

## รายงานเรื่องเต็มผลการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2555

1. ชุดโครงการวิจัย                      วิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
2. โครงการวิจัย                              การพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์พืชและปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
  - กิจกรรมที่ 1                                  พัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ย พืช ดิน น้ำ สารอินทรีย์ สารควบคุมการเจริญเติบโตพืช สารสกัด และวัตถุอันตรายทางการเกษตร
  - กิจกรรมย่อยที่ 1.1                        พัฒนาเทคนิคระบบการตรวจวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปุ๋ย
3. ชื่อการทดลอง(ภาษาไทย)              ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี  
ชื่อการทดลอง(ภาษาอังกฤษ)              Method Validation on Analysis of Total Nitrogen in  
Fertilizers
4. คณะผู้ดำเนินงาน
  - ชื่อหัวหน้าโครงการ                      นางจิตติมา ยถาภูชานนท์ สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
  - หัวหน้าการทดลอง                        นางอุมาพร รักษาพรหมณ์ กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6
  - ผู้ร่วมงาน                                  นางตติลักษณ์ เหมะ สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6  
นางเกษสิริ ฉันทพิริยะพูน สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6

## 5. บทคัดย่อ

การทดลองได้ทำการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ ในปุ๋ยเคมี มีวัตถุประสงค์เพื่อทำการตรวจสอบเพื่อยืนยันความเหมาะสมของวิธีที่ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 นำมาใช้ในการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี เป็นการสร้างความ

เชื่อมั่นด้านการตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย โดยการยืนยันคุณลักษณะเฉพาะของวิธีวิเคราะห์ (method performance characteristics) และประเมินด้วยวิธีทางสถิติว่าวิธีวิเคราะห์นี้มีความถูกต้องและเหมาะสมตามวัตถุประสงค์ของการใช้งาน คุณลักษณะเฉพาะของวิธีเหล่านี้ได้แก่ ความจำเพาะเจาะจง (Specificity/selectivity) ความแม่นยำ (Accuracy) โดยทำการประเมินค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ (Recovery) ของตัวอย่างอ้างอิง ที่ความเข้มข้นระดับสูง (ที่ความเข้มข้น 46.54 % ) ได้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ 100.01 % ที่ความเข้มข้นระดับกลางที่มีในเตรทเป็นองค์ประกอบ (ที่ความเข้มข้น 26.019 % ) ได้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ 99.77 % ที่ความเข้มข้นระดับต่ำ ที่ระดับ LOQ (ที่ความเข้มข้น 2.00 % ) ได้ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ 99.99 % และจากการประเมินค่าความเที่ยง (Precision) โดยพิจารณาจากค่า HORRAT ค่าความเที่ยงของทุกระดับความเข้มข้นอยู่ในเกณฑ์ยอมรับคือน้อยกว่า 2 พิสัย หรือช่วงการใช้งาน (working range) ความเป็นเส้นตรง (linearity) พบว่ามีความสัมพันธ์เชิงเส้น  $r = 1.00$  ขีดจำกัดของการตรวจพบ (limit of detection, LOD) และ ขีดจำกัดของการตรวจวัด (limit of quantitation ,LOQ) จากการประเมินพบว่าขีดจำกัดของการตรวจพบ (LOD) อยู่ที่ 0.3 %  $K_2O$  และขีดจำกัดของการตรวจวัด (LOQ) อยู่ที่ 2.0 % TN และเมื่อประเมินความถูกต้อง ความแม่นยำ ความจำเพาะเจาะจง ช่วงใช้งานและความเป็นเส้นตรง พบว่า ผ่านเกณฑ์ประเมิน ซึ่งทำให้สามารถยืนยันได้ว่าวิธีการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี ที่ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 ใช้อุปกรณ์ความน่าเชื่อถือสามารถนำไปเป็นวิธีมาตรฐานในการทดสอบ และสามารถนำไปใช้สำหรับให้บริการแก่เกษตรกรผู้ประกอบการ และการดำเนินการตามกฎหมายได้

## คำนำ

กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 6 เป็นหน่วยงานในสังกัดกรมวิชาการเกษตร มีภารกิจในการให้บริการวิเคราะห์ ทดสอบ ตรวจสอบ และรับรองด้านปัจจัยการผลิต วินิจฉัยความผิดปกติของพืช ตรวจสอบรับรองคุณภาพสินค้าเกษตร ความถูกต้องและความน่าเชื่อถือของวิธีการวิเคราะห์จากห้องปฏิบัติการถือเป็นสิ่งที่มีความสำคัญ ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์เป็นงานหลักที่สำคัญของห้องปฏิบัติการทดสอบ และเป็นหนึ่งในข้อกำหนดในการขอรับรองความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบ ตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 : 2005 เพื่อแสดงให้เห็นว่าวิธีที่นำมาใช้ในห้องปฏิบัติการนั้นสามารถให้ผลการทดสอบที่แม่นยำ และเหมาะสมกับวัตถุประสงค์ที่จะนำไปใช้งาน

