การทดสอบความชำนาญในการวิเคราะห์ตรวจสอบคุณภาพปุ๋ยเคมี

Proficiency Testing in Chemical Fertilizer Analysis

วรรณรัตน์ ชุติบุตร[1/] จริยา วงศ์ตรี[1/] ทองจันทร์ พิมพ์เพชร[1/] ชฎาพร คงนาม[1/]
อมรา หาญจวณิช[1/] จริยา ประศาสน์ศรีสุภาพ[1/] สุนันทา ชมภูนิช[1/]
Wannarut Chutibut[1/] Jariya Wongtree[1/] Thongchan Pimpet[1/] Chadaporn Khongnam[1/]
Omara Hanjavanich[1/] Jariya Prasatsrisupub[1/] Sunantha Chompoonich[1/]

ABSTRACT

The proficiency of fertilizer testing was conducted at the Agricultural Chemistry group, Agricultural Production Science Research during October, 2005 – September, 2007. The objective of the studies was to test the proficiency fertilizer of analysis in both public (governmental) and privates laboratories and compatible utilization of standard of fertilizer analysis qualification of quality assurance of ISO/IEC 17025 in Thailand. The study was separated into two parts namely the first one with two compound fertilizers: formula 0-52-34 and 12-60-0 ($N-P_2O_5-K_2O$), were prepared as the internal reference material (IRM) and statistically assessed the homogeneity, stability as well as establishing for assigned value. Homogeneity of the IRM was determined by testing variance of one-way ANOVA including outlier, the assigned value of 25 kg of the fertilizer IRM was 0 - 51.94 $\pm$ 1.14 - 35.40 $\pm$ 0.83 and 12.09 $\pm$ 0.33 - 60.52 $\pm$ 1.30 – 0 respectively. In the second part, the IRM samples were sent to the fertilizer analysis laboratory in Thailand. Afterward, results from 21 laboratory participants comprised of 13 public and 8 private laboratories were statistically compared by using Z-score. The study was found that 80% of laboratory participants that analyzed ammonium-nitrogen had the satisfactory results; 16% and 4% in questionable and unsatisfactory results, in respective. In addition, for the total phosphate analysis, 90% of laboratory participants had the satisfied results and equally 5% in questionable and

[1/] กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร จตุจักร กทม. 10900

[1/] Agricultural Chemistry Group, Agricultural Production Science Research and Development Office, Department of Agriculture, Chatuchak, Bangkok 10900

unsatisfactory results. For the water soluble potash analysis, 53% of laboratory participants had the satisfied results; 21 and 26% in questionable and unsatisfied results in respective. Finally, these conclusions were directly sent to laboratory participants and also comprised with valuable recommendations. The laboratory participants that had questionable and unsatisfactory results had been collected and improved the quality of analysis results. Nowadays, all of these participants had been successfully received the satisfactory results. In addition to qualify intemal quality assurance of fertilizer analysis, two kinds of reference materials were economically saving budget approximately 10 million baths. Furthermore, these materials had been distributed to 3 other fertilizer laboratories.

Key words: proficiency, chemical fertilizer, reference material, homogeneity, Z-score, laboratory

บทคัดย่อ

การทดสอบความชำนาญในการวิเคราะห์ตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย เพื่อทดสอบความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย ทั้งภาคราชการและภาคเอกชนในประเทศไทย และเพื่อใช้เป็นข้อมูลประกอบการขอรับรองตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ที่กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร ระหว่างเดือนตุลาคม พ.ศ. 2548 - กันยายน พ.ศ. 2550 โดยแบ่งการดำเนินการเป็น 2 ระยะคือ ระยะที่ 1 จัดทำวัสดุอ้างอิง โดยใช้ปุ๋ยเชิงประกอบ 2 สูตรคือ สูตร 0-52-34 ($N-P_2O_5-K_2O$) และ 12-60-0 ($N-P_2O_5-K_2O$) เพื่อใช้เป็นตัวอย่างทดสอบ ประเมินความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยทดสอบค่าแปรปรวนของข้อมูลแบบทางเดียว (one-way ANOVA) แบบไม่ตัด outlier และทดสอบความเสถียรของตัวอย่างได้ IRM 2 ตัวอย่าง ๆ ละ 25 กก. มีค่ากำหนด 0 – 51.94 $\pm$ 1.14 – 35.40 $\pm$ 0.83 และ 12.09 $\pm$ 0.33 – 60.52 $\pm$ 1.30 – 0 ตามลำดับ ระยะที่ 2 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ธาตุอาหารหลักในปุ๋ยระหว่างห้องปฏิบัติการตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย ในประเทศไทยที่เข้าร่วมกิจกรรม 21 ราย ซึ่งประกอบด้วยภาคราชการ 13 ราย และจากภาคเอกชน 8 ราย การประเมินผลใช้ค่า Z-score พบว่า 80% ของห้องปฏิบัติการที่วิเคราะห์แอมโมเนียม-ไนโตรเจน มีผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจของส่วนที่เหลือที่ 16 และ 4% มีผลอยู่ในเกณฑ์ที่น่าสงสัย และไม่เป็นที่น่าพอใจตามลำดับ ในการวิเคราะห์ฟอสเฟตทั้งหมด 90% ของห้องปฏิบัติการที่ทดสอบมีผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ สำหรับผลที่อยู่ในเกณฑ์น่าสงสัย และไม่เป็นที่น่าพอใจ 5% เท่ากัน ส่วนการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ 53% ของห้องปฏิบัติการที่ทดสอบ มีผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ 21 และ 26 % ของส่วนที่เหลือที่มีผลอยู่ในเกณฑ์ที่น่าสงสัย และไม่เป็นที่น่าพอใจ

