

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี
ตามประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี
วิธีการทดสอบที่ 1.12.01 เพื่อการรับรอง ISO/IEC 17025 : 2005

Method Validation on Analysis of Water soluble Potassium in Chemical Fertilizers
follow the Notification of Ministry of Agriculture and Cooperatives Re: Prescribing the
method of analysis of chemical fertilizers, B.E. 2559, method 1.12.01
for accreditation to ISO/IEC 17025 : 2005

เยาวลักษณ์ แสงแก้ว¹ พิรุณ ตีระพัฒน์¹ สรัญญา ช่วงพิมพ์¹

บทคัดย่อ

การวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี เพื่อให้ผลวิเคราะห์มีความถูกต้อง แม่นยำ เชื่อถือได้ สามารถอ้างอิงได้ตามมาตรฐานสากล และเพื่อเป็นมาตรฐานเดียวกันของกรมวิชาการเกษตร ห้องปฏิบัติการจำเป็นต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 8 จึงปฏิบัติตามวิธีของประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี วิธีการทดสอบที่ 1.12.01 เพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ โดยศึกษาคุณลักษณะต่างๆ ดังนี้ 1) ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานของวิธีวิเคราะห์ (Range), 2) ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่จะนำมาใช้งาน (Linearity), 3) ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of detection, LOD) และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (Limit of quantification, LOQ), 4) ความถูกต้องของการวิเคราะห์ (Accuracy) ที่ปริมาณโพแทสเซียมระดับสูง กลาง และต่ำ, และ 5) ความแม่นยำของการวิเคราะห์ (Precision) ทั้งแบบ 5.1) การทวนซ้ำ (Repeatability precision) และ 5.2) แบบการทำซ้ำ (Intermediate precision) โดยวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified reference material, CRM) คือ Potassium chloride (BCR-113) และ Potassium dihydrogen phosphate (SRM 200b) ซึ่งมีปริมาณโพแทสเซียมทั้งหมดรับรอง 60.39 และ 34.61 % K_2O ตามลำดับ จากการศึกษาความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ พบว่า Range ที่ช่วงความเข้มข้น 0-18 mg/L มีความเป็นเส้นตรง โดยมีค่า Coefficient of Determination (R^2)= 0.9993 เลือกช่วงความเข้มข้น 0-15 mg/L เพื่อศึกษา Linearity พบว่ามีความเป็นเส้นตรง โดยมีค่า R^2 = 0.9997 LOD และ LOQ ได้ค่าเท่ากับ 0.50 และ 1.68 % K_2O ตามลำดับ Accuracy ที่ปริมาณโพแทสเซียมระดับสูง (BCR-113; 60.39 % K_2O) กลาง (SRM 200b; 34.61 % K_2O) และต่ำ (2.50 % K_2O เตรียมจาก BCR-113) ได้ผลวิเคราะห์เท่ากับ 59.92, 34.45 และ 2.48 % K_2O

¹ กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 8 กรมวิชาการเกษตร

ตามลำดับ โดยมี %Recovery เฉลี่ย เท่ากับ 99.23, 99.55 และ 99.28 % ตามลำดับ และ Precision ที่ ปริมาณโพแทสเซียมระดับสูง กลาง และต่ำ ประเมินด้วย Horwitz's equation (Horrat) พบว่า ค่า Horrat repeatability precision เท่ากับ 0.71, 0.59 และ 0.18 ตามลำดับ และ Horrat Intermediate precision เท่ากับ 0.60, 0.54 และ 0.36 ตามลำดับ ซึ่งผลวิเคราะห์ที่ได้ผ่านเกณฑ์การยอมรับตาม มาตรฐานสากล

Abstract

Analysis method of water soluble potassium in chemical fertilizers in order to achieve the result which is accurate, precise, reliable and referable to international standard, the analysis method validation is needed. The Fertilizers Analysis laboratory, Office of Agricultural Research and Development Region 8 has followed method of the Notification of Ministry of Agriculture and Cooperatives Re: Prescribing the method of analysis of chemical fertilizers, B.E. 2559, method 1.12.01. There were five characteristics assessed according to the Certified Reference Material (CRM). They are including 1) Range, 2) Linearity, 3) Limit of Detection (LOD) and Limit of Quantification (LOQ), 4) Accuracy and 5) Precision which can be divided into two categories; (1) repeatability precision and (2) intermediate precision. The validation used certified reference material (CRM): Potassium chloride (BCR-113) and Potassium dihydrogen phosphate (SRM 200b), CRM with Matrix sample (CRM + Matrix sample) were analyzed. Results of the assessment can be summarized as follow. The Range period was 0-18 mg/L. The Linearity was 0-15 mg/L. The LOD and LOQ were 0.50 and 1.68 % K₂O, respectively. The Accuracy at high, medium and low levels were 99.23, 99.55 and 99.28 % of mean recovery, respectively. The Precision were assessed by using Horwitz's ratio which are interpreted as HORRAT value. The HORRAT values for repeatability precision at high, medium and low levels were 0.71, 0.59 and 0.18, respectively. The HORRAT values for intermediate precision at high, medium and low levels were 0.60, 0.54 and 0.36, respectively. Most of the values achieved from the analysis were accepted when referred to the international standard.

