสำคัญในการถ่ายทอดพลังงาน เป็นวัตถุดิบในกระบวนการสร้างสารต่างๆ ควบคุมระดับความเป็นกรด-ด่าง ในเซลล์พืชจะการนำฟอสฟอรัสจากดินมาใช้ด้วยการดูดฟอสฟอรัสในรูปอนุมูลไดไฮโดรเจนฟอสเฟตไอออน ($H_2PO_4^-$) และไฮโดรเจนฟอสเฟตไอออน (HPO_4^{2-}) ดินที่มีความเป็นกรดจะมีฟอสฟอรัสจะอยู่ในรูปไดไฮโดรเจนฟอสเฟตไอออน($H_2PO_4^-$) ดินมีสภาพเป็นด่างฟอสฟอรัสจะอยู่ในรูปไฮโดรเจนฟอสเฟตไอออน (HPO_4^{2-}) แต่ฟอสฟอรัสมักถูกยึดด้วยอนุภาคดินเหนียว รวมถึงรวมตัวกับธาตุอื่นๆในดิน ทำให้พืชไม่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้ ดังนั้น ในสภาพดินที่เป็นกลาง พืชจะนำฟอสเฟตไอออนมาใช้ได้ดีกว่า พืชมีความต้องการฟอสฟอรัส ประมาณ 0.3-0.5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักแห้ง แต่หากได้รับฟอสฟอรัสสูงกว่า 1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักแห้งจะทำให้เกิดความเป็นพิษต่อพืช

1.2.2 ปุ๋ย

ปุ๋ย หมายถึง วัสดุที่มีองค์ประกอบของแร่ธาตุ อินทรีย์วัตถุ และจุลินทรีย์ที่สามารถปลดปล่อยธาตุอาหารที่จำเป็นให้แก่พืช รวมถึงการปรับปรุงดินให้มีความเหมาะสมต่อการเจริญเติบโตของพืช แบ่งออกเป็น 3 ประเภท คือ

1) ปุ๋ยเคมี หรือปุ๋ยอนินทรีย์ เป็นปุ๋ยที่เกิดจากกระบวนการผลิตทางอุตสาหกรรม ด้วยการสังเคราะห์แร่ธาตุหลักที่จำเป็นสำหรับการเจริญเติบโตของพืช รวมถึงส่วนประกอบอื่นๆ เช่น สารปรับปรุงดิน และแร่ธาตุอาหารรอง

2) ปุ๋ยอินทรีย์ เป็นปุ๋ยที่ผลิตขึ้นจากวัตถุอินทรีย์ ประกอบด้วยอินทรีย์วัตถุอย่างใดอย่างหนึ่งหรือผสมรวมกัน ได้แก่ ซากพืช ซากสัตว์ มูลสัตว์ และจุลินทรีย์ แต่ปุ๋ยอินทรีย์ทุกชนิดจะมีจุลินทรีย์เป็นองค์ประกอบสำคัญ แบ่งได้เป็น

(ก) ปุ๋ยคอก เป็นปุ๋ยที่ได้จากมูลสัตว์ เช่น มูลวัว มูลควาย มูลไก่ มูลสุกร เป็นต้น สามารถใช้ได้ทั้งแบบสด และการนำมาหมัก

(ข) ปุ๋ยหมัก เป็นปุ๋ยที่ได้จากการหมักของซากพืช ซากสัตว์ ทั้งนี้ อาจมีการเติมมูลสัตว์ และจุลินทรีย์สำหรับช่วยในการย่อยสลายด้วย

(ค) ปุ๋ยพืชสด เป็นปุ๋ยที่ได้จากส่วนของพืชที่ยังสดอยู่ แบ่งเป็น 2 ชนิด คือ ปุ๋ยพืชสดจากการปลูกพืชคลุมดินแล้วทำการไถกลบ และปุ๋ยพืชสดจากซากพืชทางการเกษตร

(ง) ปุ๋ยชีวภาพ เป็นปุ๋ยอินทรีย์ที่อยู่ในรูปของสิ่งมีชีวิตจำพวกจุลินทรีย์ โดยอาศัยความสามารถในการย่อยสลาย และการตรึงแร่ธาตุที่จำเป็นแก่พืช รวมถึงการให้อินทรีย์สารจากการตายของจุลินทรีย์เอง ปุ๋ยประเภทนี้จะผ่านการเพาะ และขยายเชื้อเฉพาะจุลินทรีย์ที่มีประโยชน์ในรูปแบบของปุ๋ยน้ำเป็นส่วนใหญ่ เช่น น้ำหมักชีวภาพ น้ำ EM เป็นต้น

(จ) ปุ๋ยอินทรีย์ชีวภาพ เป็นปุ๋ยอินทรีย์ที่ผ่านการฆ่าเชื้อจุลินทรีย์ที่ให้โทษหรือไม่มีประโยชน์ และทำการเติมเชื้อจุลินทรีย์ที่มีประโยชน์ผสมรวมเข้าไป

3) ปุ๋ยอินทรีย์เคมี เป็นปุ๋ยที่เกิดจากการผสมระหว่างปุ๋ยเคมีกับปุ๋ยอินทรีย์ทำให้ได้ปุ๋ยที่ประกอบด้วยอินทรีย์วัตถุ และแร่ธาตุอาหารที่จำเป็นสำหรับการเจริญเติบโตของพืช รวมถึงจุลินทรีย์ที่จำเป็นต่อการย่อยสลายอินทรีย์วัตถุในดิน

1.2.3 ข้อดีและข้อเสียของปุ๋ยอินทรีย์และปุ๋ยเคมี

ปุ๋ยอินทรีย์ เป็นปุ๋ยทำจากวัสดุอินทรีย์ มีธาตุอาหารที่เป็นประโยชน์สำหรับการเจริญเติบโตของพืช ผลิตจากวัสดุอินทรีย์ ของเสียจากโรงงาน(บางประเภท) มูลวัว มูลไก่ มูลค้างคาว ซากต้นไม้ ใบไม้ กรดอะมิโน โดโลไมท์ และแร่ธาตุต่างๆ และมีข้อดี-ข้อเสีย ดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ข้อดีและข้อเสียของปุ๋ยอินทรีย์

ข้อดี	ข้อเสีย
1.ช่วยปรับปรุงสมบัติทางกายภาพของดินให้ดีขึ้น	1. ปริมาณธาตุอาหารมีอยู่ต่ำ
2. อยู่ในดินนาน	2. ใช้เวลานานกว่าจะให้ผลผลิต
3. ส่งเสริมสิ่งมีชีวิตที่มีประโยชน์ในดิน	3. ราคาแพงต่อหน่วยธาตุอาหารพืช
4. ส่งเสริมสิ่งมีชีวิตที่เป็นประโยชน์ในดิน	4. หายาก
5. มีจุลธาตุ	

ปุ๋ยเคมี เป็นปุ๋ยที่ได้จากสารอนินทรีย์หรืออินทรีย์สังเคราะห์ ที่มีธาตุอาหารหลัก N-P-K โดยมักผลิตได้จากสารตั้งต้นมาจากก๊าซแอมโมเนีย (NH_3) ได้มาจากการสังเคราะห์น้ำมันและนำมารวมกับกรดโดยผ่านขบวนการทางเคมี จะได้ธาตุ N-P-K ออกมาเป็นแม่ปุ๋ยสูตรต่างๆ แล้วแต่ว่าจะใช้กรดชนิดใดในการทำปฏิกิริยา มีข้อดี-ข้อเสีย ดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ข้อดีและข้อเสียของปุ๋ยเคมี

ข้อดี	ข้อเสีย
1. มีปริมาณธาตุอาหารสูงมาก	1. ปุ๋ยแอมโมเนียมทำให้ดินเป็นกรด
2. ราคาถูก	2. ไม่มีคุณสมบัติปรับปรุงดิน
3. หาง่าย	3. มีความเค็ม
4. ใช้งานง่าย	4. การใช้ต้องการความรู้พอสมควร
5. ให้ผลรวดเร็ว	

1.3 วัตถุประสงค์

1.3.1 เพื่อเปรียบเทียบความใช้ได้ของวิธี ระหว่างเทคนิค ICP - OES กับ Photometric Method