ในการให้บริการวิเคราะห์ปุ๋ย มีทั้งส่วนที่ให้บริการทั่วไปและวิเคราะห์เพื่อเป็นหลักฐานในการดำเนินการคดีตามกฎหมาย ดังนั้นวิธีการทดสอบต้องได้รับการตรวจสอบความถูกต้องของวิธีก่อน

ห้องปฏิบัติการ วิเคราะห์ปัจจัยการผลิตจึงได้เริ่ม ดำเนินการทดสอบ ความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ โปแทชที่ละลายในปุ๋ยเคมีขึ้น เพื่อเป็นประกันคุณภาพผลการทดสอบตามมาตรฐานระบบคุณภาพ ISO/IEC 17025 : 2005

### วิธีการดำเนินการและอุปกรณ์

#### อุปกรณ์/เครื่องมือ

- 1 เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 2 และ 4 ตำแหน่ง
- 2 เครื่องย่อยตัวอย่างขนาด 8 หน่วย
- 3 เครื่องกลั่น ตัวอย่าง ชนิด 6 หน่วย
- 4 หลอดย่อยตัวอย่าง ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 5 ขวดกลั่นตัวอย่าง ขนาด 500 มิลลิลิตร
- 6 ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 มิลลิลิตร

#### สารเคมี

- 1 Anhydrous sodium carbonate ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), AR grade
3. Boric acid ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ), AR grade
3. Copper sulfate ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), AR grade
- 4 Ethyl alcohol 90% ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), AR grade
- 5 Standard hydrochloric acid (HCL) 1 N, AR grade
- 6 Methylene blue, AR grade
- 7 Methyl red, AR grade
- 8 Potassium sulfate ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ ), AR grade
- 9 Pumice stone granular ขนาด 0.8-3 มิลลิเมตร
- 10 Sodium hydroxide (NaOH), Commercial grade หรือ AR grade
- 11 Salicylic acid [ $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH}).\text{COOH}$ ], AR grade
- 12 Sulfuric acid 98% ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), AR grade
- 13 Sodium thiosulfate ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), AR grade
- 14 Zinc granular, AR grade
- 15 สารมาตรฐานอ้างอิง  
BCR-194  
BCR-178  
BCR-179  
SRM-695 ( mix fertilizer )

## ขั้นตอนการดำเนินงาน

### 1. เตรียมวัสดุและสารเคมี

ตรวจสอบความพร้อมของเครื่องมือ (Flame Photometer)

สอบเทียบเครื่องชั่ง และเครื่องแก้ว

จัดหาสารมาตรฐานอ้างอิง

### 2. วิธีการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

#### 2.1 การเตรียม Reagent

##### 2.1.1 สารละลายบอริกอิမ်ตัว

ชั่งกรดบอริกจำนวน 40 กรัม ใส่ใน Beaker ขนาด 2000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร นำไปต้มจนละลายหมด เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

##### 2.1.2 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ จำนวน 500 กรัม ใส่ Beaker ขนาด 2000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ประมาณ 800 มิลลิลิตร โดยทำการละลายให้หมดในตู้ดูดควัน เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

##### 2.1.3 สารละลาย Mixed indicator

2.1.3.1 ชั่งเมทิลเรดจำนวน 0.20 กรัม ใส่ใน Beaker ขนาด 200 มิลลิลิตร เติม Ethyl alcohol 90% ปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

2.1.3.2 ชั่งเมทิลินบลู จำนวน 0.10 กรัม ใส่ใน Beaker ขนาด 200 มิลลิลิตร เติม Ethyl alcohol 90% ปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

2.1.3.3 นำสารละลายข้อ 7.1.3.1 และข้อ 7.1.3.2 มาผสมรวมกัน คนให้เข้ากัน

##### 2.1.4 Mixed catalyst

ผสม Copper sulfate และ Potassium sulfate ในอัตราส่วน 1:9 โดยน้ำหนัก

#### 2.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

##### 2.2.1 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกมาตรฐาน 0.2 นอร์มอล

ละลาย Standard HCl 1 N จำนวน 1 Ampoule ลงใน Volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

2.2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกมาตรฐาน 0.2 N (Standardization)

2.2.2.1 ซั่งโซเดียมคาร์บอเนต ( $\text{anh.Na}_2\text{CO}_3$ ) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 105 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จำนวน 0.2xxx กรัม ใส่ลงใน Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร

### 2.3 การวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด

2.3.1 ซั่งตัวอย่างปุ๋ย 0.2xxx กรัมใส่ Kjeldahl Tube

2.3.2 เติมสารละลายกรดผสมระหว่าง กรดซัลฟูริก และ กรดซาลิไซลิก

2.3.3 นำไปตั้งบนเตาย่อย อุณหภูมิ 60 องศา 30 นาที ปิดไฟ และตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

2.3.4 โซเดียมไทโอซัลเฟต ประมาณ 1 กรัม และ mix catalyst 1 ซ้อน

2.3.5 ย่อยต่อ โดยตั้งอุณหภูมิ ที่ 300 C 1 ชั่วโมง ตั้งอุณหภูมิ 360 C จนได้

สารละลายใสสีเขียว ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

2.3.6 ถ่ายสารละลายที่ได้ ลง Kjeldahl flask เติมน้ำกลั่น 250 mL เติม สารละลาย NaOH 50 % 50 mL

