

พัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

Development and Method Validation on Analysis of Ammonium Nitrogen in Chemical Fertilizer

นางทองจันทร์ พิมพ์เพชร¹ นางจิตติมา ยถาภูฐานนท์² นางสาวกรรณต์ มะลิสอน¹

บทคัดย่อ

วิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีใช้วิธีวิเคราะห์แบบ Inhouse Method ซึ่งทางห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย ได้ทำการดัดแปลงและพัฒนาจากวิธีวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐานสากลของ AOAC จึงมีความจำเป็นต้องดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี ทำการวิเคราะห์โดยใช้ Kjeldahl Method พบว่าค่า Limit of Detection (LOD) เท่ากับ 0.49 %AN และ Limit of Quantitation (LOQ) เท่ากับ 0.53 %AN นำผลการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง และต่ำ มาคำนวณ % Recovery เพื่อพิสูจน์ความถูกต้อง และ ค่า HORRAT ของการวิเคราะห์ซ้ำในครั้งเดียวกัน และการวิเคราะห์ซ้ำแบบต่างเวลากัน เพื่อพิสูจน์ความเที่ยง ได้ผลการทดลองดังนี้ ที่ระดับความเข้มข้นสูง (21 % AN) ระดับความเข้มข้นกลาง (12 % AN) และระดับความเข้มข้นต่ำ (1.2178 % AN) % Recovery เท่ากับ 99.72 , 99.92 และ 101.33 ค่า HORRAT ของการวิเคราะห์ซ้ำในครั้งเดียวกัน (Repeatability) เท่ากับ 0.25, 0.24 และ 0.81 ค่า HORRAT ของ การวิเคราะห์ซ้ำแบบต่างเวลากัน (Intermediate) เท่ากับ 0.20, 0.38 และ 0.72 ตามลำดับ จากผลการทดลองที่ได้ พบว่าผ่านเกณฑ์การยอมรับทั้งหมด (%Recovery อยู่ในช่วง 98 – 102 % และ HORRAT < 2)

¹ กลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย สปผ.

² กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สปผ.

คำนำ

แอมโมเนียมไนโตรเจนเป็นอีกหนึ่งรูปที่สำคัญของไนโตรเจน ไนโตรเจนเป็นธาตุอาหารที่มีบทบาทในการเจริญเติบโตของพืชเพราะไนโตรเจนเป็นธาตุที่ช่วยให้พืชสร้างโปรตีนได้อย่างเพียงพอ พืชทุกชนิดต้องมีโปรตีนเป็นส่วนประกอบที่สำคัญที่สุดของโปรโทพลาซึม (protoplasm) พืชสามารถดูดซึมไนโตรเจนในรูปของไนเตรท (NO_3^-) แล้วแตกตัวออกเป็นแอมโมเนียมไอออน ($\text{NH}_4^+ - \text{N}$) รวมตัวกับ Carbon skeleton เป็น Glutamic acid ที่เป็นส่วนประกอบสำคัญของกรดอะมิโนกว่าร้อยชนิด กรดอะมิโนมากกว่า 20 ชนิดจะจับตัวกันด้วย Peptide bond เป็นส่วนประกอบสำคัญอยู่ในโปรตีนของพืช โดยมีการรวมตัวกันของกรดอะมิโนเหล่านี้ด้วยลักษณะพันธ์พีช ทั้งนี้ปัจจัยที่สำคัญก็คือสภาพแวดล้อม และปริมาณไนโตรเจน (ภาควิชาปฐพีวิทยา, 2548)

การตรวจสอบควบคุมคุณภาพปุ๋ยเคมีตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 (แก้ไขเพิ่มเติม ฉบับที่ 2 พ.ศ. 2550) นั้น ต้องอาศัยวิธีการทดสอบปริมาณไนโตรเจน ซึ่งเป็นธาตุอาหารหลักของปุ๋ยเคมี วิธีที่ใช้ในห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย เป็นวิธี Inhouse Method ที่ดัดแปลงและปรับปรุงจากวิธีมาตรฐานของ AOAC 2005th Ed. Method 920.03 ข้อ 2.4.07 จึงต้องมีการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ เพื่อให้ได้ผลการทดสอบที่มีความถูกต้อง แม่นยำ เป็นไปตามเกณฑ์กำหนดของมาตรฐานสากล

ดำเนินการทดสอบโดยการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในวัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material : CRM) เพื่อประเมินค่าความถูกต้อง (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) และดำเนินการทดสอบเกี่ยวกับการหา Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ) โดยใช้วัสดุอ้างอิงรับรองที่มีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน 3 ระดับความเข้มข้น เพื่อให้ครอบคลุมช่วงการใช้งาน (Working Range) 0 – 21 % ไนโตรเจน

วัตถุประสงค์

1. เพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี
2. เพื่อให้ได้ข้อมูลที่เหมาะสมสำหรับใช้ประกอบการขอการรับรองห้องปฏิบัติการ ตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025

วิธีดำเนินการ

เครื่องมือ/อุปกรณ์

1. เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง และ 2 ตำแหน่ง

2. Macro Kjeldahl Digestion Apparatus and Distilling Apparatus

3. เครื่องแก้วและวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

สารเคมี

1. Ethyl Alcohol 90 % , AR Grade
2. Boric Acid, AR Grade
3. Methylene Blue, AR Grade
4. Methyl Red, AR Grade
5. Pumice Stone Granular, AR Grade
6. Standard Hydrochloric Acid 1 N, AR Grade
7. Sodium Hydroxide, Commercial Grade
8. วัสดุอ้างอิงรับรอง
 - 8.1 Ammonium Chloride 26.28 % Nitrogen (Aldrich Chem. 326372)
 - 8.2 Ammonium Sulphate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen (Aldrich Chem. 204501)
9. วัสดุอ้างอิงรับรอง/วัสดุอ้างอิงมาตรฐาน
 - 9.1 Ammonium Dihydrogen Phosphate 12.15 ± 0.11 % Nitrogen (SRM No.194 NIST)
 - 9.2 Sodium Carbonate Purity 99.970 ± 0.014 % (SRM 351a)

วิธีการ

1. การศึกษาหาค่า Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ) ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน

2.1 ชั่ง Sample Blank น้ำหนัก 0.3xxx - 0.4xxx กรัม ใส่ Kjeldahl Flask

2.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนตามวิธีวิเคราะห์ AOAC 2005th Ed.

Method 920.03 ข้อ 2.4.07

2.3 บันทึกผลแอมโมเนียมไนโตรเจน คำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

2.4 คำนวณค่า LOD และ LOQ ตามสูตร

$$\text{LOD} = \bar{X} + 3 \text{SD}$$

$$\text{LOQ} = \bar{X} + 10 \text{SD}$$

2. การศึกษาหาค่า Accuracy วิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ

2.1 ชั่ง SRM ของปุ๋ยที่มีปริมาณความเข้มข้นสูงคือ Ammonium Sulphate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen (Aldrich Chem. 204501) ความเข้มข้นกลางคือ Ammonium Dihydrogen Phosphate 12.15 ± 0.11 % Nitrogen (SRM No.194 NIST) และความเข้มข้นต่ำคือ การเตรียมโดยชั่งวัสดุอ้างอิงรับรอง Ammonium Dihydrogen Phosphate 12.15 ± 0.11 % Nitrogen (SRM No.194 NIST) น้ำหนัก 4.0250 กรัม ใส่ Volumetric Flask ขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน คำนวณความ

เข้มข้นได้เท่ากับ 0.4890 % AN ซึ่งแต่ละความเข้มข้นวิเคราะห์ ไม่ต่ำกว่าความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ พร้อมทำ Blank โดยดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนเหมือนการวิเคราะห์ CRM/SRM ทุกประการ

2.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนตามวิธีวิเคราะห์ AOAC 2005th Ed. Method 920.03 ข้อ 2.4.07

2.3 บันทึกผลปริมาตร HCl ที่ใช้ไตเตรท (มิลลิลิตร) และคำนวณผลแอมโมเนียมไนโตรเจนที่วิเคราะห์ได้

2.4 เปรียบเทียบค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่ารับรองของ CRM โดยการพิจารณา % Recovery ตาม AOAC Peer – Verified method , Nov. 1998 เกณฑ์การยอมรับ อยู่ในช่วง 98-102 %

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{ค่าที่วิเคราะห์ได้}}{\text{ค่าอ้างอิง (จากใบรับรอง)}} \times 100$$

2.5 ซ้ำตัวอย่างปุ๋ยที่มีลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) แตกต่างกัน กล่าวคือมีวัสดุส่วนประกอบปุ๋ยอยู่หลายชนิดในตัวอย่างปุ๋ย 1 ตัวอย่าง และซ้ำ CRM ความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำเติมลงไป พร้อมกับทำ Sample Blank ดำเนินการวิเคราะห์เช่นเดียวกับขั้นตอน 2.1 – 2.4 โดยทำการวิเคราะห์ระดับความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ

หมายเหตุ CRM ที่ความเข้มข้นต่ำ เตรียมโดยนำ CRM ที่ความเข้มข้นกลาง หรือสูงมาเตรียมเป็นปุ๋ยน้ำที่ความเข้มข้นต่ำ โดยที่ความเข้มข้นต่ำนี้พิจารณาจากขอบข่ายการขอการรับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025 คือ 3.0-21.0 % AN

- Accuracy จะประเมินค่า % Recovery ตาม AOAC Peer – Verified method , Nov. 1998 เกณฑ์การยอมรับ อยู่ในช่วง 98-102 %

3. การศึกษาหาค่า Precision วิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ

3.1 ซ้ำ CRM/SRM ของปุ๋ยทั้ง 3 ระดับความเข้มข้น ความเข้มข้นสูงคือ Ammonium Sulphate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen (Aldrich Chem. 204501) ความเข้มข้นกลางคือ Ammonium Dihydrogen Phosphate 12.15 ± 0.11 % Nitrogen (SRM No.194 NIST) และความเข้มข้นต่ำคือ การเตรียมโดยชั่งวัสดุอ้างอิงมาตรฐาน Ammonium Dihydrogen Phosphate 12.15 ± 0.11 % Nitrogen น้ำหนัก 4.0250 กรัม ใส่ Volumetric Flask ขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน คำนวณความเข้มข้นได้เท่ากับ 1.2178 % AN ซึ่งแต่ละความเข้มข้นวิเคราะห์ ไม่ต่ำกว่าความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ โดยบุคคล เวลา และเครื่องมือเดียวกัน

3.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนตามวิธีวิเคราะห์ AOAC 2005th Ed. Method 920.03 ข้อ 2.4.07

3.3 บันทึกผลแอมโมเนียมไนโตรเจนที่วิเคราะห์ได้ และคำนวณหาค่า Precision โดยใช้ Horwitz equation คำนวณแบบ Repeatability

3.4 ดำเนินการวิเคราะห์เช่นเดียวกับขั้นตอน 4.1 – 4.3 โดยซ้ำตัวอย่างปุ๋ยที่ใช้วิเคราะห์จริง ที่ 3 ระดับความเข้มข้น โดยทำการวิเคราะห์ที่เวลาแตกต่างกัน โดยทำการวิเคราะห์วันละ 1 ซ้ำ เป็นเวลา 10 วัน

3.5 การประเมินค่า Precision ในเกณฑ์การประเมิน : ใช้ HORRAT (Horwitz ' Ratio)

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

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz ' Ratio) < 2

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

C = Concentration ratio

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

ผลการทดลองและวิจารณ์

1. การศึกษาหาค่า Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ)

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง Lab No. 53G-3179 ที่เติมสารมาตรฐานแอมโมเนียมไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบ ปริมาณเล็กน้อย โดยชั่งน้ำหนัก SRM ของปุ๋ยสูตร 12-60-0 ได้น้ำหนัก 4.0028 กรัม ละลายน้ำปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร คำนวณความเข้มข้นได้เท่ากับ 0.4863 %AN

จากผลการทดลอง พบว่า ค่า % $\text{NH}_4^+ - \text{N}$ เฉลี่ย = 0.48 และ SD = 0.0048

$$\text{LOD} = \bar{X} + 3 \text{SD} = 0.48 + 0.01 = 0.49 \% \text{NH}_4^+ - \text{N}$$

$$\text{LOQ} = \bar{X} + 10\text{SD} = 0.48 + 0.05 = 0.53 \% \text{NH}_4^+ - \text{N}$$

2. การศึกษาหาค่า Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ของการวิเคราะห์ซ้ำในครั้งเดียวกัน (Repeatability)

ตารางที่ 1 แสดงผลการวิเคราะห์ CRM/SRM ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ของการวิเคราะห์ซ้ำในครั้งเดียวกัน (Repeatability)

ซ้ำที่ 1-10	Ammonium Sulphate (21.20% AN)	SRM DAP (12.15%AN)	STD. (1.2178%AN)
ค่าเฉลี่ย	21.14	12.14	1.23
SD	0.10	0.08	0.03
% Recovery	99.72	99.92	101.33
HORRAT	0.25	0.24	0.81

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery เท่ากับ 98-102 % (AOAC, 1998) แสดงว่า % Recovery ผ่านเกณฑ์การยอมรับ
เกณฑ์การประเมิน HORAAAT < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

3. การศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนของตัวอย่างปุ๋ยที่มีลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) แตกต่างกัน โดยการเติม CRM/SRM ความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ลงไป