1.3.2 เพื่อหาวิธีวิเคราะห์/ทดสอบที่ประหยัด สะดวก และรวดเร็ว ไปทดแทนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเดิม คือ photometric method

1.4 ขอบเขตการวิจัย

1.4.1 วิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยจากหน่วยงานต่างๆ

1.4.2 หาปริมาณฟอสฟอรัสด้วยเครื่อง ICP – OES

1.4.3 หาปริมาณฟอสฟอรัส ด้วยเทคนิค photometric method

1.4.4 เปรียบเทียบการหาปริมาณฟอสฟอรัสทั้งสองวิธี

1.5 วิธีการดำเนินงาน

1.5.1 สืบค้นข้อมูลหลักการ ศึกษาขั้นตอน ฝึกปฏิบัติงานและเทคนิคการวิเคราะห์ฟอสฟอรัส

1.5.2 ศึกษาขั้นตอนและเทคนิคการวิเคราะห์ ฟอสฟอรัสและการเตรียมสารมาตรฐานฟอสฟอรัสด้วยเทคนิค ICP – OES

1.5.3 ศึกษาขั้นตอนและเทคนิคการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสโดยการใช้เทคนิค photometric method

1.5.4 ใช้ตัวอย่างปุ๋ยจากหน่วยงานต่างๆ ที่นำมาวิเคราะห์

1.5.5 รายการวิเคราะห์ฟอสฟอรัส มีดังนี้

- วิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสด้วยเครื่อง ICP – OES
- วิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัส ด้วยเทคนิค photometric method

1.5.6 เปรียบเทียบวิธีการวิเคราะห์ทั้งสองวิธี

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.6.1 ทราบความแตกต่าง หรือความเหมือนกันของข้อมูลที่ได้จากเทคนิคการวิเคราะห์ที่ต่างกันเพื่อสามารถปรับปรุงเป็นวิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสในปุ๋ยได้

1.6.2 เพิ่มประสิทธิภาพการทำงานอย่างดีมาก เนื่องจากการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสในปุ๋ย ด้วยเทคนิค photometric method จะมีปัญหาในการเกิดสีของตัวอย่างปุ๋ย ทำให้เกิดความไม่แม่นยำในการวิเคราะห์ ต้องใช้สารเคมี และต้องเสียเวลาในการวิเคราะห์ตัวอย่างมาก ประกอบกับตัวอย่างปุ๋ย

ก็มีปริมาณมาก หากสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้โดยใช้เครื่อง ICP-OES ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้หลายตัวอย่างพร้อมๆ กัน จะทำให้ประหยัดเวลา ประหยัดทรัพยากร ลดขั้นตอนในการทำงาน สามารถทำงานได้รวดเร็วยิ่งขึ้น จะทำให้สร้างความน่าเชื่อถือ และผู้ใช้บริการเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เงินรายได้บริการวิชาการของหน่วยฯ เพิ่มขึ้นตามไปด้วย

1.6.3 สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยได้อย่างถูกต้อง แม่นยำ มีประสิทธิภาพ ส่งผลให้สร้างความน่าเชื่อถือ เชื่อมั่นให้กับคณะวิทยาศาสตร์ ทำให้มีผู้ใช้บริการมากขึ้น และรายได้จากการบริการมากขึ้นตามลำดับ

1.7 สถานที่ทำการวิจัย

หน่วยเครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่

1.8 ระยะเวลาการดำเนินงาน

6 เดือน (มกราคม - มิถุนายน 2560)

บทที่ 2

วิธีดำเนินการ

2.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

2.1.1 ตัวอย่างปุ๋ยจากหน่วยงานต่างๆ เช่น การยางแห่งประเทศไทย บริษัทผู้ผลิตปุ๋ยต่างๆ ที่ส่งมาวิเคราะห์ที่หน่วยฯ ทุกๆสัปดาห์ และได้ทำการศึกษา 5 สัปดาห์ จำนวน 72 ตัวอย่าง

2.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1) เครื่องชั่งความละเอียด 0.0001 กรัม

2) เครื่อง ICP-OES รุ่น Optima 4300 DV

3) เครื่อง Hot plate Magnetic Stirrer รุ่น UC152D

4) เครื่อง Spectrophotometer รุ่น Spectroquant NOVA 60 A

5) อุปกรณ์เครื่องแก้วพื้นฐาน

2.1.3 สารเคมี

1) Standard solution phosphate 1000 ppm

2) ชุดทดสอบ (Test kit) Phosphate PO_4-P เป็นสารละลายสีเหลือง

2.2 การเตรียมตัวอย่างปุ๋ย

2.2.1 สุ่มตัวอย่างปุ๋ยที่ต้องการวิเคราะห์ โดยเทตัวอย่างปุ๋ยใส่ถุงพลาสติก ประมาณ 1 กิโลกรัม คลุกเคล้าตัวอย่างปุ๋ยให้เข้ากัน โดยการเขย่า แบ่งออกเป็นสี่ส่วนเท่าๆ กัน และนำมา 1 ส่วนเพื่อใช้ในการวิเคราะห์

2.2.2 นำตัวอย่างปุ๋ยที่ทำการสุ่มแล้ว อบที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น และนำปุ๋ยมาตำให้ละเอียดโดยใช้ครกบดสาร บดให้ตัวอย่างละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากนั้นตักใส่ถุงซิปล็อค เพื่อป้องกันปุ๋ยทำปฏิกิริยากับอากาศ

2.2.3 นำตัวอย่างปุ๋ยที่ผ่านการบดแล้ว ชั่งตัวอย่างด้วยเครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง โดยให้น้ำหนักของตัวอย่าง ประมาณ 0.1 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร

2.2.4 เติมน้ำปราศจากไอออน (DI) 50 มิลลิลิตร นำไปคนและให้ความร้อนแก่ตัวอย่างปุ๋ย เพื่อให้ปุ๋ยละลายได้ดีขึ้น โดยใช้อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 นาที สุ่มตัวอย่างขณะทำการคนและให้ความร้อน โดยใช้ปิเปต สุ่มตัวอย่าง 1 มิลลิลิตร ใส่ Volumetric flask ขนาด 10 มิลลิลิตร เติมน้ำปราศจากไอออน เขย่าให้เข้ากัน ปรับปริมาตรให้ครบ 10 มิลลิลิตร

2.2.5 นำตัวอย่างที่เตรียมได้ ไปทำการวิเคราะห์ด้วยวิธี photometric และวิธี ICP-OES

2.3 วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค photometric

เครื่อง Spectroquant NOVA 60 เป็นเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์อย่างง่าย ที่มีโปรแกรมกำหนดความยาวคลื่น ของแต่ละพารามิเตอร์ที่ต้องการวัด เป็นการหาปริมาณไอออนในตัวอย่าง โดยมีชุดทดสอบ (Test kit) และมีวิธีการ ขั้นตอนในการวิเคราะห์ ในแต่ละชุดทดสอบ สำหรับในการทดสอบนี้ ใช้ชุดทดสอบฟอสเฟต โดยมีวิธีการดังนี้

2.3.1 นำตัวอย่างสารละลายที่เตรียมไว้ จากข้อ 2.2.5 มาจำนวน 5 มิลลิลิตร

2.3.2 เติมสารละลายจากชุดทดสอบฟอสเฟต PO_4-P เป็นสารละลายสีเหลือง ใส จำนวน 1.2 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน ใส่ในเซล (Cuvette) ขนาด 10 มิลลิเมตร

2.3.3 ตรวจวัดค่าความเข้มแสงทันทีโดยเครื่อง Spectroquant NOVA 60 A ที่ความยาวคลื่น 400 nm โดยใช้ method no. 070 ค่าของฟอสเฟต จะอ่านได้เป็นความเข้มข้น หน่วย มิลลิกรัม/ลิตร

2.4 วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค ICP-OES

2.4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

1) เตรียมสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส จาก Standard solution phosphorus 1000 ppm เพื่อใช้เป็น standard curve ในการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยวิธีทาง ICP-OES โดย กำหนดความเข้มข้นของสารมาตรฐาน 3 จุด ดังนี้