ตามลำดับ คณะผู้วิจัยได้สรุปผลแจ้งให้ห้องปฏิบัติการทราบพร้อมคำแนะนำ ซึ่งห้องปฏิบัติการที่ไม่ผ่านเกณฑ์ได้ทำการปรับปรุง แก้ไขและทดสอบซ้ำ ได้จนผลการทดสอบเป็นที่น่าพอใจ ผลที่ได้นี้นอกจากจะทำให้คุณภาพการวิเคราะห์ปุ๋ยของห้องปฏิบัติการในประเทศไทยมีคุณภาพดีขึ้นแล้ว ยังได้วัสดุอ้างอิงภายใน 2 ชนิดสำหรับใช้ประเมินคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการ นับว่าเป็นการประหยัดงบประมาณในการจัดซื้อตัวอย่างอ้างอิงมาตรฐานถึง 10 ล้านบาท และได้แจกจ่ายให้หน่วยงานที่มีความต้องการไปแล้วรวม 3 แห่ง

คำหลัก: การทดสอบความชำนาญ ปุ๋ยเคมี วัสดุอ้างอิง ความเป็นเนื้อเดียวกัน Z-score ห้องปฏิบัติการ

คำนำ

การที่จะให้เกษตรกรได้ใช้ปุ๋ยที่มีคุณภาพ การวิเคราะห์ปริมาณธาตุอาหารในปุ๋ยนับว่ามีบทบาทสำคัญในการควบคุมคุณภาพของปุ๋ยที่ผลิต การนำเข้า หรือการจำหน่ายในท้องตลาด ตลอดจนการตรวจวิเคราะห์ทางห้องปฏิบัติการที่ให้ผลถูกต้องและเป็นที่น่าเชื่อถือนั้น วิธีวิเคราะห์เป็นองค์ประกอบที่สำคัญยิ่ง ดังนั้นเมื่อเลือกวิธีวิเคราะห์หรือพัฒนาวิธีวิเคราะห์แล้ว ต้องผ่านการทดสอบความใช้ได้ของแต่จะวิธีว่าเป็นวิธีวิเคราะห์ที่สามารถใช้วิเคราะห์ตัวอย่างได้ถูกต้องตามวัตถุประสงค์ที่วางไว้ (จิตรา, 2545) การที่จะบรรลุวัตถุประสงค์ดังกล่าว จำเป็นต้องเข้าร่วมกิจกรรมเปรียบเทียบความสามารถของห้องปฏิบัติการ หรือทดสอบความชำนาญของห้องปฏิบัติการ เพื่อเป็นการทดสอบสมรรถนะ และควบคุมคุณภาพของห้องปฏิบัติการ ให้เป็นไปตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025 (ญาณพัฒน์, 2549)

ISO/IEC 17025 (International Organization for Standardization / International Electrotechnical Commission) เป็นข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบ และห้องปฏิบัติการสอบเทียบ จัดทำขึ้นโดยองค์การระหว่างประเทศว่าด้วยการมาตรฐาน และคณะกรรมาธิการระหว่างประเทศว่าด้วยมาตรฐานสาขาอิเล็กทรอนิกส์ ใช้สำหรับให้ห้องปฏิบัติการทดสอบ/สอบเทียบ นำไปใช้ในการจัดทำมาตรฐานของห้องปฏิบัติการเพื่อการพัฒนาทั้งทางด้านบริหารและวิชาการ ตลอดจนเป็นที่ยอมรับในระดับประเทศและระหว่างประเทศ โดยในข้อกำหนด ข้อ 5.9 (b) ระบุให้ห้องปฏิบัติการเข้าร่วมกิจกรรมเปรียบเทียบความสามารถของห้องปฏิบัติการ หรือทดสอบความชำนาญของห้องปฏิบัติการเพื่อทดสอบสมรรถนะของห้องปฏิบัติการ (ญาณพัฒน์, 2549)

การทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการ เป็นเทคนิคการควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการจากภายนอก โดยมีเป้าหมายหลักสำหรับการพิจารณา และปรับปรุงข้อมูลด้านคุณภาพของห้องปฏิบัติการ ซึ่งเป็นเอกสารข้อมูลคุณภาพของห้องปฏิบัติการ เพื่อนำไปใช้ประโยชน์อื่น ๆ และค้นหาปัญหาที่เกิดขึ้นใน

ห้องปฏิบัติการ (Garfield *et al.*, 2000)

การดำเนินการทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย ในปัจจุบันยังไม่มีหน่วยงานใดรับผิดชอบดำเนินการ กลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย จึงได้เริ่มศึกษาและทดลองจัดกิจกรรมทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยในประเทศไทยขึ้น โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อเป็นกิจกรรมนำร่องในการสร้างเครือข่ายห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยทั้งภาคราชการและเอกชน การจัดทำวิธีการและขั้นตอนต้นแบบในการจัดกิจกรรมทดสอบความชำนาญของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย และนำผลการประเมินไปเป็นข้อมูลในการขอรับการรับรองตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 รวมทั้งศึกษาสมรรถนะของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยที่มีในประเทศไทย เพื่อนำไปใช้เป็นข้อมูลในการพัฒนาห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยให้มีมาตรฐานเดียวกันทั้งประเทศ ซึ่งเป็นการเตรียมความพร้อมในการทดสอบและควบคุมคุณภาพของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยแต่ละแห่ง เพื่อรองรับพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550 ซึ่งกำหนดให้กรมวิชาการเกษตรทำการรับรองห้องปฏิบัติการภาคเอกชน เพื่อนำผลวิเคราะห์ของภาคเอกชนไปใช้ในการขึ้นทะเบียนปุ๋ยได้

ในการทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยครั้งนี้ เป็นการเปรียบเทียบผลการทดสอบระหว่างห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย ทั้งในส่วนกลางและส่วนภูมิภาคของกรมวิชาการเกษตร และห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยอื่น ๆ ทั้งภาคราชการและเอกชนในประเทศไทยที่มีความประสงค์เข้าร่วมกิจกรรม ประกอบ ด้วยการจัดทำวัสดุอ้างอิง (Internal reference material, IRM) เพื่อแจกจ่ายให้กับห้องปฏิบัติการเพื่อทำการวิเคราะห์โดยใช้วิธีวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการเลือกเอง ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกส่งกลับมาในระยะเวลาที่กำหนด เพื่อประเมินผลวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการส่งมา และรายงานผลเป็นคะแนนด้วยวิธีทางสถิติส่งให้ผู้เข้าร่วมกิจกรรม ในการดำเนินการนี้นอกจากจะบรรลุวัตถุประสงค์ตามที่กล่าวมาแล้ว ยังได้วัสดุอ้างอิงสำหรับควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ภายในห้องปฏิบัติการ (internal quality control, IQC) (ตติยะ, 2548) และมีปริมาณมากพอที่จะแจกจ่ายให้กับห้องปฏิบัติการที่สนใจนำไปใช้ควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ภายในห้องปฏิบัติการของตน เป็นการลดต้นทุนในการจัดหาวัสดุอ้างอิงมาตรฐาน (standard reference material, SRM) ซึ่งมีราคาแพงเนื่องจากต้องนำเข้าจากต่างประเทศ

อุปกรณ์และวิธีการ

1. จัดทำวัสดุอ้างอิง เพื่อใช้เป็นตัวอย่างทดสอบ

1.1 การเตรียมตัวอย่าง

จัดเตรียมปุ๋ยเคมีเชิงประกอบสูตร 12-60-0 (N-P_2O_5-K_2O) เพื่อจัดเตรียมเป็นตัวอย่างทดสอบของรายการวิเคราะห์ แอมโมเนียม-ไนโตรเจน ฟอสเฟตทั้งหมด และปุ๋ยเคมีเชิงประกอบสูตร 0-52-34 (N-P_2O_5-K_2O) เพื่อจัดเตรียมเป็นตัวอย่างทดสอบของรายการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ

สูตรละ 25 กก. นำปุ๋ยแต่ละสูตรมาทำการคลุกเคล้าเพื่อให้เป็นเนื้อเดียวกันอย่างรวดเร็ว เนื่องจากปุ๋ยเคมีเมื่อถูกอากาศนาน ๆ จะดูดความชื้นทำให้ความชื้นในตัวอย่างเพิ่มขึ้น แบ่งตัวอย่างที่ผสมคลุกเคล้าเข้ากันดีแล้วเป็น 50 ส่วน โดยชั่งน้ำหนักส่วนละ 0.5 กก. จากนั้นนำแต่ละส่วนมาแบ่งเป็น 2 ส่วนย่อย บรรจุในถุงซิบพลาสติก และนำทั้ง 2 ถุงนั้น บรรจุลงในขวดพลาสติกที่มีฝาปิดสนิท สำหรับเก็บตัวอย่าง กำหนดหมายเลขกำกับตัวอย่างแต่ละขวด ตั้งแต่หมายเลข 1-50 แล้วจึงเก็บตัวอย่างที่จัดเตรียมในห้องที่สะอาด มีความชื้นน้อยไม่มีสิ่งรบกวน และแสงแดดส่องไม่ถึง

1.2 การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่าง (Homogeniety test)

ชั่งตัวอย่างปุ๋ยเคมีสูตร 12-60-0 ($N-P_2O_5-K_2O$) ที่เตรียมไว้ จำนวน 50 ขวด ๆ ละ 2 ถุง รวม 100 ถุง ๆ ละ 25 ก. ใส่ใน beaker ขนาด 100 มล. อบในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 °ซ. เป็นเวลา 2 ชม. ทิ้งให้เย็นใน desiccator นำตัวอย่างที่อบแล้วมาทำการวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ ทำการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน ใช้วิธี Kjeldahl method (นิรนาม, 2541; Anon,2000) โดยการกลั่นตัวอย่างใน macro Kjeldahl digestion และ distillation apparatus และวิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด โดยใช้วิธี Molybdovanadate Spectrophotometric method (นิรนาม, 2541; Anon, 1987; Anon, 2000) ทำการวิเคราะห์ด้วย Spectrophotometer