ตารางที่ 2 แสดงผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนของตัวอย่างปุ๋ยที่มีลักษณะของเนื้อสาร(Matrix) แตกต่างกัน โดยการเติม CRM/SRM ความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ลงไป

ซ้ำที่	Sample Blank (% AN)	Ammonium Sulphate (21.20% AN)	SRM DAP (12.15%AN)	STD. (1.2178%AN)
ค่าเฉลี่ย	0.00	21.11	12.11	1.24
SD	0.00	0.05	0.04	0.03
%Recovery	-	99.76	99.92	101.28

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery เท่ากับ 98-102 % (AOAC, 1998) แสดงว่า % Recovery ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

4. การศึกษาหาค่า Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ของการวิเคราะห์ซ้ำแบบต่างเวลากัน (Intermediate)

ตารางที่ 2 แสดงผลการวิเคราะห์ CRM/SRM ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ของการวิเคราะห์ซ้ำแบบต่างเวลากัน (Intermediate)

ซ้ำที่ 1-10	Ammonium Sulphate (21.20% AN)	SRM DAP (12.15%AN)	STD. (1.2178%AN)
ค่าเฉลี่ย	21.18	12.19	1.23
SD	0.07	0.08	0.02
% Recovery	99.91	100.33	101

HORRAT

0.20

0.38

0.72

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery เท่ากับ 98-102 % (AOAC, 1998) แสดงว่า % Recovery ผ่านเกณฑ์การยอมรับ
เกณฑ์การประเมิน HORRAT < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี เพื่อให้ได้เทคนิควิธีวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แม่นยำและรวดเร็ว สามารถอ้างอิงได้ตามมาตรฐานสากล ทำให้เป็นที่ยอมรับ โดยทำการศึกษาหาค่า Limit of Detection (LOD), Limit of Quantitation (LOQ), ความถูกต้อง (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) ทำการทดลองโดยการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนของ CRM 3 ระดับความเข้มข้น เพื่อให้ครอบคลุมช่วงการใช้งาน คือ 0 – 21 % AN และนำมาพิสูจน์ความถูกต้อง โดยหาค่า % Recovery ซึ่งพบว่าอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ (98 – 102 %) และพิสูจน์ความเที่ยงโดยใช้สมการของ Horwitz's Ratio พบว่าค่าที่ได้อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ (HORRAT < 2) ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าวิธีนี้เป็นวิธีที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

การนำไปใช้ประโยชน์

การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ย เป็นการพิสูจน์ว่าวิธีนี้เป็นวิธีที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ย และเพื่อให้มีความเชื่อมั่นในผลการทดสอบว่ามีความถูกต้อง แม่นยำ เป็นไปตามเกณฑ์กำหนดของมาตรฐานสากล สามารถใช้เป็นวิธีมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ และยื่นขอการรับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ในขอบข่ายการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยได้อีกด้วย

เอกสารอ้างอิง

- กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี. 2551. คู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร. กรมวิชาการเกษตร. กรุงเทพฯ. 66 หน้า
- คณาจารย์ภาควิชาปฐพีวิทยา. 2548. ปฐพีวิทยาเบื้องต้น. ภาควิชาปฐพีวิทยา คณะเกษตร. มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. กรุงเทพฯ. 547 หน้า
- ดุซงญอ นันทวัฒน์. 2544. การทดสอบความใช้ได้ของวิธี. กองเคมี. กรมวิทยาศาสตร์บริการ. กรุงเทพฯ. 27 หน้า
- อุมาพร สุขม่วง และ อารีย์ คชฤทธิ์. 2553. เอกสารประกอบการฝึกอบรมหลักสูตร “ความใช้ได้ของวิธีทดสอบ”. กรมวิทยาศาสตร์บริการ. กรุงเทพฯ. 33 หน้า
- AOAC Peer – Verified method, Nov. 1998.
- Association of Official Analytical Chemists (AOAC). 2005. Official Method of Analysis 955.04. 18th ed. International Gaithersburg, MD, USA. P. 13-14
- ASTM 2001. Standard Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis. Washington. Oct. 2001. p 336 – p 350.
- Official Methods of Analysis of Fertilizers. 1987. The National Institute of Agriculture Sciences. Ministry of Agriculture, Forestry, and Fisheries, Japan. 130 p.