บทนำ

กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 8 เป็นหน่วยงานให้บริการวิเคราะห์ดิน พืช น้ำ ปุ๋ย สารพิษตกค้าง และจุลินทรีย์ปนเปื้อนทางการเกษตร ของกรมวิชาการเกษตร ในส่วนภูมิภาค ซึ่งให้บริการกับเกษตรกร ผู้ประกอบการ เจ้าหน้าที่กรมวิชาการเกษตร หน่วยงานภาครัฐ และรัฐวิสาหกิจ กรมวิชาการเกษตรเป็นหน่วยงานภาครัฐที่มีหน้าที่กำกับดูแลพระราชบัญญัติปุ๋ย ซึ่งถ้าผู้ประกอบการหรือผู้จำหน่าย จำหน่ายปุ๋ยที่ไม่ตรงตามสูตรที่ระบุหรือขึ้นทะเบียนไว้ ผู้ประกอบการและผู้จำหน่ายก็จะมีคามผิดตามกฎหมาย การที่จะรู้ว่าปุ๋ยมีปริมาณธาตุอาหารรับรองตรงตามสูตรหรือไม่ จำเป็นต้องส่งตัวอย่างปุ๋ยวิเคราะห์กับห้องปฏิบัติการที่เชื่อถือได้ กล่าวคือ ห้องปฏิบัติการต้องให้ผลวิเคราะห์ต้องมีความถูกต้อง และแม่นยำ

การวิเคราะห์ปุ๋ยโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีของหน่วยงานในกรมวิชาการเกษตรจะปฏิบัติตามประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี วิธีการทดสอบที่ 1.12.01 จำเป็นต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์เสียก่อน เพื่อยืนยันความถูกต้องและแม่นยำของวิธีวิเคราะห์ โดยการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ซึ่งต้องตรวจสอบคุณลักษณะต่างๆ ดังนี้ ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานของวิธีวิเคราะห์ (Range) ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่จะนำมาใช้งาน (Linearity) ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of detection, LOD) และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (Limit of quantification, LOQ) ความถูกต้องของการวิเคราะห์ (Accuracy) และความแม่นยำของการวัด (Precision) แบบการทวนซ้ำ (Repeatability precision) และแบบการทำซ้ำ (Intermediate precision) (ทิพวรรณ, 2549, Eurachem, 2014) เพื่อให้เป็นไปตามมาตรฐานสากล และสามารถใช่วิธีการวิเคราะห์นี้เพื่อขอการรับรองมาตรฐานห้องปฏิบัติการในโอกาสต่อไป

วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์ สารเคมี

1. เครื่องมือวิทยาศาสตร์ และอุปกรณ์
 - 1.1 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Sartorius รุ่น BP221S, ED 224S, BSA224S-CW)
 - 1.2 เครื่อง Flame photometer (Sherwood รุ่น 410)
 - 1.3 เครื่องเขย่า (New Brunswick Scientific รุ่น Excella E10)
 - 1.4 ตู้อบลมร้อน
 - 1.5 Volumetric pipette (Vol. pipette) ขนาด 2, 3, 4, 5, 10 และ 50 ml
 - 1.6 Volumetric flask (Vol. flask) ขนาด 100, 250 และ 500 ml
 - 1.7 เครื่องแก้วและวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์

2. วัสดุอ้างอิงรับรอง และสารเคมี
 - 2.1 วัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified reference material, CRM)
 - Potassium chloride (KCl) (BCR-113, WK รับรอง 50.13 % K หรือ 60.39 % K_2O)
 - Potassium dihydrogen phosphate (KH_2PO_4) (SRM 200b, WK รับรอง 28.735 % K หรือ 34.61 % K_2O)
 - 2.2 Matrix sample (ตัวอย่างที่ไม่มีโพแทสเซียมเป็นองค์ประกอบหรือมีเล็กน้อย)
 - 2.3 Potassium chloride (KCl), AR grade
 - 2.4 Calcium carbonate ($CaCO_3$), AR Grade
 - 2.5 Hydrochloric acid (HCl) ความเข้มข้นประมาณ 36-38%, AR Grade
 - 2.6 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมความเข้มข้น 1000 mg/L สำหรับการสร้าง Calibration curve (1,000 mg/L K Std)
3. การเตรียมสารละลาย
 - 3.1 สารละลาย Suppressor
 - 3.1.1 ชั่ง Calcium carbonate 12.5 g ใส่ภาชนะขนาดประมาณ 1,000 ml เติมน้ำกลั่น ประมาณ 500 ml กวนให้เข้ากัน
 - 3.1.2 เติม Hydrochloric acid 105 ml ลงไปอย่างช้าๆ กวนให้ Calcium carbonate ละลาย (ปฏิบัติในตู้ดูดควัน)
 - 3.1.3 เติมน้ำกลั่นให้ได้ประมาณ 1,000 ml กวนให้เข้ากัน ตั้งไว้ให้เย็น ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ครบ 1,000 ml เขย่าให้เข้ากัน
 - 3.2 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 100 mg/L (100 mg/L K Std) : ปิเปต 1,000 mg/L K Std 10 ml ด้วย Volumetric pipette ถ่ายใส่ Volumetric Flask ขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ถ่ายใส่ขวดเก็บสารละลาย
 - 3.3 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 10 mg/L : ปิเปต 100 mg/L K Std 10 ml ด้วย Volumetric pipette ถ่ายใส่ Volumetric Flask ขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ถ่ายใส่ขวดเก็บสารละลาย
 - 3.4 Working standard solution ความเข้มข้น 0, 0.5, 3, 6, 9, 12 และ 15 mg/L
 - 3.4.1 Working standard solution 0.5 mg/L : ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 10 mg/L (ข้อ 3.3) 5 ml ด้วย Volumetric pipette ใส่ใน Volumetric Flask ขนาด 100 ml เติมสารละลาย Suppressor 10 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน นำไปสร้าง Calibration curve ตามข้อ 4.4
 - 3.4.2 Working standard solution 0, 3, 6, 9, 12 และ 15 mg/L : ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 100 mg/L (ข้อ 3.2) 0, 3, 6, 9, 12 และ 15 ml ด้วย

Volumetric pipette ใส่ใน Volumetric Flask ขนาด 100 ml เติมน้ำละลาย
Suppressor 10 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน นำไปสร้าง
Calibration curve ตามข้อ 4.4

4. วิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

4.1 ชั่งตัวอย่าง น้ำหนัก 0.25xx – 1.xxxx g ใส่กระดาษชั่งสาร (sample wt.) และถ่ายใส่
Volumetric Flask ขนาด 500 ml

4.2 เติมน้ำกลั่นประมาณ 200 ml เขย่าด้วยเครื่องเขย่า ที่ความเร็วรอบประมาณ 220 รอบ/นาที
นาน 1 ชั่วโมง ปรับปริมาตรให้ได้ 500 ml (take vol.) ด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน กรองใส่
ภาชนะด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (aliquot) จากข้อ 4.2 ปริมาตร 5 ml ใส่ Volumetric Flask
ขนาด 100 ml (total vol.) เติมน้ำละลาย Suppressor 10 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
เขย่าให้เข้ากัน

4.4 การสร้าง Calibration Curve : วิเคราะห์ Working standard solution (ข้อ 3.4) ด้วย
เครื่อง Flame Photometer โนโหมตการวิเคราะห์โพแทสเซียม สร้างกราฟความสัมพันธ์
ระหว่าง ความเข้มข้นของโพแทสเซียม (mg/L) (แกน x) กับค่าที่อ่านได้ (Intensity of
Emission)(แกน y)

4.5 การวิเคราะห์ตัวอย่างโดยนำสารละลายข้อ 4.3 วิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมด้วยเครื่อง
Flame Photometer นำค่าที่อ่านได้ไปเปรียบเทียบกับ Calibration Curve เพื่อหาปริมาณ
โพแทสเซียม (conc. from curve)

4.6 คำนวณปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ ตามสูตร

$$\% K_2O = \frac{(\text{conc. from curve}) \times \text{take vol.} \times \text{total vol.} \times 1.2046 \times 100}{1,000,000 \times \text{aliquot} \times \text{sample wt.}}$$

1.2046 คือ ค่าคงที่สำหรับเปลี่ยนปริมาณ % K เป็น % K₂O

5. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

5.1 ศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานของวิธีวิเคราะห์ (Range) ที่ความเข้มข้น 0-18
mg/L

เตรียมสารละลายโพแทสเซียมให้มีความเข้มข้น 0, 0.5, 3, 6, 9, 12, 15 และ 18 mg/L ดังนี้

5.1.1 เตรียมสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้น 10,000 mg/L

5.1.1.1 ชั่ง Potassium chloride 9.5339 g และ Matrix sample 0.4xxx – 0.5xxx
g จำนวน 1 ซ้ำ ถ่ายใส่ Volumetric flask ขนาด 500 ml

- 5.1.1.2 เติมน้ำกลั่นประมาณ 200 ml เขย่าด้วยเครื่องเขย่า ที่ความเร็วรอบประมาณ 220 รอบ/นาที นาน 1 ชั่วโมง ปรับปริมาตรให้ได้ 500 ml (take vol.) ด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน กรองใส่ภาชนะด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1
- 5.1.2 เตรียมสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้น 0.5 mg/L
- 5.1.2.1 ปิเปตสารละลายโพแทสเซียม 10,000 mg/L (ข้อ 5.1.1) 10 ml ใส่ Volumetric flask 100 ml ปรับปริมาตรและเขย่าให้เข้ากัน (สารละลายที่ได้มีปริมาณโพแทสเซียม 1,000 mg/L)
- 5.1.2.2 ปิเปตสารละลายโพแทสเซียมข้อ 5.1.2.1 ปริมาตร 5 ml ใส่ Volumetric flask 500 ml ปรับปริมาตรและเขย่าให้เข้ากัน (สารละลายที่ได้มีปริมาณโพแทสเซียม 10 mg/L)
- 5.1.2.3 ปิเปตสารละลายโพแทสเซียมข้อ 5.1.2.2 ปริมาตร 5 ml ใส่ Volumetric flask 100 ml เติมสารละลาย Suppressor 10 ml ปรับปริมาตรและเขย่าให้เข้ากัน (สารละลายที่ได้มีปริมาณโพแทสเซียม 0.5 mg/L)
- 5.1.3 เตรียมสารละลายโพแทสเซียมให้มีความเข้มข้น 0, 3, 6, 9, 12, 15 และ 18 mg/L
- 5.1.3.1 ปิเปตสารละลายโพแทสเซียม 10,000 mg/L (ข้อ 5.1.1) 0, 3, 6, 9, 12, 15 และ 18 ml ใส่ Volumetric flask 500 ml ปรับปริมาตรและเขย่าให้เข้ากัน (สารละลายที่ได้มีปริมาณโพแทสเซียม 0, 60, 120, 180, 240, 300 และ 360 mg/L ตามลำดับ)
- 5.1.3.2 ปิเปตสารละลายโพแทสเซียมข้อ 5.1.3.1 ความเข้มข้นละ 5 ml ใส่ Volumetric flask 100 ml เติมสารละลาย Suppressor 10 ml ปรับปริมาตรและเขย่าให้เข้ากัน (สารละลายที่ได้มีปริมาณโพแทสเซียม 0, 3, 6, 9, 12, 15 และ 18 mg/L ตามลำดับ)
- 5.1.4 วิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมด้วยเครื่อง Flame Photometer
- 5.1.5 สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มของแสง (Reading) (แกน y) และความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (แกน x)
- 5.1.6 พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง โดยพิจารณาจากค่า Correlation of determination (R^2) ≥ 0.995 (อุมาพร, 2556) เพื่อนำช่วงที่ได้มาศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่จะนำมาใช้งาน (Linearity)

5.2 ศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่นำมาใช้งาน (Linearity) ที่ความเข้มข้น 0-15 mg/L

5.2.1 เตรียมสารละลายโพแทสเซียม โดยเตรียมเช่นเดียวกับ ข้อ 5.1.1 – 5.1.3 จำนวน 3 ขี้