นำตัวอย่างปุ๋ยเคมีสูตร 0-52-34 ($N-P_2O_5-K_2O$) มาดำเนินการเช่นเดียวกับสูตร 12-60-0 ($N-P_2O_5-K_2O$) ทำการวิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด และวิเคราะห์หาปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำโดยใช้วิธี Flame Photometric method (นิรนาม, 2541; Anon, 1987; Anon, 2000) ทำการวิเคราะห์ด้วย Flame Photometer

1.3 การประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่าง

นำผลวิเคราะห์ตัวอย่างทั้ง 2 สูตร มาคำนวณค่าความแปรปรวนแบบทางเดียว (one-way ANOVA) (อุมาพรและจันทรัตน์, 2550) แบบไม่ตัด outliers ออก ประเมินความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างโดยใช้ F-test ถ้าตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ค่า F-ratio จากการคำนวณจะมีค่าน้อยกว่าค่า F-critical ที่ได้จากการเปิดตาราง (Taylor,1987) หากผลการประเมินไม่ผ่าน แสดงว่าตัวอย่างไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ต้องดำเนินการใหม่ทั้งหมดตั้งแต่ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง จนกว่าจะได้ตัวอย่างที่เป็นเนื้อเดียวกัน

1.4 การทดสอบความเสถียรของตัวอย่าง (Stability test)

หลังจากทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันแล้ว 6 เดือน ดำเนินการเช่นเดียวกับการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันอีกครั้ง โดยทำการวิเคราะห์ควบคู่กับ SRM ของปุ๋ยสูตร 12-60-0 ($N-P_2O_5-K_2O$) และ SRM ของปุ๋ยสูตร 0-52-34 ($N-P_2O_5-K_2O$) (ดุษฎี, 2550) คำนวณหาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดสอบความ

เป็นเนื้อเดียวกัน และเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ SRM กับค่ากำหนดในใบรับรองของ SRM และกำหนดให้ค่าที่ได้จะต้องอยู่ในช่วงของ Target standard deviation (Target SD) ซึ่งเป็นค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ได้จากการนำค่า RSD ที่คำนวณได้จากสมการ Horwitz predicted มาคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่สัมพันธ์กับความเข้มข้นของตัวอย่าง

การคำนวณ Target standard deviation (σ) (ประภาศรีและครรชิต, 2547)

$$\text{RSDp (Horwitz predicted)} = 2^{1 - 0.5 \log c}$$

$$\text{Target SD} = \frac{(\text{RSDp} \times \text{Mean})}{100}$$

$$\text{C (concentration)} = \frac{1\ g}{100\ g} = 0.01$$

ดำเนินการหาค่ากำหนด (assigned value) จากค่าเฉลี่ยของการวิเคราะห์ โดยค่าที่วิเคราะห์ได้อยู่ในช่วง +/- Target SD (อุทุมพรและอุษา, 2549)

$$\text{Assigned value} = \frac{(\sum Xi)}{n}$$

Xi = ค่าเฉลี่ยของตัวอย่างแต่ละตัว

n = จำนวนตัวอย่างทั้งหมด

2. การทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการ

2.1 การสร้างเครือข่ายห้องปฏิบัติการ

จัดการฝึกอบรมในหัวข้อ ข้อกำหนดตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 แก่ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรทั้ง 8 เขต ที่กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี โดยใช้วิทยากรจากกรมวิทยาศาสตร์บริการ จากนั้นจัดทำเอกสารรายละเอียดของกิจกรรมและใบสมัคร ส่งให้กับหน่วยงานต่าง ๆ ทั้งภาคราชการและภาคเอกชน เมื่อห้องปฏิบัติการต่าง ๆ สมัครเข้าร่วมกิจกรรม จึงจัดทำหนังสือตอบรับ รวมทั้งกำหนดหมายเลขรหัสห้องปฏิบัติการแต่ละแห่ง โดยข้อมูลของห้องปฏิบัติการ และหมายเลขรหัสห้องปฏิบัติการต่าง ๆ จะเก็บรักษาเป็นความลับ

2.2 ดำเนินกิจกรรมการทดสอบระหว่างห้องปฏิบัติการ

นำตัวอย่างทดสอบที่เตรียมไว้มาทำการชั่งน้ำหนัก 20 ก. บรรจุใส่ขวดพลาสติกขนาด 25 มล. ระบุรายการทดสอบ และหมายเลขรหัสห้องปฏิบัติการ บรรจุขวดดังกล่าวลงในถุงซิป พร้อมทั้งจัดทำขั้นตอนการวิเคราะห์ ขั้นตอนการกรอกแบบฟอร์มการรายงานผล และแบบฟอร์มข้อมูลการวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการ รวมถึงแบบตอบรับตัวอย่างทดสอบเมื่อห้องปฏิบัติการ