1.1) สารมาตรฐานที่ความเข้มข้น 50 ppm 100 มิลลิลิตร เตรียมโดย

ปิเปตสารจากสารมาตรฐานฟอสฟอรัส 1000 ppm 5 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI ในขวดปรับปริมาตรจนครบ 100 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

1.2) สารมาตรฐานที่ความเข้มข้น 10 ppm 50 มิลลิลิตร เตรียมโดย

ปิเปตสารละลายจากข้อ 1.1 จำนวน 10 มิลลิลิตร ในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI จนครบ 50 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

1.3) สารมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1 ppm 50 มิลลิลิตร เตรียมโดย

ปิเปตสารละลายจากข้อ 1.2 จำนวน 5 มิลลิลิตร ในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI จนครบ 50 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

2.4.2 การวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ย

1) ตรวจเช็คอุปกรณ์ เตรียมเครื่อง สร้าง Method และจุด Plasma

2) ตรวจสอบความพร้อมของเครื่องก่อนใช้งาน:

นำสารละลายแมงกานีสความเข้มข้น 0.1 mg/L ซึ่งเป็นสารมาตรฐานที่เช็คความพร้อมของเครื่องก่อนใช้งาน มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES เกณฑ์การยอมรับพิจารณาค่าสัญญาณ Emission intensity (Count) ไม่น้อยกว่า 15000 Counts

3) การสร้างกราฟมาตรฐาน:

นำสารละลายฟอสฟอรัสความเข้มข้น 1.00, 10.0 และ 50.0 mg/L ตามลำดับ มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES ค่าสัญญาณ Emission intensity (Count) ที่ได้นำไปสร้างกราฟมาตรฐานพิจารณาความเป็นเส้นตรง (R^2) ไม่น้อยกว่า 0.990 ทำการตรวจสอบกราฟมาตรฐาน ด้วยสารมาตรฐาน P 10.0 mg/L โดยค่า %recovery อยู่ในช่วง 80-120%

4) การวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ย :

นำตัวอย่างปุ๋ยที่เตรียมไว้ จากข้อ 2.2.5 มาวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสด้วยเครื่อง ICP-OES ค่าสัญญาณ Emission intensity (Count) ในตัวอย่างปุ๋ยที่ได้เทียบกับกราฟมาตรฐานที่ได้จากข้อ 3 ปริมาณฟอสฟอรัสในปุ๋ยมีหน่วยเป็น mg/L และคำนวณกลับเป็นหน่วย mg/kg

2.5 วิธีการควบคุมคุณภาพภายในของการวิเคราะห์ปุ๋ย

การควบคุมคุณภาพภายในของการวิเคราะห์ปุ๋ย โดยการทำซ้ำ (%duplicate) , หา % recovery โดยการ spike sample และการทดสอบค่า blank ในทุกๆ 10% ของตัวอย่างปุ๋ยที่วิเคราะห์

2.5.1 การทำซ้ำ เป็นการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ย 2 ซ้ำ ในทุกๆ 10 ตัวอย่างของการวิเคราะห์

2.5.2 การทดสอบค่า blank เป็นทดสอบค่า blank เป็นตัวอย่าง

2.5.3 การหา % recovery โดยการ spike sample มีวิธีทำดังนี้

1) ชั่งตัวอย่างปุ๋ยที่ผ่านการบดแล้ว ด้วยเครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง ประมาณ 0.1 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร

2) เติมสารลายมาตรฐาน P ที่ความเข้มข้น 1000 ppm 5 มิลลิลิตร (ความเข้มข้นของ P คือ 10 ppm)

3) เติมน้ำ DI 45 มิลลิลิตร

4) นำไปคนและให้ความร้อนแก่ตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 นาที สุ่มตัวอย่างขณะทำการคนและให้ความร้อน โดยใช้ไมโครปิเปต สุ่มตัวอย่างจำนวน 1 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI เขย่าให้เข้ากัน

2.6 สูตรการคำนวณ

สูตรการคำนวณ $\%P_2O_5$

$$\%P_2O_5 = \left[\frac{P_S \times V}{Wt_s \times 10000}\right] \times \left[\frac{MwP_2O_5}{Mw\,2P}\right]$$

P_s คือ ค่าฟอสฟอรัสที่วัดได้จากตัวอย่าง

V คือ ปริมาตรตัวอย่างทั้งหมด

$Mw\,P_2O_5$ คือ มวลโมเลกุล P_2O_5 เท่ากับ 141.9446 (กรัมต่อโมล)

MwP คือ มวลโมเลกุล P เท่ากับ 30.9738 (กรัมต่อโมล)

สูตรคำนวณ การทำซ้ำ %Duplicate

$$\%\text{Duplicate} = \left|\left[\frac{(P_s - P_{Dup})}{((P_s + P_{Dup}) \times 2)}\right] \times 100\right|$$

P_s คือ ค่าฟอสฟอรัสที่วัดได้จากตัวอย่างที่ 10

P_{Dup} คือ ค่าฟอสฟอรัสที่วัดได้จากตัวอย่างที่ทำ Duplicate

สูตรคำนวณ %Recovery

$$\%\text{Recovery} = \left[\frac{P_{\Re} - (Wt_{\Re} \times P_{Dup})}{Wt_{Dup} \times C_{spiked}s.}\right] \times 100$$

$P_{\Re}$ คือ ค่าฟอสฟอรัสที่วัดได้จากตัวอย่างที่ทำ Recovery

$Wt_{\Re}$ คือ น้ำหนักของตัวอย่างที่ทำ Recovery

P_{Dup} คือ ค่าฟอสฟอรัสที่วัดได้จากตัวอย่างที่ทำ Duplicate

Wt_{Dup} คือ น้ำหนักตัวอย่างที่ทำ Duplicate

$C_{spiked}s.$ คือ ความเข้มข้นที่ใช้ spiked ลงไปในตัวอย่าง

บทที่ 3

ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

3.1 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) และเทคนิค Photometric

การวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัส (available P_2O_5) ในปุ๋ย ด้วยเทคนิค Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) และเทคนิค Photometric จากตัวอย่างปุ๋ยทั้งหมด 71 ตัวอย่าง ที่ได้จากการส่งตัวอย่างปุ๋ยมาตรวจวิเคราะห์ฟอสฟอรัสที่หน่วยเครื่องมือกลาง ของผู้ใช้บริการจากหน่วยงานต่างๆทั้งภาครัฐและเอกชน ในแต่ละสัปดาห์ เป็นระยะเวลา 5 สัปดาห์ ทำให้จำนวนตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ในแต่ละสัปดาห์จึงไม่เท่ากันขึ้นกับจำนวนผู้ใช้บริการและจำนวนตัวอย่างที่ส่งมาวิเคราะห์ในแต่ละสัปดาห์ โดยจะรวบรวมตัวอย่างปุ๋ยสำหรับตรวจวิเคราะห์ฟอสฟอรัส สัปดาห์ละ 1 ครั้ง และในแต่ละครั้งของการวิเคราะห์จะมีการควบคุมคุณภาพในทุกๆ 10% ของตัวอย่าง โดยการทำซ้ำ (%duplicate) คำนวณหา % recovery โดยการ spike sample ที่ความเข้นข้นของ P 10 ppm และอ่านค่า blank โดยที่มีเกณฑ์การยอมรับ ดังนี้ % duplicate ไม่เกิน 10% , %recovery อยู่ระหว่าง 90-110% , ค่าของ blank น้อยกว่าค่า LOD ซึ่งผลการทดลองการควบคุมคุณภาพทั้งหมดอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ และผลการทดลองเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ทั้งสองวิธี ในสัปดาห์ต่างๆ แสดงในตารางที่ 4-8

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 1

ตัวอย่างที่	P_2O_5 (% w/w)	
	เทคนิค ICP-OES	เทคนิค Photometric
1	25.58	24.80
2	4.84	4.63
3	35.26	32.61
4	9.03	7.77
5	23.17	22.22
6	6.14	6.68
7	9.52	10.55
8	22.18	21.04
9	6.96	7.69
10	5.05	8.27
11	6.94	8.67

ตารางที่ 4 (ต่อ)