5.2.2 วิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมด้วยเครื่อง Flame Photometer

5.2.3 สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มของแสง (Reading) (แกน y) และความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (แกน x)

5.2.4 คำนวณหาความสัมพันธ์ โดยใช้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient, r) หรือ สัมประสิทธิ์ของการตัดสินใจ (Correlation of determination, R^2) โดยมีเกณฑ์ยอมรับ $r \geq 0.997$ หรือ $R^2 \geq 0.995$

5.3 ศึกษาปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of detection, LOD) และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (Limit of quantification, LOQ)

5.3.1 ชั่ง Matrix sample 0.4xxx – 0.5xxx g ใส่กระดาดชั่งสาร จำนวน 10 ขี้ และถ่ายใส่ Volumetric flask ขนาด 500 ml (กรณี Matrix sample ไม่มีโพแทสเซียมเป็นองค์ประกอบ ให้เติมลงไปเล็กน้อย) วิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี ตามข้อ 4.2-4.5 และคำนวณส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation; SD)

5.3.2 คำนวณค่า LOD และ LOQ จากสูตร

$$\text{LOD} = 3 \text{ SD}$$

$$\text{LOQ} = 10 \text{ SD}$$

5.4 พิสูจน์ความถูกต้องและความแม่นยำในการวิเคราะห์ ที่ความเข้มข้นระดับ LOQ

5.4.1 เตรียมตัวอย่างให้มีปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ ความเข้มข้นใกล้เคียงกับ LOQ

5.4.2 ชั่งตัวอย่างข้อ 5.4.1 ใส่ Volumetric flask 500 ml และชั่ง Matrix sample 0.4xxx – 0.5xxx g ใส่กระดาดชั่งสาร และถ่ายใส่ Volumetric flask เดียวกัน จำนวน 10 ขี้ และวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำได้ตามข้อ 4.2-4.5 คำนวณปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำได้ตามสูตรข้อ 4.6

5.4.3 คำนวณความถูกต้องและความแม่นยำของการวัด ได้ดังนี้

5.3.3.1 ความถูกต้องของการวัด โดยนำผลวิเคราะห์ที่ได้ มาคำนวณ %recovery ตามข้อ 5.5 โดยพิจารณา %recovery ตามตารางที่ 1

5.3.3.2 ความแม่นยำของการวิเคราะห์ นำผลวิเคราะห์ที่ได้คำนวณ % relative standard deviation (% RSD) ตามข้อ 5.5 โดยพิจารณา %RSD ตามตารางที่ 1

ตารางที่ 1 เกณฑ์การยอมรับ % Recovery และ %RSD ของ Peer-Verified Methods Program (AOAC, 2016)

ความเข้มข้น	Mean recovery (%)	% RSD
100 %	-	1.3
>10 - 100 %	98-102	-
>10 - <100 %	-	1.9
>1 - 10 %	97-103	2.7
>0.01 - 1 %	95-105	3.7

5.5 ศึกษาความถูกต้องของการวิเคราะห์ (Accuracy) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น คือ สูง (60.39 % K₂O) กลาง (34.61 % K₂O) และต่ำ (2.50 % K₂O)

ซึ่ง CRM ระดับละ 10 ซ้ำ และซึ่ง Matrix sample 0.4xxx – 0.5xxx g ใส่ Volumetric flask 500 ml วิเคราะห์ตามข้อ 4.2-4.5 และคำนวณการหาค่าคืนกลับ (% Recovery) ตามสูตร

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\% \text{ K}_2\text{O} - \bar{x} \% \text{ K}_2\text{O} (\text{Matrix sample})}{\% \text{ K}_2\text{O} \text{ ของ CRM ที่ระบุในเอกสารรับรอง}} \times 100$$

$$\% \text{ Mean Recovery} = \frac{\text{ผลรวม \% Recovery}}{\text{จำนวนซ้ำ}}$$

การคำนวณ % Relative standard deviation (% RSD)

$$\% \text{ RSD} = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

5.6 ความแม่นยำของการวิเคราะห์ (Precision) ซึ่งสามารถแบ่งได้ 2 แบบ ดังนี้

5.6.1 ค่าความแม่นยำแบบทวนซ้ำของวิธีทดสอบ (Repeatability Precision)

โดยนำผลวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำที่ระดับสูง กลาง และต่ำ จากข้อ 5.5

คำนวณ Horwitz ratio (HORRAT) ตามสูตร

$$\% \text{RSD}_r = \frac{SD_{\text{CRM}}}{\bar{x} \% \text{ K}_2\text{O} \text{ ของ CRM ที่วิเคราะห์ได้}} \times 100$$

$$\text{Predicted Horwitz RSD}_r = 0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log C)}, C = \text{concentration}/100$$

$$\text{HORRAT (Horwitz's Ratio)} = \frac{\% \text{RSD}_r}{\text{Predicted Horwitz RSD}_r}$$

โดยมีเกณฑ์ยอมรับ คือ HORRAT ≤ 2 AOAC (2016)

5.6.2 ค่าความแม่นยำแบบทำซ้ำของวิธีทดสอบ (Intermediate precision)

โดยวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำข้อ 5.5 วันละ 1 ซ้ำ ทำทั้งหมด 10 วัน (รวม 10 ซ้ำ) คำนวณหา Horwitz ratio (HORRAT) ตามสูตรข้อ 5.6.1