ได้รับตัวอย่างโดยระบุให้ผู้รับต้องตอบรับทันทีหลังจากได้รับตัวอย่างทดสอบ ซึ่งจะต้องระบุสภาพตัวอย่างที่ได้รับว่าสมบูรณ์หรือไม่ และแจ้งรหัสห้องปฏิบัติการ พร้อมทั้งจัดส่งตัวอย่างทดสอบตามรายการทดสอบที่ผู้เข้าร่วมกิจกรรมแสดงความจำนงไว้ พร้อมทั้งขั้นตอนรายละเอียดต่างข้างต้น ให้กับผู้เข้าร่วมกิจกรรมทางไปรษณีย์ เมื่อผู้เข้าร่วมกิจกรรมดำเนินการวิเคราะห์ และส่งใบรายงานผลการวิเคราะห์กลับมา จึงรวบรวมผลการวิเคราะห์ และประเมินผลทางสถิติ โดยใช้คะแนนมาตรฐาน (Z-score) (อุทุมพรและอุษา, 2549) จัดทำรายงานสรุปผลการวิเคราะห์ โดยมีรายละเอียดขั้นตอนการประเมิน สถิติที่ใช้ในการประเมิน วิธีวิเคราะห์พร้อมผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและความเสถียรของตัวอย่างทดสอบ และสถิติที่ใช้ในการคำนวณ ข้อมูลวิธีการวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการต่าง ๆ กราฟแสดงผลการประเมิน พร้อมทั้งคำแนะนำแก่ผู้ร่วมกิจกรรมที่มีผลอยู่ในเกณฑ์ไม่เป็นที่น่าพอใจ คำแนะนำที่ได้มาจากประเมินเบื้องต้น จากวิธีและขั้นตอนการวิเคราะห์ของแต่ละห้องปฏิบัติการ การดำเนินงานที่กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร ระว่างเดือนตุลาคม พ.ศ. 2548 – กันยายน พ.ศ. 2550

ผลการทดลองและวิจารณ์

1. การจัดทำวัสดุอ้างอิงเพื่อใช้เป็นตัวอย่างทดสอบ

1.1 การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันและความเสถียรของตัวอย่างปุ๋ยเคมีเชิงประกอบสูตร 12–60–0 (N-P_2O_5-K_2O)

ค่า F-ratio ของข้อมูลผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน และฟอสเฟตทั้งหมด มีค่า 1.17 และ 0.81 ตามลำดับ ซึ่งมีค่า F-critical คือ 1.61 ที่ความเชื่อมั่น 95 % แสดงว่าตัวอย่างปุ๋ยมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (Taylor, 1987) สำหรับการทดสอบความเสถียรของตัวอย่างหลังจากเก็บไว้ 6 เดือน พบว่าค่าเฉลี่ยที่ได้จากการวิเคราะห์แอมโมเนียม-ไนโตรเจนในตัวอย่างได้ 12.09 % ซึ่งอยู่ในช่วงของค่าที่ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันคือ 12.03 ± 0.33 % และค่าเฉลี่ยที่ได้จากการวิเคราะห์ฟอสเฟตทั้งหมด 60.52 % ซึ่งอยู่ในช่วงของค่าที่ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันคือ 61.47 ± 1.30 % แสดงว่าในระยะเวลา 6 เดือนตัวอย่างยังมีความเสถียรอยู่ ดังนั้นตัวอย่างปุ๋ยเคมีเชิงประกอบสูตร 12–60–0 (N-P_2O_5-K_2O) สามารถนำไปใช้เป็นตัวอย่างทดสอบและวัสดุอ้างอิงได้ โดยมีค่ากำหนด ซึ่งได้จากค่าเฉลี่ยของการวิเคราะห์ควบคู่กับ SRM คือ แอมโมเนียม-ไนโตรเจนและฟอสเฟตทั้งหมดมีค่า 12.09 ± 0.33 % และ 60.52 ± 1.30% ตามลำดับ ซึ่งมีผลการวิเคราะห์ SRM อยู่ในช่วงของค่ารับรอง SRM

1.2 ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างที่เตรียม และความเสถียรของตัวอย่างปุ๋ยเคมีเชิงประกอบสูตร 0-52-34 (N-P_2O_5-K_2O)

ค่า F-ratio ของข้อมูลผลการวิเคราะห์ฟอสเฟตทั้งหมด และโพแทชที่ละลายน้ำมีค่า 1.17 และ 1.59 ตามลำดับ ซึ่งค่าน้อยกว่าค่า F-critical

คือ 1.61 ที่ความเชื่อมั่น 95 % แสดงว่าตัวอย่างปุ๋ยมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (Taylor, 1987) สำหรับความเสถียรของตัวอย่างในเวลา 6 เดือน พบว่าค่าเฉลี่ยที่ได้จากการวิเคราะห์ฟอสเฟตทั้งหมด 51.94 % ซึ่งอยู่ในช่วงของค่าที่ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันคือ 52.14 ± 1.14 % และค่าเฉลี่ยที่ได้จากวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ 35.48 % ซึ่งอยู่ในช่วงของค่าที่ได้จากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันคือ 35.40 ± 0.83 % แสดงว่าในระยะเวลา 6 เดือน ตัวอย่างยังมีความเสถียรอยู่และสามารถนำไปใช้เป็นตัวอย่างทดสอบและวัสดุอ้างอิงได้ โดยค่า

Table 1. Number of laboratory participants for the proficiency of fertilizer testing and testing parameters