ภาคผนวก

1. การศึกษาหาค่า Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ)

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง Lab No. 53G-3179 ที่เติมสารมาตรฐานแอมโมเนียมไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบ ปริมาณเล็กน้อย โดยชั่งน้ำหนัก SRM ของปุ๋ยสูตร 12-60-0 ได้น้ำหนัก 4.0028 กรัม ละลายน้ำปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร คำนวณความเข้มข้นได้เท่ากับ 0.4863 %AN

ซ้ำที่	น้ำหนักตัวอย่าง ปุ๋ย (กรัม)	น้ำหนัก SRM (กรัม)	factor	ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร)	%AN
1	0.3245	5.0321	0.2841	8.6	0.49
2	0.3309	5.0245	0.2841	8.5	0.48
3	0.3195	5.0491	0.2841	8.6	0.48
4	0.3248	5.0348	0.2841	8.5	0.48
5	0.3252	5.0415	0.2841	8.6	0.48
6	0.3266	5.0401	0.2841	8.7	0.49
7	0.3271	5.0382	0.2841	8.6	0.48
8	0.3284	5.0295	0.2841	8.6	0.49
9	0.3301	5.0385	0.2841	8.6	0.48
10	0.3198	5.0386	0.2841	8.6	0.48
ค่าเฉลี่ย					0.48
SD					0.0048

2. การศึกษาหาค่า Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ของการวิเคราะห์ซ้ำในครั้งเดียวกัน (Repeatability)

ตารางที่ 2. ผลการวิเคราะห์ CRM/SRM ทั้ง 3 ระดับความเข้มข้น คือ Ammonium Sulphate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen (Aldrich Chem. 204501) , Ammonium Dihydrogen Phosphate 12.15 ± 0.11 % Nitrogen (SRM No.194 NIST)และสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 1.2178 % AN

ซ้ำที่	Ammonium Sulphate (21.20% AN)	SRM DAP (12.15%AN)	STD. (1.2178%AN)
1	21.14	12.22	1.2
2	21.19	12.19	1.26
3	21.25	12.13	1.24
4	21.02	12.01	1.19
5	21.17	12.12	1.26
6	21.07	12.19	1.24
7	21.27	12.28	1.25
8	21.05	12.08	1.24
9	21.27	12.04	1.26
10	21	12.14	1.2
ค่าเฉลี่ย	21.14	12.14	1.23
SD	0.1	0.08	0.03

3. การศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนของตัวอย่างปุ๋ยที่มีลักษณะของเนื้อสาร(Matrix) แตกต่างกัน โดยการเติม CRM/SRM ความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ลงไป

ตารางที่ 3 แสดงผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนของตัวอย่างปุ๋ยที่มีลักษณะของเนื้อสาร(Matrix) แตกต่างกัน โดยการเติม CRM/SRM ความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ลงไป

ซ้ำที่	Sample Blank (% AN)	Ammonium Sulphate (21.20% AN)	SRM DAP (12.15%AN)	STD. (1.2178%AN)
1	0.00	21.08	12.14	1.26
2	0.00	21.14	12.12	1.25
3	0.00	21.19	12.04	1.26
4	0.00	21.17	12.19	1.19
5	0.00	21.07	12.12	1.2
6	0.00	21.12	12.1	1.24
7	0.00	21.11	12.06	1.3
8	0.00	21.06	12.08	1.23
9	0.00	21.12	12.07	1.26
10	0.00	21.05	12.13	1.24
ค่าเฉลี่ย	0.00	21.11	12.11	1.24
SD	0.00	0.05	0.04	0.03
%Recovery	-	99.76	99.92	101.08

4. การศึกษาหาค่า Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ของการวิเคราะห์ซ้ำแบบต่างเวลากัน (Intermediate)

ตารางที่ 4. ผลการวิเคราะห์ CRM/SRM ทั้ง 3 ระดับความเข้มข้น คือ Ammonium Sulphate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen (Aldrich Chem. 204501) , Ammonium Dihydrogen Phosphate 12.15 ± 0.11 % Nitrogen (SRM No.194 NIST)และสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 1.2178 % AN

ซ้ำที่	Ammonium Sulphate (21.20% AN)	SRM DAP (12.15%AN)	STD. (1.2178%AN)
1	21.15	12.29	1.22
2	21.26	12.15	1.26
3	21.13	12.2	1.21
4	21.07	12.04	1.24
5	21.19	12.25	1.25
6	21.18	12.06	1.26
7	21.24	12.27	1.23
8	21.28	12.21	1.25
9	21.08	12.24	1.2
10	21.17	12.23	1.2
ค่าเฉลี่ย	21.18	12.19	1.23
SD	0.07	0.08	0.02