ผลการทดลองและวิจารณ์

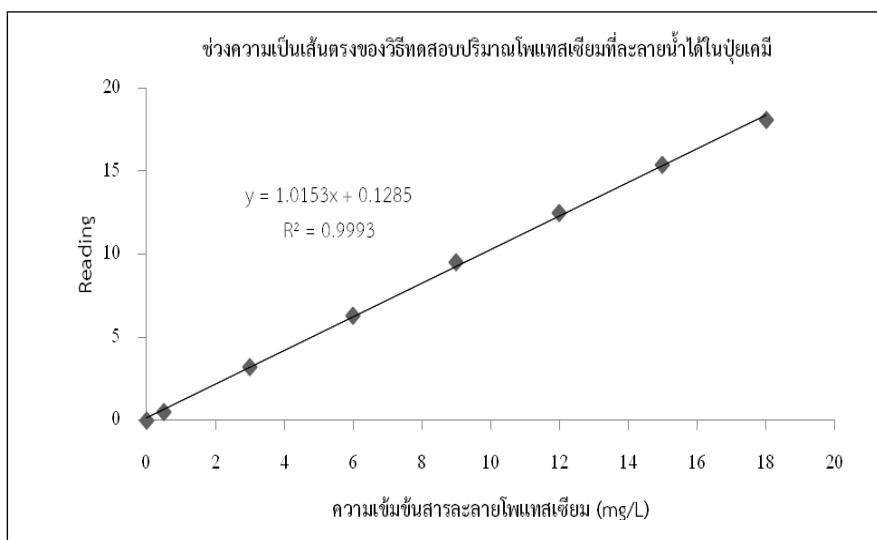
จากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี ตามวิธีประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี ราชกิจจานุเบกษา เล่มที่ 134 ตอนพิเศษ 2 ง หน้าที 30-31-24 วิธีการทดสอบที่ 1.12.01 โดยการหาค่า Range , Linearity, LOD, LOQ, Accuracy และ Precision ได้ผลการทดลองดังนี้

1. ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานของวิธีวิเคราะห์ (Range)

จากการเติมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมลงใน Matrix sample ที่ความเข้มข้น 0-18 mg/L เพื่อหาช่วงความเป็นเส้นตรงระหว่างค่าความเข้มของแสง (Reading) กับความเข้มข้นสารละลายโพแทสเซียม (mg/L) (ตารางที่ 2) พบว่า ช่วงความเข้มข้นดังกล่าวให้ความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง ดังรูปที่ 1 โดยมีค่า $R^2 = 0.9993$

ตารางที่ 2 ค่าความเข้มของแสง (Reading) กับความเข้มข้นสารละลายโพแทสเซียม (mg/L) ที่ระดับต่างๆ เพื่อหาช่วงความเป็นเส้นตรงของวิธีทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี (Range)

ความเข้มข้นสารละลายโพแทสเซียม (mg/L) ที่เติม Matrix sample								
	0	0.5	3	6	9	12	15	18
ค่าความเข้ม								
ของแสง	0.0	0.5	3.2	6.3	9.5	12.5	15.4	18.1
(Reading)								
สมการความสัมพันธ์	$y = 1.0153x + 0.1285, \quad R^2 = 0.9993$							



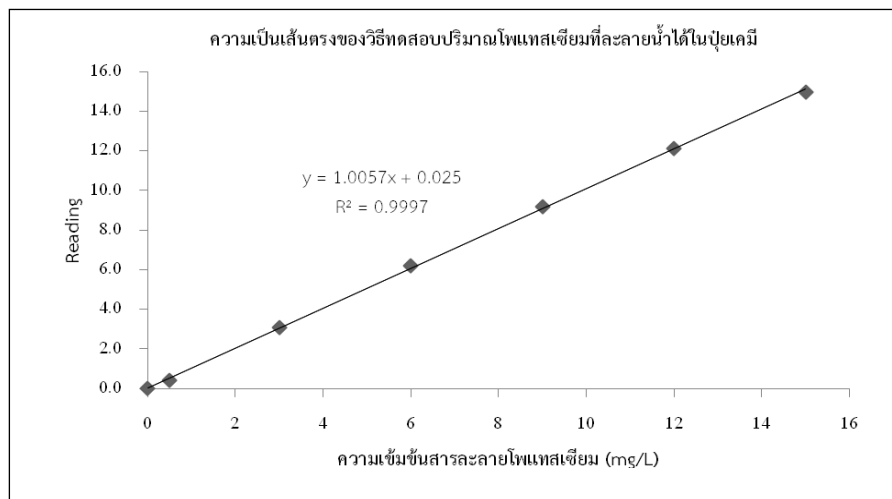
รูปที่ 1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มของแสง (Reading) กับความเข้มข้นสารละลายโพแทสเซียม (mg/L) ที่ระดับต่าง ๆ เพื่อหาช่วงความเป็นเส้นตรงของวิธีทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี (Range)

2. ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่จะนำมาใช้งาน (Linearity)

เลือกช่วงความเข้มข้น 0-15 mg/L มาเป็นช่วงใช้งาน โดยการเติมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมลงใน Matrix sample ให้มีความเข้มข้น 0-15 mg/L และสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มของแสง (Reading) กับความเข้มข้นสารละลายโพแทสเซียม (mg/L) พบว่า ช่วงความเข้มข้นดังกล่าวให้ค่าสัมพันธ์เป็นเส้นตรง โดยมีค่า $R^2 = 0.9997$ (รูปที่ 2) ซึ่งมีความมากกว่าเกณฑ์ยอมรับ คือ $R^2 = 0.995$

ตารางที่ 3 ค่าความเข้มของแสง (Reading) กับความเข้มข้นสารละลายโพแทสเซียม (mg/L) ที่ระดับต่างๆ เพื่อพิสูจน์ความเป็นเส้นตรงของวิธีทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยเคมี (Linearity)

ค่าความเข้มของแสง (Reading)	ซ้ำที่	ความเข้มข้นสารละลายโพแทสเซียม (mg/L) ที่เติม Matrix sample						
		0	0.5	3	6	9	12	15
1		0.0	0.4	3.0	6.2	9.1	12.1	14.9
2		0.0	0.4	3.1	6.2	9.2	12.2	15.0
3		0.0	0.4	3.1	6.2	9.2	12.1	15.0
ค่าเฉลี่ย		0.0	0.4	3.1	6.2	9.2	12.1	15.0
สมการความสัมพันธ์		$y = 1.0057x + 0.025, R^2 = 0.9997$						