ตัวอย่างที่	P_2O_5 (% w/w)	
	เทคนิค ICP-OES	เทคนิค Photometric
12	5.86	7.71
13	5.38	7.74
14	5.00	5.15
15	3.49	5.25

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 2

ตัวอย่างที่	P_2O_5 (% w/w)	
	เทคนิค ICP-OES	เทคนิค Photometric
1	5.38	5.00
2	0.61	0.00
3	4.47	4.83
4	4.69	5.10
5	7.26	7.97
6	17.55	17.13
7	9.34	10.06
8	7.40	7.48
9	4.53	4.77
10	18.18	16.59
11	14.55	15.10
12	28.62	30.79
13	14.96	13.98
14	3.25	3.09
15	10.38	10.40
16	0.03	0.00
17	3.97	4.10
18	27.23	24.11
19	6.90	7.10
20	4.91	7.05

ตารางที่ 5 (ต่อ)

ตัวอย่างที่	P_2O_5 (% w/w)	
	เทคนิค ICP-OES	เทคนิค Photometric
21	15.17	15.10
22	8.01	8.42
23	16.24	18.13
24	7.07	7.32
25	12.26	13.56
26	18.55	19.19
27	3.31	3.44
28	9.31	9.69
29	3.96	4.15
30	8.50	9.48
31	0.02	0.00
32	0.03	0.00
33	5.03	6.96
34	5.44	7.95
35	5.45	7.73
36	6.20	7.17
37	5.57	6.57
38	4.75	7.04

ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 3

ตัวอย่างที่	P_2O_5 (% w/w)	
	เทคนิค ICP-OES	เทคนิค Photometric
1	6.17	5.63
2	3.85	3.83
3	9.48	8.82
4	21.28	18.27
5	15.19	15.74
6	7.15	7.50
7	5.50	5.93
8	4.16	5.81

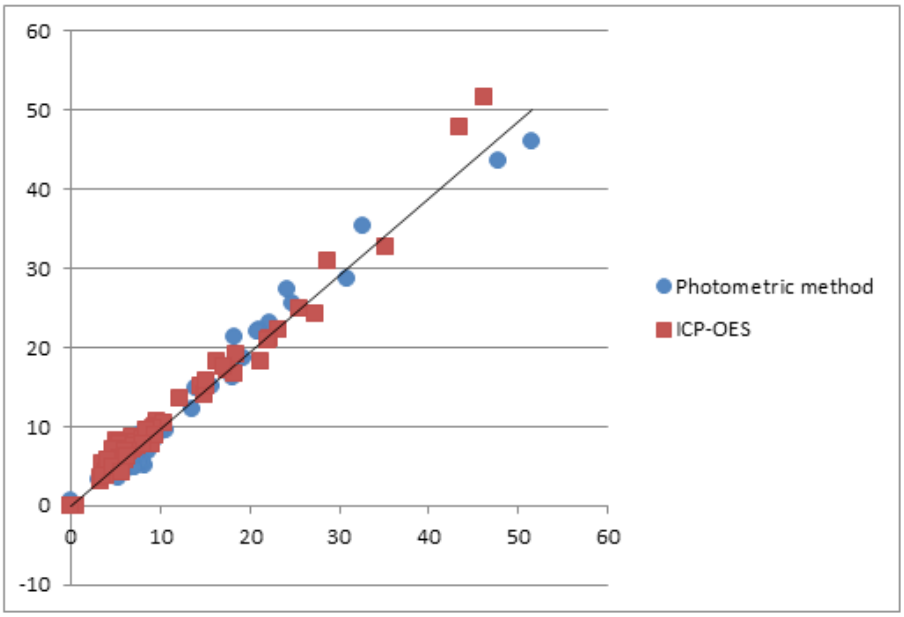
ตารางที่ 7 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 4

ตัวอย่างที่	P_2O_5 (% w/w)	
	เทคนิค ICP-OES	เทคนิค Photometric
1	22.06	20.92
2	3.60	3.67
3	4.76	4.90
4	8.10	7.85
5	6.54	6.75
6	6.13	6.91
7	43.50	47.75

ตารางที่ 8 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric ในสัปดาห์ที่ 5

ตัวอย่างที่	P_2O_5 (% w/w)	
	เทคนิค ICP-OES	เทคนิค Photometric
1	46.15	51.50
2	5.65	4.21
3	6.35	6.29
4	17.14	17.59

จากการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสในปุ๋ยจำนวน 71 ตัวอย่าง โดยใช้เทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric สามารถนำมาเปรียบเทียบโดยการเขียนกราฟการกระจายตัวของค่าฟอสฟอรัสที่ได้ในตัวอย่างปุ๋ย ทั้ง 71 ตัวอย่าง ในรูปที่ 1



รูปที่ 1 กราฟการกระจายตัวของค่าฟอสฟอรัสในปุ๋ย 71 ตัวอย่าง จากเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric

3.2 ผลการวิเคราะห์ค่าความแปรปรวนจากตัวอย่างทั้งหมด

<u>กำหนดสมมุติฐานทางสถิติ</u>

H_0: ผลของ available phosphate ในปุ๋ยของแต่ละเทคนิคไม่แตกต่างกัน

H_1: ผลของ available phosphate ในปุ๋ยของแต่ละเทคนิคแตกต่างกัน

$\alpha = 0.05$

ในการหา available phosphate ในปุ๋ยทั้ง 71 ตัวอย่าง โดยใช้เทคนิค ICP-OES และเทคนิค photometric ให้ค่าทางสถิติ (t-test) เท่ากับ 1.769 และมีค่านัยสำคัญทางสถิติ (2-tailed) เท่ากับ 0.081 มากกว่า 0.05 ดังนั้น จากการทดสอบสามารถสรุปได้ว่า ผลของ available phosphate ในปุ๋ยของแต่ละเทคนิคไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 ดังตารางที่ 9

ตารางที่ 9 ผลทางสถิติเปรียบเทียบระหว่างเทคนิค ICP-OES และเทคนิค Photometric

เทคนิคการทดสอบ	N	$\bar{x}$	SD.	t	Sig.
ICP-OES	71	9.9239	8.44873	-1.769	0.081
Photometric	71	10.1885	8.36870		

3.3 วิจารณ์ผลการทดลอง

จากการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสในตัวอย่างปุ๋ยที่ได้จากการส่งตัวอย่างปุ๋ยมาตรวจวิเคราะห์ที่หน่วยเครื่องมือกลาง ของผู้ใช้บริการจากหน่วยงานต่างๆ ทั้งภาครัฐและเอกชน ในแต่ละวัน โดยที่จะรวบรวมปุ๋ยเพื่อตรวจวิเคราะห์ฟอสฟอรัส สัปดาห์ละ 1 ครั้ง ทุกๆ สัปดาห์ เป็นระยะเวลา 5 สัปดาห์ รวมตัวอย่างปุ๋ยทั้งหมดจำนวน 71 ตัวอย่าง ตัวอย่างปุ๋ยมาวิเคราะห์ในแต่ละสัปดาห์จึงไม่เท่ากันขึ้นกับจำนวนผู้ใช้บริการที่มาส่งตัวอย่าง โดยในแต่ละสัปดาห์ทำการศึกษาปริมาณฟอสฟอรัสเทียบกันทั้งสองวิธี คือใช้เทคนิค Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) และเทคนิค photometric ซึ่งเป็นวิธีทดสอบที่ดัดแปลงมาจากวิธีมาตรฐานและเป็นวิธีทดสอบเดิมที่หน่วยฯ ใช้วิเคราะห์อยู่ พบว่าจากการนำค่า available phosphate ที่ได้จากทั้งสองวิธี มาทดสอบความแปรปรวน โดยใช้ค่าสถิติ T-test ได้ผลตามตารางที่ 9 พบว่า ค่าเฉลี่ยของตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และเทคนิค photometric มีค่า 9.9239 และ 10.1885 ตามลำดับ ค่า T-test เท่ากับ 1.769 มีนัยสำคัญทางสถิติ ที่ระดับ 0.081 ซึ่งมีค่ามากกว่า 0.05 แสดงว่า ผลของ available phosphate ในปุ๋ยของแต่ละเทคนิคไม่แตกต่างกันที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ดังแสดงผลในกราฟรูปที่ 1