Laboratory	Number		Number of participants by testing parameters		
	Participant	Laboratory	Ammonium -nitrogen	Total phosphate	Water soluble potash
Department of Agriculture laboratories	11	9	10	11	11
Other governmental laboratories	2	1	2	2	2
Private laboratories	8	7	7	6	6
Total	21	17	19	19	19

Table 2. Summary of laboratories participating proficiency of fertilizer testing

Major element	Assigned value	Number of laboratories		
		| Z-score | ± 2	2 < | Z-score | < 3	| Z-score | >3
Ammonium-nitrogen	12.09 ± 0.33	15	3	1
Total phosphate	60.52 ± 1.30	17	1	1
Water soluble potash	35.40 ± 0.83	10	4	5

Remarks: evaluation of statistics by Z-score (ISO/IEC guide 43)

| Z-score | ± 2	=	satisfactory result
2 < | Z-score | < 3	=	questionable result
| Z-score | >3	=	unsatisfactory result

กำหนด ซึ่งได้จากค่าเฉลี่ยของการวิเคราะห์ควบคู่กับ SRM คือฟอสเฟตทั้งหมดและโพแทซที่ละลายน้ำ 51.94 ± 1.14 และ 35.40 ± 0.83 % ตามลำดับ ซึ่งมีผลการวิเคราะห์ SRM อยู่ในช่วงของค่ารับรองของ SRM

2. การทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการ

จำนวนห้องปฏิบัติการสนใจเข้าร่วมกิจกรรมทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการทั้งหมด 21 ราย โดยจำแนกเป็นห้องปฏิบัติการภาคราชการ 13 ราย และภาคเอกชน 8 ราย ซึ่งเข้าร่วมในกิจกรรมการทดสอบ รายการแอมโมเนียม-ไนโตรเจน (AN) จำนวน 19 ราย ฟอสเฟตทั้งหมด ($T\text{-}P_2O_5$) จำนวน 19 ราย โพแทซที่ละลายน้ำ ($W\text{-}K_2O$) 19 ราย (Table 1)

การประเมินผลการทดสอบของห้องปฏิบัติการ ที่เข้าร่วมกิจกรรมโดยใช้คะแนนมาตรฐาน (Z-score) (Figures 1 - 3 and Table 2) พบว่าในรายการทดสอบแอมโมเนียม-ไนโตรเจน มีจำนวน 15 ราย มีผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ ห้องปฏิบัติการที่มีผลอยู่ในเกณฑ์ที่น่าสงสัย 3 ราย และมี 1 รายที่ผลการวิเคราะห์ไม่เป็นที่น่าพอใจ รายการฟอสเฟตทั้งหมด ซึ่งมีห้องปฏิบัติการ 17 ราย มีผลเป็นที่น่าพอใจ และอยู่ในเกณฑ์ที่น่าสงสัย และมีผลไม่เป็นที่น่าพอใจอย่างละ 1 ราย และรายการโพแทซที่ละลายน้ำ พบว่าห้องปฏิบัติการ 10 ราย มีผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ และอยู่ในเกณฑ์ที่น่าสงสัย 4 ราย และมี 5 รายที่ผลการวิเคราะห์ไม่เป็นที่น่าพอใจ

การทดสอบความชำนาญพบว่าห้องปฏิบัติการที่มีผลการวิเคราะห์ยังไม่เป็นที่น่าพอใจนั้น ส่วนใหญ่เป็นการวิเคราะห์ในรายการโพแทซที่ละลายน้ำ หรือพิจารณาผลและวิธีการวิเคราะห์เบื้องต้นเพื่อหาสาเหตุ เมื่อนำผลการวิเคราะห์ดังกล่าวมาคำนวณโดยคูณกับค่าคงที่เพื่อเปลี่ยนจากค่าของโพแทสเซียมเป็นค่าโพแทซ ค่าที่ได้ใกล้เคียงกับค่ากำหนด จึงสามารถสรุปผลการทดสอบและให้คำแนะนำ ซึ่งห้องปฏิบัติการบางแห่งมีการตอบรับ และนำไปปฏิบัติ รวมทั้งขอดูงานที่กลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร และขอวัสดุอ้างอิงเพื่อไปทำการแก้ไขและทดสอบซ้ำ พบว่าผลการวิเคราะห์ที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับค่ากำหนดมากขึ้น

การวิจัยมีผลให้เกิดเครือข่ายห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย ทั้งภาคราชการและภาคเอกชน ซึ่งห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยในเครือข่ายสามารถให้คำปรึกษาและคำแนะนำ หรือแจ้งข้อมูลใหม่ๆ เพื่อให้แต่ละห้องปฏิบัติการนำเทคนิคการแก้ไขปรับปรุง หรือพัฒนาไปใช้ในการเพิ่มขีดความสามารถของห้องปฏิบัติการ ส่งผลให้เกิดการพัฒนาอย่างต่อเนื่อง ตลอดจนห้องปฏิบัติการในเครือข่าย ได้ทราบถึงสมรรถนะของห้องปฏิบัติการตนเอง และนำผลการประเมินที่ได้ไปใช้ในการปรับปรุงกระบวนการในการทดสอบ วิธีการทดสอบ เครื่องมือ รวมถึงบุคลากรที่ทดสอบ ส่งให้ผลการวิเคราะห์ของแต่ละห้องปฏิบัติการเป็นมาตรฐานเดียวกัน ดังนั้นผู้ใช้บริการสามารถ