รูปที่ 2 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มของแสง (Reading) กับความเข้มข้นสารละลายโพแทสเซียม (mg/L) ที่ระดับต่าง ๆ เพื่อพิสูจน์ความเป็นเส้นตรงของวิธีทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยเคมี (Linearity)

3. ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of detection, LOD) และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (Limit of quantitation, LOQ)

จากการวิเคราะห์ Matrix sample พบว่า ไม่มีโพแทสเซียมเป็นองค์ประกอบ ดังนั้นจึงได้เติมสารละลายโพแทสเซียมลงไปเล็กน้อย และนำไปทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ พบว่า มีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) เท่ากับ 0.1675 (ตารางที่ 4) และนำค่า SD คำนวณหา LOD และ LOQ ได้ค่า ดังนี้

$$SD = 0.1675$$

$$LOD = 3SD = 3 \times 0.1675 = 0.50 \% K_2O$$

$$LOQ = 10SD = 10 \times 0.1675 = 1.68 \% K_2O$$

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์โพแทสเซียมที่ละลายน้ำที่เติมลงใน Matrix sample เพื่อหาค่า LOD และ LOQ

ซ้ำที่	Matrix sample (g)	K ₂ O (%)
1	0.5074	0.80
2	0.5053	1.04
3	0.5056	0.80
4	0.5008	1.05
5	0.5076	0.80
6	0.5008	0.81
7	0.5066	1.04
8	0.5084	0.80
9	0.5075	1.04
10	0.5044	1.28
ค่าเฉลี่ย		0.9460
SD		0.1675
LOD (3SD)		0.50
LOQ (10SD)		1.68

4. พิสูจน์ความถูกต้องและความแม่นยำในการวิเคราะห์ ที่ความเข้มข้นระดับ LOQ

พิสูจน์ความถูกต้อง (Accuracy) ของการทดสอบโพแทสเซียมที่ละลายน้ำที่ระดับ LOQ (เตรียมตัวอย่างให้มีความเข้มข้นใกล้เคียงระดับ LOQ) โดยพิจารณาจาก %Recovery พบว่ามีค่า %Recovery อยู่ระหว่าง 98.13 – 101.88 % และมีค่า %Recovery เฉลี่ย เท่ากับ 99.94 % (ตารางที่ 5) และ Relative standard deviation (%RSD) มีค่าเท่ากับ 1.12 % ซึ่งทั้ง 2 ค่าอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ คือ ที่ความเข้มข้นระหว่าง $\geq 1 - 10$ % ต้องได้ค่า %Recovery เท่ากับ 97-103 % และ %RSD < 2.7 % ตามลำดับ

ตารางที่ 5 ผลการทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำที่ระดับ LOQ ที่เติม Matrix sample

ซ้ำที่	Matrix sample wt. (g)	%K ₂ O ระดับ LOQ wt. (g)	K ₂ O (%)	Recovery (%)
1	0.5024	1.0374	1.61	100.63
2	0.5012	1.0367	1.61	100.63
3	0.5025	1.0582	1.58	98.75
4	0.5003	1.0254	1.63	101.88
5	0.5034	1.0548	1.58	98.75
6	0.5011	1.1115	1.61	100.63
7	0.5036	1.1951	1.60	100.00
8	0.5022	1.0412	1.60	100.00
9	0.5047	1.1178	1.60	100.00
10	0.5018	1.0632	1.57	98.13
ค่าเฉลี่ย			1.60	99.94
SD			0.02	1.12
% RSD			1.12	

5. ความถูกต้องของการวิเคราะห์ (Accuracy)

การทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ โดยใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) ที่ความเข้มข้นระดับสูง (BCR-113; 60.39 % K₂O) กลาง (SRM 200b; 34.61 % K₂O) และต่ำ (2.50 % K₂O เตรียมจาก BCR-113) ร่วมกับ Matrix sample พบว่า ที่ระดับสูง กลาง และต่ำ มีปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำเฉลี่ยที่ทดสอบได้ เท่ากับ 59.92, 34.45 และ 2.48 % K₂O ตามลำดับ โดยมี %Recovery เฉลี่ย เท่ากับ 99.23, 99.55 และ 99.28 % ตามลำดับ (ตารางที่ 6) ซึ่ง %Recovery ที่ทดสอบได้ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับตาม AOAC (2016) คือที่ความเข้มข้นระหว่าง $\geq 10 - 100$ % และที่ความเข้มข้นระหว่าง $\geq 1 - 10$ % ต้องได้ %Recovery เฉลี่ย เท่ากับ 98-102 % และ 97-103 % ตามลำดับ

ตารางที่ 6 ผลการทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ เพื่อวิเคราะห์ Accuracy และ Repeatability precision