จากผลทางสถิติ การวิเคราะห์ฟอสฟอรัสในปุ๋ยทั้งสองเทคนิค ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ แสดงว่า สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยโดยใช้วิธี ICP-OES แทนวิธี photometric เดิมได้ ซึ่งสามารถเตรียมตัวอย่างและสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้พร้อมๆ กัน ครั้งละหลายๆ ตัวอย่าง ทำให้สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างเสร็จภายในเวลาไม่เกิน 1 สัปดาห์ ประหยัดทรัพยากร ลดขั้นตอนในการวิเคราะห์ ที่สำคัญสามารถลดความผิดพลาด ที่เกิดขึ้นเนื่องจากสีของปุ๋ยได้ ทำให้สร้างความน่าเชื่อถือ ความเชื่อมั่นให้กับผู้ใช้บริการอีกด้วย

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

ในการเปรียบเทียบวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัส (Available P_2O_5) ในปุ๋ย ระหว่างเทคนิค Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) ซึ่งมีความสะดวก รวดเร็ว ประหยัดทรัพยากร ที่สำคัญลดสิ่งรบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ และลดความผิดพลาดของการวิเคราะห์ได้เป็นอย่างดี กับเทคนิคเดิมคือ เทคนิคโฟโตเมตริกซ์ (Photometric Method) ซึ่งจะใช้เวลานานในแต่ละขั้นตอนของการวิเคราะห์ ที่สำคัญสีในตัวอย่างปุ๋ยจะรบกวนการเกิดสีของฟอสฟอรัสในการวิเคราะห์อีกด้วย โดยศึกษาจากการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสในตัวอย่างปุ๋ย 71 ตัวอย่าง และนำผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งสองวิธี ไปประเมินค่าทางสถิติ แบบ T-test พบว่า มีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับ 0.081 ซึ่งมากกว่า 0.05 แสดงว่าการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งสองวิธีไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% แสดงให้เห็นว่า สามารถใช้ Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) ในการวิเคราะห์หา available phosphate ในปุ๋ยแทนเทคนิคเดิมได้

จากสรุปผลการศึกษา สามารถใช้ปรับปรุงวิธีการวิเคราะห์ฟอสเฟตในปุ๋ยโดยการเตรียมตัวอย่างปุ๋ย ตามวิธีการดำเนินการในหัวข้อ 2.2 เรื่องการเตรียมตัวอย่างปุ๋ย และนำตัวอย่างปุ๋ยที่เตรียมได้มาวิเคราะห์โดยเทคนิค ICP-OES ตามรายละเอียดในหัวข้อ 2.4 เรื่องวิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค ICP-OES ซึ่งเทคนิคที่ปรับปรุงใหม่ เรียกว่า In house method based on official method of Analysis of AOAC International 20th Edition, 2016 (Method 960.03)

ภาคผนวก

AOAC official method 960.03

Phosphorus <Available> in Fertilizers

First Action 1960

Final Action 1964

D. Spectrophotometric Molybdivanadophosphate Method <Final Action 1961>

<Not applicable to materials yielding colored solution or solution containing ions other than orthophosphate which from colored complexes with molybdovanadate . Not recommended For basic slag.>

Prepare standard curve as in 958.01C Using photometer,958.01A

Pipet, into 100 mL volumetric flask, 5 mL Aliquots standard phosphate solution containing 2 and 3.5 mg P_2O_5/aliquot,respectively, add 2 mL 70% $HClO_4$ and develop color.adjust instrument to zero A for 2mg standard and determine A of 3.5 mg standard.<A of letter must be practically identical with corresponding value on standard curve.>

Prepare test solution as in B

a. Product containing up to 5% P_2O_5—Pipet 10 mL test solution inti 125 mL Erlenmeyer, and treat by one of following method: <1> Add 5 ml 20% $NaClO_3$ solution and 10 mL
HNO_3-$HClO_4$ mixture , A<a> Boli gently until greenish-yellow color disappears <ca 20 min>, cool and 2 mL HCl. After vigorous reaction subsides, evaporate to fumes of HCLO4,and fume 2 mL. <2> Add 5 ml ternary mixture, A<b>,swirl, boil gently 15 min, and digest at 150 -200 C until clear white salt or colorless solution remains. Evaporate to white fumes and continue heating 5 min. Cool, Add 15 mL H_2O, and boil 5 min, Tranfer to 100 mL volumetric flask , dilute to 50 mL ,swirl , and cool to room temperature. Add 5 ml standard phosphate solution containing 2 mL P_2O_5 and 20 mL modifired molybdovanadate solution, A<c> . Dilute to 100 mL an continue
b. Product containing more than 5% P_2O_5---Dilute testsolution to such volume that 5-10 mL aliquot contain 2-5 mL P_2O_5. Digest as in <a> <1> or <2>.Without adding standard phosphate solution, continue as in <a>

การควบคุมคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการ (Internal Quality Control)

1. ความหมาย

การควบคุมคุณภาพภายในปฏิบัติการ (Internal quality control :IQC) หมายถึง การดำเนินการของห้องปฏิบัติการในการเฝ้าระวัง ตรวจสอบความถูกต้องของการทดสอบ เพื่อให้เกิดความน่าเชื่อถือของผลการทดสอบก่อนรายงานผล

2. วัตถุประสงค์

การควบคุมคุณภาพภายในปฏิบัติการ มีวัตถุประสงค์เพื่อสร้างความเชื่อมั่นในผลการทดสอบว่ามีความเที่ยง และความแม่นยำ และเป็นการควบคุมไม่ให้ผลการทดสอบเบี่ยงเบนไปจากมาตรฐานที่กำหนด

2.1 วิธีการควบคุมคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการ การควบคุมคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการ โดยการวิเคราะห์ตัวอย่างควบคุมต่างๆ ดังนี้

2.1.1 การวิเคราะห์ Certified Reference Materials (CRM) Certified Reference Materials (CRM) เป็นวัสดุ หรือสารอ้างอิงมาตรฐานที่ ได้รับการรับรอง โดยการดำเนินการที่ถูกต้องทางวิชาการ และสามารถสอบกลับ (traceable)ไปยังมาตรฐานระหว่างประเทศ (International Standard : SI unit) ได้ การวิเคราะห์ Certified Reference Materials เป็นการทวนสอบให้แน่ใจว่าค่าที่ได้จากการทดสอบ สารมาตรฐานที่เตรียมขึ้นเอง มีความถูกต้อง

1.เกณฑ์การยอมรับ : ± 10 % ของค่าจริง (true value) หรือพิจารณาจาก % ความถูกต้อง ซึ่งคำนวณได้จากสูตร

$$\% \text{ ความถูกต้อง} = \frac{\text{ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์} \quad \times 100}{\text{ค่าจริง}}$$

2.1.2 การวิเคราะห์ QC check standard (Instrument check standard)

การวิเคราะห์ QC check standard (Instrument check standard) แบ่งเป็น

2.1.2.1 Calibration Verification of Standad (CVS) หมายถึง สารมาตรฐาน จากแหล่งที่แตกต่างจากแหล่งที่ใช้เตรียมกราฟมาตรฐาน เช่น ผู้ผลิตที่ต่างกัน รุ่นการผลิต (batch) ที่ต่างกัน การใช้ CVS จะใช้ความเข้มข้นเดียว ที่ความเข้มข้นใกล้จุดกลางของ calibration range (กรณี range ของ calibration curve กว้าง จะเพิ่มจำนวนจุดที่ความเข้มข้นอื่น) และจะวิเคราะห์ CVS ก่อนเริ่มตัวอย่างชุดใหม่ หรือทุกๆ 10 ตัวอย่าง

2.เกณฑ์การยอมรับ : ± 10 % ของค่าจริง (true value) ค่าจริง (true value) หมายถึง ค่าที่ได้จากใบรับรอง หรือค่าที่คำนวณได้จากใบรับรอง

2.1.2.2 Continuing Calibration Standard (CCS) หมายถึง สารมาตรฐานที่ใช้สร้างกราฟมาตรฐาน โดยใช้ความถี่ และความเข้มข้นเช่นเดียวกับ CVS