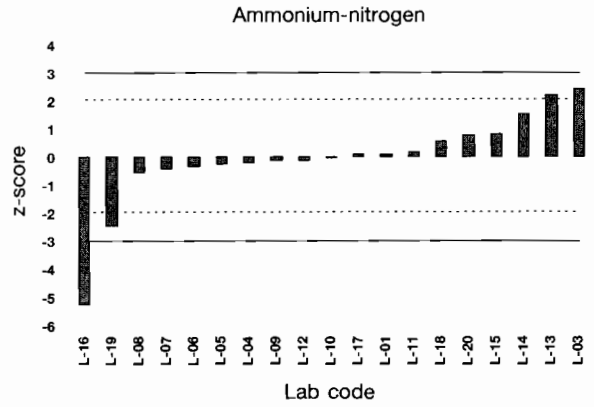

Figure 1. Contributions of Z-score value in ammonium-nitrogen from participated laboratories

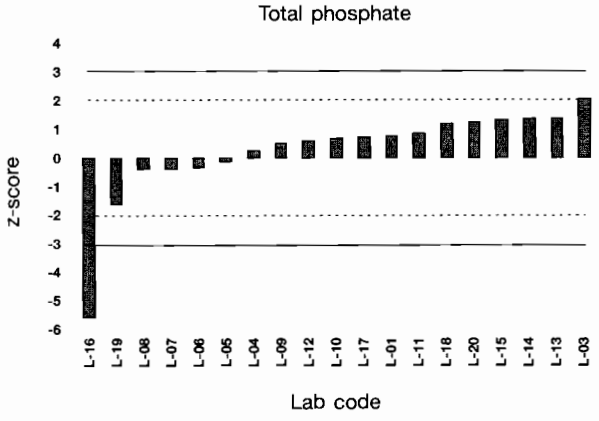

Figure 2. Contributions of Z-score value in total phosphate from participated laboratories

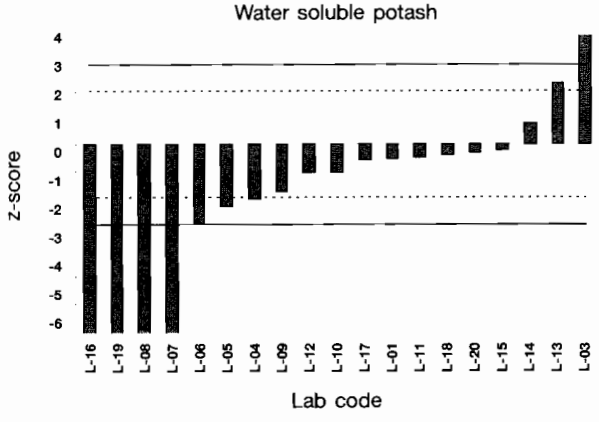

Figure 3. Contributions of Z-score value in water soluble potash from participated laboratories

มั่นใจในผลวิเคราะห์ว่าได้มาตรฐานเดียวกันทุกห้องปฏิบัติการ ทั้งภาคราชการและภาคเอกชน เป็นการเตรียมความพร้อมในการทดสอบ และควบคุมคุณภาพของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยแต่ละแห่ง เพื่อรองรับพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติมโดย พระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550 ซึ่งกำหนดให้กรมวิชาการเกษตรทำการรับรองห้องปฏิบัติการภาคเอกชน ส่วนห้องปฏิบัติการกลุ่มวิจัยเกษตรเคมีเอง ได้นำผลการทดสอบไปใช้ประกอบการขอรับรอง ISO/IEC 17025 นอกจากนี้ยังได้ตัวอย่างปุ๋ยอ้างอิงภายใน 2 ชนิด เพื่อใช้สำหรับประเมินคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย ทั้งภายในและภายนอกกรมวิชาการเกษตรอย่างต่อเนื่อง เป็นการประหยัดงบประมาณในการจัดซื้อตัวอย่างอ้างอิงมาตรฐานจากต่างประเทศถึง 10 ล้านบาท และได้แจกจ่ายให้หน่วยงานที่มีความต้องการไปแล้วรวม 3 แห่ง

การดำเนินกิจกรรมทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการนี้ เป็นต้นแบบในการจัดกิจกรรมครั้งต่อไป ซึ่งควรมีการดำเนินการอย่างสม่ำเสมอในแต่ละปี เพื่อให้ห้องปฏิบัติการที่เข้าร่วมกิจกรรมทำการปรับปรุง พัฒนา และประเมินคุณภาพภายในห้องปฏิบัติการของตนเองอย่างต่อเนื่อง ส่วนผู้ที่ดำเนินการจัดกิจกรรมจำเป็นต้องมีการศึกษาวิธีการจัดเตรียมตัวอย่าง รวมถึงวิธีการจัดกิจกรรมให้สมบูรณ์เป็นที่ยอมรับในระดับสากล โดยปฏิบัติตามมาตรฐาน ISO/IEC Guide 43 (นิรนาม,2540) เพื่อเป็นตัวแทนในการจัดกิจกรรมทดสอบความสามารถของห้อง

ปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยในประเทศไทย ซึ่งเป็นการช่วยให้ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยที่มีในประเทศไทย สามารถทดสอบสมรรถนะของห้องปฏิบัติการได้ โดยไม่จำเป็นต้องขอเข้าร่วมกิจกรรมดังกล่าวกับต่างประเทศ และผู้จัดกิจกรรมยังสามารถผลิตวัสดุอ้างอิง เพื่อนำไปใช้ในการควบคุมคุณภาพห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานสากล โดยไม่ต้องจัดซื้อตัวอย่างอ้างอิงรับรองจากต่างประเทศ ซึ่งเป็นการลดต้นทุนและเพิ่มประสิทธิภาพของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยในประเทศไทย

สรุปผลการทดลอง

การทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย ทำให้เกิดเครือข่ายห้องปฏิบัติการทั้งหมด 21 ราย ประกอบด้วยห้องปฏิบัติการจากภาคราชการ 13 ราย และภาคเอกชน 8 ราย พบว่า 80% ของห้องปฏิบัติการที่วิเคราะห์แอมโมเนียม-ไนโตรเจน มีผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ 16 และ 4% มีผลอยู่ในเกณฑ์ที่น่าสงสัย 16% และไม่เป็นที่น่าพอใจ 4% ตามลำดับ ในการวิเคราะห์ฟอสเฟตทั้งหมด 90 % ของห้องปฏิบัติการที่ทดสอบมีผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ และมีผลอยู่ในเกณฑ์ที่น่าสงสัย และไม่เป็นที่น่าพอใจ 5% เท่ากัน ส่วนการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ 53% ของห้องปฏิบัติการที่ทดสอบ มีผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ ที่มีผลอยู่ในเกณฑ์ที่น่าสงสัย และไม่เป็นที่น่าพอใจ 26% ตามลำดับ คณะผู้วิจัยได้สรุปผลแจ้งให้ห้องปฏิบัติการทราบพร้อมคำแนะนำ เพื่อใช้เป็นแนวทางในการแก้ปัญหา ซึ่งห้องปฏิบัติการที่ไม่ผ่านเกณฑ์ได้ทำการปรับปรุง แก้ไขและทดสอบซ้ำได้ผลการทดสอบใกล้เคียงกับค่ากำหนดเป็นที่น่าพอใจ ผลการวิจัยสามารถใช้เป็นแนวทางในการจัดกิจกรรมทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยต่อไป

เอกสารอ้างอิง

จิตรา ชัยวิมล. 2545. *การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบทางเคมี.* สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย กรุงเทพฯ. 35 หน้า.

ญาณพัฒน์ อู่ทองทรัพย์. 2549. *ข้อกำหนดในระบบคุณภาพห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน มอก. 17025-2548.* กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ. 110 หน้า.

ดุษฎี มั่นความดี. 2550. *การควบคุมคุณภาพผลการวิเคราะห์.* กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ. 24 หน้า.

นิรนาม. 2540. *การทดสอบความชำนาญโดยการเปรียบเทียบระหว่างห้องปฏิบัติการ เล่ม 1 การกำหนดและการดำเนินการแผนการทดสอบความชำนาญ มอก. 5043 เล่ม 1-2540.* สำนักมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กรุงเทพฯ. 24 หน้า.

นิรนาม. 2541. *คู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ย.* กองเกษตรเคมี กรมวิชาการเกษตร กรุงเทพฯ. 115 หน้า.

ตติย สีหร่าย. 2548. *การควบคุมคุณภาพของการ*

ทดสอบทางเคมี. สถาบันอาหาร กรุงเทพฯ. 40 หน้า.

ประภาศรี ภูวเสถียร และครรชิต จุดประสงค์. 2547. *การทดสอบความชำนาญห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย.* กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ. 40 หน้า.

พรชัย สุภาวิตา และศักดิ์เกษม สุนทรภัทร์. 2547. *พระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 และกฎกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ ประกาศกรมวิชาการเกษตรที่เกี่ยวข้อง.* ชุมนุมสหกรณ์การเกษตรแห่งประเทศไทย กรุงเทพฯ. 84 หน้า.

อุทุมพร จงไพบูลย์กิจ และอุษา ภู่มงกุฎชัย. 2549. *การทดสอบความชำนาญระหว่างห้องปฏิบัติการ.* กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ. 48 หน้า.

อุมาพร สุขม่วง และจันทรัตน์ วรสรรพวิทย์. 2550. *สถิติสำหรับงานวิเคราะห์ทดสอบและวิจัย.* กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรุงเทพฯ. 91 หน้า.

Anon. 1987. *Official Methods of Analysis of Fertilizers.* The National Institute of Agriculture Sciences. Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries, Japan. 130 p.

Anon. 2000. AOAC Official Method 983.02 Potassium in Fertilizer Frame Photometric Method. Pages 21-24. *In: AOAC Official Method of Analysis,* 17th edition, International Gaithersburg, MD, USA.

Garfield, F.M. E. Klesta and J. Hirsch. 2000. *Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories.* AOAC International Gaithersburg, MD, USA. 187 p.

Taylor, J.K. 1987. *Quality Assurance of Chemical Measurements.* Lewis Publishers, Inc., Chelsea, Michigan. U.S.A. 328 p.