ซ้ำที่	ปริมาณโพแทสเซียมในวัสดุอ้างอิง											
	ระดับสูง (60.39 % K ₂ O)				ระดับกลาง (34.61 % K ₂ O)				ระดับต่ำ (2.50 % K ₂ O)			
	CRM wt. (g)	MS wt. (g)	K ₂ O (%)	Recovery (%)	CRM wt. (g)	MS wt. (g)	K ₂ O (%)	Recovery (%)	CRM wt. (g)	MS wt. (g)	K ₂ O (%)	Recovery (%)
1	0.2502	0.5032	61.10	101.18	0.2531	0.5037	34.44	99.51	1.0523	0.5047	2.49	99.60
2	0.2512	0.5098	59.91	99.21	0.2502	0.5045	34.36	99.28	1.0548	0.5063	2.49	99.60
3	0.2518	0.5053	59.76	98.96	0.2543	0.5012	34.75	100.40	1.0541	0.5008	2.49	99.60
4	0.2512	0.5072	59.43	98.41	0.2546	0.5035	34.24	98.93	1.0577	0.5048	2.48	99.20
5	0.2522	0.5084	59.67	98.81	0.2569	0.5041	34.40	99.39	1.0598	0.5015	2.48	99.20
6	0.2510	0.5084	59.95	99.27	0.2528	0.5033	34.48	99.62	1.0649	0.5048	2.46	98.40
7	0.2522	0.5023	60.62	100.38	0.2504	0.5040	34.81	100.58	1.0579	0.5036	2.48	99.20
8	0.2519	0.5058	59.27	98.15	0.2567	0.5034	33.96	98.12	1.0543	0.5023	2.49	99.60
9	0.2522	0.5065	59.20	98.03	0.2527	0.5043	34.97	101.04	1.0546	0.5065	2.49	99.60
10	0.2515	0.5084	60.31	99.87	0.2519	0.5006	34.13	98.61	1.0634	0.5031	2.47	98.80
เฉลี่ย			59.92	99.23			34.45	99.55			2.48	99.28
SD			0.61	1.00			0.31	0.91			0.01	0.41
%RSD			1.01				0.91				0.42	
Predicted Horwitz RSD			1.42				1.55				2.30	
HORRAT			0.71				0.59				0.18	
การประเมิน (HORRAT < 2)			✓				✓				✓	

6. ความแม่นยำของการวิเคราะห์ (Precision)

โดยวิเคราะห์ CRM ที่ปริมาณโพแทสเซียมสูง (60.39 % K₂O) กลาง (34.61 % K₂O) และต่ำ (2.50 % K₂O) ร่วมกับ Matrix sample โดยใช้ Horwitz's equation ประเมินความแม่นยำของการวิเคราะห์ 2 แบบ คือ ความแม่นยำแบบทวนซ้ำ (Repeatability precision) และ ความแม่นยำแบบทำซ้ำ (Intermediate precision) ได้ผลการประเมิน ดังนี้

6.1 ความแม่นยำแบบทวนซ้ำ (Repeatability Precision)

ตัวอย่างการคำนวณ Horwitz's equation แบบทวนซ้ำ ของความเข้มข้นระดับสูง (Matrix sample + 60.39 % K₂O) ข้อมูลจากตารางที่ 6

$$\begin{aligned} \%RSD &= (SD/\bar{x}) \times 100 \\ &= (0.61/59.92) \times 100 = 1.01 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Predicted Horwitz RSD} &= 0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log C)}, C = \text{concentration ratio} = (60.39/100) = \\ &= 0.6039 \end{aligned}$$

$$= 0.66 \times 2^{(1 - 0.5 \log 0.6039)} = 1.42$$

$$\text{Horwitz's ratio (HORRAT)} = \frac{\% \text{ RSD}}{\text{Predicted Horwitz RSD}} = \frac{1.01}{1.42} = 0.71$$

6.2 การหาค่าความแม่นยำแบบทำซ้ำ (Intermediate precision)

ตัวอย่างการคำนวณ Horwitz's equation แบบทวนซ้ำ ของความเข้มข้นระดับสูง (Matrix sample + 60.39 % K₂O) ข้อมูลจากตารางที่ 7

$$\% \text{RSD} = (\text{SD} / \bar{x}) \times 100$$

$$= (0.52 / 60.27) \times 100 = 0.86$$

$$\text{Predicted Horwitz RSD} = 2^{(1 - 0.5 \log C)}, C = \text{concentration ratio} = (60.39 / 100) = 0.6039$$

$$= 2^{(1 - 0.5 \log 0.6039)} = 1.42$$

$$\text{HORRAT (Horwitz's Ratio)} = \frac{\% \text{ RSD}}{\text{Predicted Horwitz RSD}} = \frac{0.86}{1.42} = 0.60$$

ตารางที่ 7 วิเคราะห์ความแม่นยำของวิธีทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำแบบ Intermediate precision

ซ้ำที่	ปริมาณโพแทสเซียมในวัสดุอ้างอิง											
	ระดับสูง (60.39 % K ₂ O)				ระดับกลาง (34.61 % K ₂ O)				ระดับต่ำ (2.50 % K ₂ O)			
	CRM wt. (g)	MS wt. (g)	K ₂ O (%)	Recovery (%)	CRM wt. (g)	MS wt. (g)	K ₂ O (%)	Recovery (%)	CRM wt. (g)	MS wt. (g)	K ₂ O (%)	Recovery (%)
1	0.2502	0.5032	61.25	101.42	0.2531	0.5037	34.05	98.38	1.0523	0.5047	2.50	100.00
2	0.2512	0.5098	59.92	99.22	0.2502	0.5045	34.12	98.58	1.0548	0.5063	2.49	99.60
3	0.2518	0.5053	59.84	99.09	0.2543	0.5012	34.52	99.74	1.0541	0.5008	2.47	98.80
4	0.2512	0.5072	60.09	99.50	0.2546	0.5035	35.02	101.18	1.0577	0.5048	2.48	99.20
5	0.2522	0.5084	59.90	99.19	0.2569	0.5041	34.60	99.97	1.0598	0.5015	2.52	100.80
6	0.2510	0.5084	60.99	100.99	0.2528	0.5033	34.14	98.64	1.0649	0.5048	2.51	100.40
7	0.2522	0.5023	59.87	99.14	0.2504	0.5040	34.30	99.10	1.0579	0.5036	2.53	101.20
8	0.2519	0.5058	60.57	100.30	0.2567	0.5034	34.41	99.42	1.0543	0.5023	2.51	100.40
9	0.2522	0.5084	60.43	100.07	0.2527	0.5043	34.42	99.45	1.0546	0.5065	2.49	99.60
10	0.2515	0.5063	59.84	99.09	0.2519	0.5006	34.61	100.00	1.0634	0.5031	2.47	98.80
เฉลี่ย			60.27	99.80			34.42	99.45			2.50	99.88
SD			0.52	0.86			0.29	0.84			0.02	0.82
%RSD			0.86				0.84				0.82	
Predicted Horwitz RSD			1.42				1.55				2.30	
HORRAT			0.60				0.54				0.36	
การประเมิน (HORRAT < 2)			✓				✓				✓	