เกณฑ์การยอมรับ : ± 5 % ของค่าจริง (true value) กรณี QC check standard เกินเกณฑ์การยอมรับ ต้องสร้างกราฟมาตรฐาน และวิเคราะห์ตัวอย่างในชุดทดสอบนั้นใหม่

2.1.3. การวิเคราะห์รีเอเจนต์ แบลงค์ หรือแบลงค์ของวิธีทดสอบ (reagent blank or method blank) การวิเคราะห์รีเอเจนต์ แบลงค์ หรือแบลงค์ของวิธีทดสอบ หมายถึง การวิเคราะห์ตัวอย่างที่ปราศจากสิ่งที่ต้องการวิเคราะห์ เตรียมโดยใช้น้ำกลั่นและนำไปผ่านกระบวนการเช่นเดียวกับการเตรียมตัวอย่างที่เราจะวิเคราะห์ โดยใช้ reagent เครื่องแก้ว และเครื่องมือเดียวกันกับการวิเคราะห์ตัวอย่าง การวิเคราะห์แบลงค์ชนิดนี้ เพื่อให้แน่ใจว่าสัญญาณทั้งหมดที่เกิดขึ้น เป็นสิ่งที่ต้องการวิเคราะห์ ไม่ใช่จาก reagent หรือจากสิ่งอื่นๆที่ใช้ในการวิเคราะห์ประโยชน์ของ รีเอเจนต์ แบลงค์ หรือแบลงค์ของวิธีทดสอบ เพื่อชี้บ่งและแก้ไขความคลาดเลื่อนจากระบบ (systematic error) ที่มาจากความไม่บริสุทธิ์ของรีเอเจนต์ การปนเปื้อนจากเครื่องแก้วหรือเครื่องมือ การวิเคราะห์แบลงค์ จะวิเคราะห์ทุกๆ 10-20 % ของจำนวนตัวอย่างในแต่ละชุดตัวอย่าง และถ้าวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีความเข้มข้นสูง ๆ อาจต้องวิเคราะห์แบลงค์ตามทันที เพื่อป้องกันการปนเปื้อนจากตัวอย่างนั้นไปยังตัวอย่างถัดไป

2.1.4 การวิเคราะห์ spiked sample หรือ การหา % recovery

การเตรียม spiked sample ทำได้โดยการเติมสารมาตรฐานความเข้มข้นสูงๆปริมาณน้อยๆลงในตัวอย่าง (ไม่เกิน 2 % ของปริมาตรตัวอย่าง) เพื่อตรวจสอบ analyte recovery ใน sample matrix หรือถ้ามีการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มี matrix ที่แตกต่างไป จะเป็นการทวนสอบปริมาณสารรบกวน สารมาตรฐานที่ใช้ควรมาจากคนละแหล่งกับที่ใช้เตรียมกราฟมาตรฐาน และ spiked sample ควรอยู่ในช่วงเดียวกันกับตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์

วิธีการเตรียม spiked sample

1. แบ่งสารละลายตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ออกเป็น 2 ส่วน เท่าๆกัน ในปริมาณที่เท่ากับที่ใช้ในการตรวจวิเคราะห์ ส่วนแรกใช้เป็นตัวอย่างปกติ ไม่ได้เติมสารมาตรฐานลงไป เรียกว่าตัวอย่างเริ่มต้น (original sample) อีกส่วนหนึ่งนำมาเติมสารมาตรฐานที่ทราบปริมาณที่แน่นอนลงไป ส่วนนี้เรียกว่า spiked sample

2. เตรียมตัวอย่างทั้ง 2 ส่วนตามขั้นตอนการวิเคราะห์

3. หา % recovery จากสูตร

$$\%\ \text{recovery} = \frac{(\text{ความเข้มข้นของ spiked sample} - \text{ความเข้มข้นของตัวอย่างเริ่มต้น}) \times 100}{\text{ความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่เติมลงไป}}$$

เกณฑ์การยอมรับ : 90-110 %

2.1.5 การวิเคราะห์ซ้ำในตัวอย่างเดียวกัน (duplicate analysis pair) การวิเคราะห์ซ้ำในตัวอย่างเดียวกัน หมายถึง การวิเคราะห์ตัวอย่างเดียวกันจำนวน 2 ครั้ง เพื่อทดสอบความแม่นยำของผู้ที่ทำการทดสอบ หลังจากนั้นนำผลการทดสอบมาคำนวณหา % ความแตกต่างสัมพัทธ์ (% Relative Percent Difference : RPD)

$$\%\ \text{ความแตกต่างสัมพัทธ์} = \frac{(\text{ผลการทดสอบครั้งที่ } 1 - \text{ผลการทดสอบครั้งที่ } 2) \times 100}{\text{ค่าเฉลี่ยของผลการทดสอบทั้ง 2 ครั้ง}}$$

เกณฑ์การยอมรับ : 10 %

2.1.6 การวิเคราะห์ check หรือ control sample การวิเคราะห์ check หรือ control sample หมายถึง ตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์แล้ว มีความคงสภาพ และความสม่ำเสมอ (homogeneity) นำมาทดสอบแทรกเข้าไปในชุดตัวอย่าง

เกณฑ์การยอมรับ : ระบุเกณฑ์ % ความแตกต่างจากค่าจริง หรือ % ความถูกต้อง หรือเมื่อผลการทดสอบอยู่ในเกณฑ์ควบคุม

2.1.7 การตรวจสอบสมรรถนะของเครื่องมือการตรวจสอบสมรรถนะของเครื่องมือ ใช้สำหรับการทดสอบที่ต้องอาศัยเครื่องมือหลัก ได้แก่ Spectrophotometer และ Atomic Absorption Spectrophotometer ทำได้โดยพิจารณาจากช่วงความเป็นเส้นตรง หรือใช้วิธีอื่นที่เหมาะสม ผู้ทดสอบจะใช้สารมาตรฐาน 3-5 ความเข้มข้น แล้วพิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง โดยดูจากค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient : r) หรือค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ(coefficient of determination : R^2)

เกณฑ์การยอมรับ : ค่า r ต้องไม่น้อยกว่า 0.995 และ R^2 ไม่น้อยกว่า 0.990

การวิเคราะห์ความแปรปรวน (Analysis of Variance, ANOVA)

การวิเคราะห์ความแปรปรวน เป็น วิธีการทดสอบความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยประชากร / กลุ่มตั้งแต่ 3 กลุ่มขึ้นไป โดยการทดสอบเพียงครั้งเดียว ซึ่งหลักเกณฑ์สำคัญที่ใช้ในการทดสอบสมมติฐาน คือ การแยกความแปรปรวนทั้งหมดของข้อมูลออกตามสาเหตุที่ทาให้ข้อมูลแตกต่างกัน โดยแยกเป็นความแปรปรวนระหว่างกลุ่ม และความแปรปรวนภายในกลุ่มเดียวกัน

ความแปรปรวนทั้งหมด = ความแปรปรวนระหว่างกลุ่ม + ความแปรปรวนภายในกลุ่ม

การวิเคราะห์ความแปรปรวนจะพิจารณาจากอัตราส่วนของความแปรปรวนระหว่างกลุ่ม และความแปรปรวนภายในกลุ่มเดียวกัน โดยมีหลักการ ดังนี้

- เมื่ออัตราส่วนมีค่าน้อย กว่าค่าวิกฤตในตาราง F แสดงว่าความแปรปรวน ระหว่างกลุ่มและความแปรปรวน ภายในกลุ่มเดียวกันมีค่าใกล้เคียงกัน การทดสอบสมมติฐานจึงไม่มีนัยสำคัญ

ดังนั้นค่าเฉลี่ยของกลุ่มทุกกลุ่มไม่แตกต่างกัน

- เมื่ออัตราส่วนมีค่ามาก กว่าค่าวิกฤตในตาราง F แสดงว่าความแปรปรวนระหว่างกลุ่มมีมากเมื่อเทียบกับความแปรปรวนภายในกลุ่มเดียวกัน การทดสอบสมมติฐานจึงมีนัยสำคัญ ดังนั้น

ค่าเฉลี่ยของประชากรจะต่างกัน โดยมีค่าเฉลี่ยอย่างน้อย 1 คู่ที่แตกต่างกัน

การวิเคราะห์แหล่งของความแปรผันที่ทำให้ข้อมูลมีค่าแตกต่างกัน อาจจะมีเพียงปัจจัยเดียวหรือหลายปัจจัย ประกอบด้วยการทดลองหลายระดับ (level) ในการวิเคราะห์ความแปรปรวนเพื่อทดสอบความแตกต่างของข้อมูลที่ได้รับปัจจัยที่ต่างระดับกัน จะทำโดยการสร้างตารางการวิเคราะห์ความแปรปรวน (Analysis of Variance Table) ซึ่งเรียกย่อๆ ว่า ANOVA เพื่อทดสอบความแตกต่างดังกล่าว

การวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบมีปัจจัยเดียว (ANOVA-Single Factor / One-wayANOVA) เป็นการจำแนกข้อมูลด้วยตัวแปรหรือปัจจัยเพียงตัวเดียว คือวิเคราะห์ความแตกต่างของข้อมูล โดยพิจารณาจากปัจจัยที่มีผลกระทบต่อข้อมูลพียงปัจจัยเดียว หรือเป็นการวิเคราะห์ความแตกต่างกันของระดับต่างๆ ของปัจจัยนั่นเอง ดังนั้นวัตถุประสงค์ของการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบมีปัจจัยเดียว คือ ทดสอบความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยของประชากรที่ได้รับปัจจัยที่ต่างระดับกันตั้งแต่ 3 ระดับขึ้นไปนั่นคือเพื่อเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยประชากรตั้งแต่ 3 ประชากรขึ้นไป (กัลยา วานิชย์บัญชา ,2540)

การเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยประชากรโดยการทดสอบสมมติฐานนั้น จะต้องเก็บข้อมูลตัวอย่างหรือทำการทดลองโดยการกำหนดระดับของปัจจัยให้แก่หน่วยทดลอง (Experimental Unit) อย่างสุ่ม โดยที่จะเรียกปัจจัยว่า สิ่งทดลอง หรือ ทรีทเม้นต์ (Treatment) ดังนั้น ทรีทเม้นต์คือปัจจัยที่ทำให้ข้อมูลแตกต่างกัน หรือ ทรีทเม้นต์ หมายถึง วิธีการหรือลักษณะ ต่างๆ ที่ต้องการเปรียบเทียบ โดยข้อมูลที่นำมาเปรียบเทียบจะวัดได้จากหน่วยทดลอง

Descriptives

ผลการวิเคราะห์ค่าความแปรปรวนจากตัวอย่างทั้งหมด

กำหนดสมมุติฐานทางสถิติ

H0: ผลของ available phosphate ในปุ๋ยของแต่ละเทคนิคไม่แตกต่างกัน

H1: ผลของ available phosphate ในปุ๋ยของแต่ละเทคนิคแตกต่างกัน

$\alpha = 0.05$

Paired Samples Statistics

		Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1	ICP	9.9239	71	8.44873	1.00268
	Spectro	10.1885	71	8.36870	.99318

Paired Samples Correlations

		N	Correlation	Sig.
Pair 1	ICP & Spectro	71	.989	.000

Paired Samples Test

		Paired Differences					t	df	Sig. (2-tailed)
		Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference Lower	Upper			
Pair 1	ICP - Spectro	-.26451	1.25967	.14950	-.56267	.03365	-1.769	70	.081

เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1 spectrophotometer หรือ Spectroquant

เครื่องวัดความเข้มแสง(spectrophotometer)ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาไปมากมีทั้งแบบอนาล็อก แบบดิจิตอล รวมทั้งแบบดิจิตอลที่ทำงานโดยอัตโนมัติที่มีระบบไมโครโพรเซสเซอร์ควบคุมการทำงาน ดังรูปที่ 5

รูปที่ 2 Spectroquant® NOVA 60/60 A

Spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้วัดปริมาณของ สารเคมี ชีวโมเลกุล รวมถึงจุลชีพทั้งหลาย โดยใช้หลักการวัดปริมาณของแสงที่ตัวอย่างดูดกลืนเข้าไป ตัวเครื่องประกอบด้วยแหล่งกำเนิดแสง (Light source) เลนส์ หรือกระจกรับแสง (Lens or Mirror) ตัวแยกความยาวคลื่น (Monochromator) และ ตัวตรวจจับสัญญาณ (Detector)

แหล่งกำเนิดแสงทำหน้าที่ให้แสงผ่านตัวอย่าง แหล่งกำเนิดแสงที่ดีควรให้แสงที่มีความเข้มสม่ำเสมอ และนิ่งตลอดความยาวคลื่นที่ใช้งาน ปัจจุบันแหล่งกำเนิดแสงที่นิยมนำมาใช้มีหลากหลายชนิดยกตัวอย่างเช่น Deuterium Arc (190-420 nm), Tungsten (350-2500 nm), และ Xenon Lamp (190-800 nm) อีกส่วนประกอบหนึ่งที่สำคัญนั้นคือตัวตรวจจับสัญญาณ สำหรับเครื่องตรวจวัดที่นิยมใช้ ได้แก่ PMT (photomultiplier tube), diode arrays และ CCDs (charge coupled devices) เครื่อง จะทำการบันทึกค่าความยาวคลื่นร่วมกับค่ามุมของแต่ละความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืน ในการวัดตัวอย่างจะใช้ cuvette ซึ่งลักษณะเป็นหลอดสี่เหลี่ยมเล็กทำจากแก้ว พลาสติก หรือควอตซ์ ซึ่งแต่ละชนิดมีข้อดีแตกต่างกันคือ cuvette ที่ทำจากควอตซ์จะมีราคาแพงแต่สามารถวัดได้ทีความ-

ยาวคลื่นได้ทั้ง UV-vis ขณะที่ cuvette ที่ทำจากพลาสติก หรือแก้วจะวัดได้แค่แสงสีขาว (vis) เท่านั้น

ปัจจุบันมีการพัฒนาเครื่อง Spectrophotometer ให้ใช้ตัวอย่างที่มีปริมาณน้อยพร้อมกับความมีประสิทธิภาพในการทำงานสูงนั้นทำให้นำไปสู่ระบบที่เรียกว่า Cuvette-less spectrophotometer ซึ่งใช้ปริมาณของตัวอย่างที่วัดในระดับ microliter และให้ความถูกต้องแม่นยำ

Spectrophotometer แบ่งออกเป็น 3 กลุ่มใหญ่คือ การวัดแสงที่เปล่งออกมา (emission light) การวัดแสงที่ถูกดูดกลืน (absorption light) และการวัดแสงฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence light) ที่เปล่งออกมา

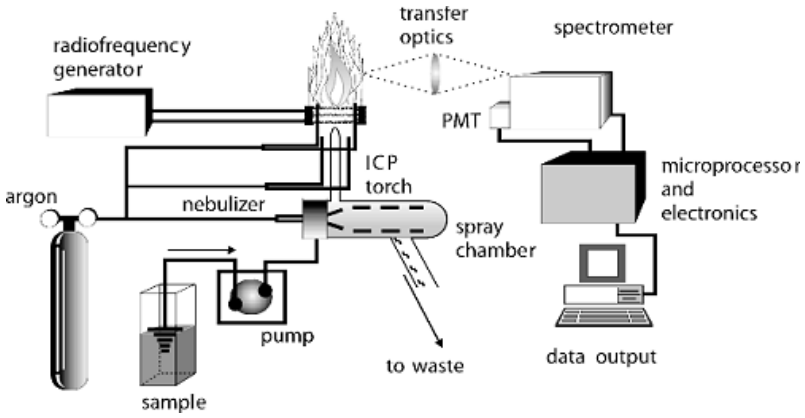
2 ICP-OES (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer)

ICP-OES เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุได้พร้อมกันหลายธาตุในเวลาเดียวกัน (Simultaneous)โดยการวัดค่าการคายคลื่นแสง (Atomic emission) ที่เกิดขึ้น ซึ่งสามารถวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักและแร่ธาตุได้กว่า 70 ธาตุ สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ การวัดตัวอย่างตัวเครื่องมีระบบนำเข้าสารตัวอย่างอัตโนมัติ (Auto sampler) ควบคุมการทำงานและรายงานผลการวิเคราะห์ด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ ดังรูปที่ 6