สรุปผลการทดลอง

จากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมทั้งหมดในปุ๋ยเคมี ตามวิธีประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี ราชกิจจานุเบกษา เล่มที่ 134 ตอนพิเศษ 2 ง หน้าที่ 30-31-24 วิธีการทดสอบที่ 1.12.01 โดยวิเคราะห์ CRM ที่ปริมาณโพแทสเซียมระดับสูง (60.39 % K_2O ; BCR-113) กลาง (34.61 % K_2O ; SRM 200b) และต่ำ (2.50 % K_2O ; เจือจางจาก BCR-113) ได้ผลการตรวจสอบดังนี้

1. ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานของวิธีวิเคราะห์ (Range) : อยู่ในช่วง 0-18 mg/L (รูปที่ 1)
2. ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่จะนำมาใช้งาน (Linearity) : เลือกช่วง 0-15 mg/L มาทดสอบความสัมพันธ์ค่าความเข้มของแสง (Reading) กับความเข้มข้นโพแทสเซียม (mg/L) พบว่า ค่า $R^2 = 0.9997$ ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ คือ $R^2 = 0.995$ (รูปที่ 2)
3. ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (Limit of detection, LOD) คือ 0.50 % K_2O
4. ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (Limit of quantification, LOQ) คือ 1.68% K_2O
5. ความสามารถในการทดสอบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำได้ที่ระดับ LOQ พบว่า มี %Recovery เฉลี่ย เท่ากับ 99.94 % และมีค่า %RSD เท่ากับ 1.12 % ซึ่งทั้ง 2 ค่าอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ คือ ที่ความเข้มข้นระหว่าง $\geq 1-10$ % ต้องได้ค่า %Recovery เท่ากับ 97-103 % และ %RSD < 2.7 % ตามลำดับ
6. การพิสูจน์ความถูกต้องของวิธีทดสอบ (Accuracy) ที่ปริมาณโพแทสเซียมระดับต่ำ กลาง และสูง ย่อยร่วม Matrix sample พบว่า ได้ค่า %Recovery เท่ากับ 99.23, 99.55 และ 99.28 % ตามลำดับ ซึ่ง %Recovery ที่ทดสอบได้ อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ คือ ที่ความเข้มข้นระหว่าง $\geq 10 - 100$ % และที่ความเข้มข้นระหว่าง $\geq 1 - 10$ % ต้องได้ %Recovery เฉลี่ย เท่ากับ 98-102 % และ 97-103 % ตามลำดับ
7. ความแม่นยำของวิธีทดสอบ แบบทวนซ้ำ (Repeatability precision) โดยใช้ Horwitz's ratio ในการประเมิน พบว่า ได้ค่า HORRAT ที่ระดับต่ำ กลาง สูง ดังนี้ 0.71, 0.59 และ 0.18 ซึ่งทั้ง 3 ค่าอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ คือ Horrat ≤ 2
8. ความแม่นยำของการทดสอบ ในสภาพที่มีสารตัวเติม แบบทำซ้ำ (Intermediate precision) โดยใช้ Horwitz's ratio ในการประเมิน พบว่า ได้ค่า HORRAT ที่ระดับต่ำ กลาง สูง ดังนี้ 0.60, 0.54 และ 0.36 ซึ่งทั้ง 3 ค่าอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ คือ Horrat ≤ 2

จากผลการวิเคราะห์ แสดงให้เห็นว่า วิธีวิเคราะห์โพแทสเซียมทั้งหมดในปุ๋ยเคมี ตามวิธีประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี ราชกิจจานุเบกษา เล่มที่ 134 ตอนพิเศษ 2 ง หน้าที่ 30-31-24 วิธีการทดสอบที่ 1.12.01 ให้ผลวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง แม่นยำ และเชื่อถือ ผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐานสากล และมีสมรรถนะดีพอเหมาะสมต่อการใช้งาน

การนำไปใช้ประโยชน์

1. การวิเคราะห์โพแทสเซียมทั้งหมดในปุ๋ยเคมี ตามวิธีประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี วิธีการทดสอบที่ 1.12.01 สามารถนำมาใช้เป็นวิธีวิเคราะห์มาตรฐานของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 8 ได้
2. ข้อมูลที่ได้สามารถใช้ประกอบการขอการรับรอง ISO/IEC 17025

เอกสารอ้างอิง

- AOAC, 2016. Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements. 20th Ed. Official Method of Analysis. AOAC International Gaithersburg, MD. 18 pp.
- B. Magnusson and U. Örnemark, (eds.). 2014. Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, (2nd ed.). 60 pp.
- กระทรวงเกษตรและสหกรณ์, 2560. ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี. ราชกิจจานุเบกษา เล่มที่ 134 ตอนพิเศษ 2 ง. หน้า 30-31-24 วิธีการทดสอบที่ 1.12.01
- ทิพวรรณ นิ่งน้อย. 2549. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข. 124 หน้า.
- อุมาพร สุขม่วง. 2556. การใช้ประโยชน์จากความสัมพันธ์เชิงเส้น. กรมวิทยาศาสตร์บริการ 1 หน้า (http://blpd.dss.go.th/knowledge_el/knowledge_uma.pdf, 23 สิงหาคม 2556)