รูปที่ 3 ICP-OES (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer) รุ่น Optima 4300 DV

เครื่อง ICP-OES สามารถวัดสเปกตรัมแสงในช่วงทั้งความยาวคลื่นที่ตาสามารถมองเห็นได้และช่วงอุลตร้าไวโอเลต (Visible and Ultraviolet Region) โดยใช้หลักการอะตอมมิคอิมิสชั่น (Atomic Emission , AE) คืออะตอมของธาตุแต่ละธาตุที่มีนิวเคลียร์เป็นศูนย์กลางและมีอิเล็กตรอนอยู่โดยรอบ เมื่อมีการให้พลังงานถ่ายเทเข้าสู่อะตอมจำนวนมาก เช่น การให้พลังงานความร้อน หรือคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าพลังงานสูง พลังงานเหล่านี้ที่ให้เข้าไปจะเข้าไปกระตุ้นให้อิเล็กตรอนที่อยู่ภายในอะตอมเปลี่ยนสภาพจากที่เคยอยู่ในสภาวะพื้น (Ground state) ให้เข้าสู่ช่วงระดับพลังงานสูง (Excited state) กระบวนการนี้เรียก (Atomic Absorption , AA) แต่อิเล็กตรอนนั้นไม่สามารถที่จะอยู่ในระดับสภาวะที่มีพลังงานสูงได้นาน ดังนั้นอิเล็กตรอนจะพยายามที่จะทำให้ตัวของมันเองนั้นกลับมาอยู่ในสภาวะพื้นโดยการที่อิเล็กตรอนจะคายพลังงานออกมาเพื่อให้เข้าสู่สภาวะพื้น หรือเข้าสู้สภาวะที่มีพลังงานที่ต่ำกว่าเราเรียกกระบวนการนี้ว่า (Atomic Emission , AE) ซึ่งกระบวนการนี้

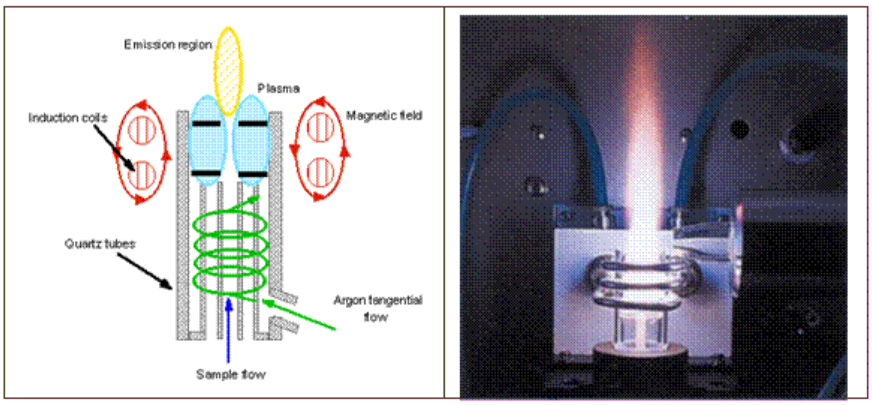
จะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว พลังงานที่คายออกมาจะเป็นรังสีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงสเปกตรัมต่างๆ โดยธาตุแต่ละชนิดที่ถูกกระตุ้นจะปล่อยสเปกตรัมที่แตกต่างกันออกไปตามแต่ชนิดของธาตุนั้นๆ ความเข้มของสเปกตรัมจะแปรผันตามจำนวนอะตอมที่ดูดพลังงานเข้าไป



รูปที่ 4 องค์ประกอบของเครื่อง ICP - OES

สำหรับคำว่า Inductively Coupled Plasma เป็นกระบวนการอย่างหนึ่งที่นำมาใช้สำหรับทำคบพลาสมา (Plasma Torch) ที่มีความร้อนสูงมากกว่าอุณหภูมิของเปลวไฟปกติทั่วไป โดยอุณหภูมิอยู่ในช่วงประมาณ 7,000–10,000 เคลวิน จึงสามารถทำให้ธาตุต่างๆ แตกตัว เป็นอะตอม เกิด Excitation (เปลี่ยนจากระดับพลังงานต่ำเป็นระดับพลังงานสูง) และเกิด Ionization (การแตกตัว) ของอะตอมโลหะได้เป็นอย่างดี

พลาสมา (Plasma) หมายถึง อะตอมหรือโมเลกุลของก๊าซที่เกิดการแตกตัวเป็นอิออนบวกและอิเล็กตรอน ซึ่งการแตกตัวนี้อาจแตกตัวหมดหรือแตกตัวเพียงบางส่วนก็ได้ ดังนั้นโดยทั่วไปแล้วพลาสมาก๊าซจึงประกอบด้วยโมเลกุล อะตอม Excited Atom อิออนบวกและอิเล็กตรอน



รูปที่ 5 คบพลาสมา (Plasma Torch)

เอกสารอ้างอิง

[1] บริษัท กิบไทย จำกัด [ออนไลน์].สืบค้นจาก:http://www.gibthai.com/services/technical_detail.php?ID=28 (วันที่สืบค้น 29 กุมภาพันธ์ 2559)

[2] ALL ABOUT ROSE [ออนไลน์] .สืบค้นจาก: http://www.allaboutrose.com/horticultural/miniral/phosphorus (วันที่สืบค้น 13 มีนาคม 2559)

[3] วิกิพีเดีย สารานุกรมเสรี.ปุ๋ย [ออนไลน์] สืบค้นจาก:https://th.wikipedia.org/wiki/%E0%B8%9B%E0%B8%B8%E0%B9%8B%E0%B8%A2(วันที่สืบค้น 17 มีนาคม 2559)

[4] จุไรรัตน์ มหาเทียน. ม.ป.ป. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ (method validation). [ออนไลน์]. สืบค้นจาก: http://reo06.mnre.go.th/home/images/upload/file/report/Jurairut070509.pdf (วันที่สืบค้น 20 มีนาคม 2559).

[5] International Fertilizer Industry Association [ออนไลน์] .สืบค้นจาก: http://www.fertilizer.org/

(วันที่สืบค้น 21 มีนาคม 2559)

[6] เว็บเพื่อพืชเกษตร,ม.ป.ป [ออนไลน์]. สืบค้นจาก: http://puechkaset.com/ (วันที่สืบค้น 22 มีนาคม 2559)

[7] Glassware Chemical, เครื่องแก้ว สารเคมี อุปกรณ์วิทยาศาสตร์ Laboratory Glassware, อุปกรณ์วิทยาศาสตร์, เครื่องแก้วในห้องปฏิบัติการ [ออนไลน์] .สืบค้นจาก: http://glasswarechemical.com/tag/icp-oes-%E0%B8%84%E0%B8%B7%E0%B8%AD/ (วันที่สืบค้น 25 มีนาคม 2559)

[8] สารานุกรมไทยสำหรับเยาวชน โดยพระราชประสงค์ในพระบาทสมเด็จพระเจ้าอยู่หัว เล่มที่ 18 ม.ป.ป [ออนไลน์]. สืบค้นจาก: https://web.ku.ac.th/schoolnet/snet6/envi2/subsoil/puy.htm (วันที่สืบค้น 1 เมษายน 2559)

[9] ปุ๋ยสั่งตัด Tailor-made fertilizer technology. ม.ป.ป. ปุ๋ย สารประกอบที่จำเป็นต่อการเจริญเติบโตของพืช. [ออนไลน์]. สืบค้นจาก: http://www.ssnm.info/know/ferti (วันที่สืบค้น 4 เมษายน 2559)

[10] นางนันทนา กันยานุวัฒน์ และนางนุชนาท นาคา. แนวทางการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบทางเคมีกรุงเทพฯ : สานักอุตสาหกรรมพื้นฐาน กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่, 2555.107 หน้า : ภาพประกอบ : ตาราง ; 30 ซม. รายงานวิชาการ ฉบับที่ สอพ 1/2555.

[11] ศิริพร กาทอง และ ดร.เฉลิม เรืองวิริยะชัย . (2557). การหาปริมาณไนโตรเจน ฟอสฟอรัส และโพแทสเซียมในปุ๋ยอินทรีย์น้ำ. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น.