2.3.7 นำเข้าเครื่องกลั่น โดยตั้งไฟปานกลาง กลั่น รองรับด้วยสารละลายบอริก

2.3.8 กลั่นจนได้ของเหลวประมาณ 170 mL

2.3.9 นำของเหลวที่ได้ไปไทเทรตหาปริมาณไนโตรเจน

### 2.2.5 การคำนวณ

$$\% \text{ Total N} = \frac{\text{N (HCl)} \times (\text{mL(HCl)} - \text{mL(Blank)}) \times 1.40067}{\text{wt. of sample}}$$

## 3. ดำเนินการประเมินความถูกต้องของการวิเคราะห์

3.1 การศึกษาหาค่า ช่วงของการวัด (Range), ช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) ของวิธี

วิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

3.1.1 วิเคราะห์ตัวอย่างอ้างอิงปุ๋ยที่ 3 ระดับความเข้มข้น ดำเนินการวิเคราะห์ตาม วิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนตัวอย่างปุ๋ยเคมี

3.1.2 นำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นของ สารอ้างอิง กับค่าที่ วิเคราะห์ได้พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง

3.1.3 บันทึกผล สร้างกราฟระหว่าง ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของตัวอย่างที่อ่านได้กับค่า มาตรฐานรับรอง

3.1.4 คำนวณหาค่า Correlation coefficient (r)

3.2 การศึกษาหาค่า Limit of Detection (LOD)

3.2.1 ชั่ง Sample Blank น้ำหนัก 0.2xx กรัม ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ย

3.2.2 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

3.3 การศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ย ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ

3.3.1 ชั่ง CRM ของปุ๋ยที่มีปริมาณความเข้มข้น สูง กลาง ต่ำ ไม่ต่ำกว่าความเข้มข้นละ 10 ช้ำ พร้อมทำ Reagent Blank

3.3.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเริ่มต้นจากความเข้มข้นของ LOQ หรือต่ำกว่า

3.3.3 บันทึกข้อมูล และ คำนวณผล

3.3.4 เปรียบเทียบค่าที่ได้กับค่าที่รับรองของ CRM

3.3.5 ชั่งตัวอย่างปุ๋ยที่มีลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) แตกต่างจาก 3.3.1 พร้อมกับทำ Sample Blank ดำเนินการวิเคราะห์เช่นเดียวกับขั้นตอน 3.3.1-4

3.4 การศึกษาหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนที่ละลายน้ำในปุ๋ยที่ ระดับความเข้มข้น สูง กลาง ต่ำ

3.4.1 ชั่ง CRM ของปุ๋ยทั้ง 3 ระดับความเข้มข้น ไม่ต่ำกว่าความเข้มข้นละ 10 ช้ำ โดยบุคคล เวลา และเครื่องมือเดียวกัน

3.4.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ย โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเริ่มต้นจากความเข้มข้นของ LOQ หรือต่ำกว่า

3.4.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่า Precision ให้เป็นที่ยอมรับได้

3.4.4 ดำเนินการวิเคราะห์เช่นเดียวกับขั้นตอน a - c โดยใช้ตัวอย่างปุ๋ยที่ใช้วิเคราะห์จริง ที่ 3 ระดับความเข้มข้น โดยทำการวิเคราะห์ที่เวลาแตกต่างกัน

**ระยะเวลาดำเนินการ (เริ่มต้น-สิ้นสุด)**

ตุลาคม 2554 – กันยายน 2555

**สถานที่ดำเนินการ**

ห้องปฏิบัติการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 6 จันทบุรี

**ผลการทดลองและวิจารณ์**

จากการประเมินความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ ได้ผลการทดลองดังนี้

1 ช่วงของการวัด และความเป็นเส้นตรง

หาค่าความเป็นเส้นตรงซึ่ง sample blank และ เติมสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นดังนี้

12.15, 26.02, 46.54 คำนวณหาค่า Correlation coefficient (r)

เกณฑ์ การยอมรับ มากกว่า 0.995

ค่าที่ได้จากการทดลอง 1.00

2. หาขีดจำกัดของการตรวจวัด(LOD) และขีดจำกัดการตรวจพบ(LOQ)

วิเคราะห์ sample ที่มีความเข้มข้นต่ำ แล้วหาค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน 5 ซ้ำ ได้ผลการ

วิเคราะห์ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงค่าการวิเคราะห์ขีดจำกัดของการตรวจวัด

Lab_no	ค่าจากการวิเคราะห์
1	0.11
2	0.06
3	0.13
4	0.04
5	0.18
6	0.17
7	0.03
8	0.27
ค่าเฉลี่ย	0.13
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.08

เกณฑ์การประเมิน สามเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน  $\bar{x} + 3 SD = 0.37$

ดังนั้นขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด คือ 0.4 %

ขีดจำกัดของการตรวจวัด ( LOQ ) เป็นการหาค่า LOQ โดยประมาณและทำการยืนยันค่า LOQ ที่มีความเที่ยงและความแม่นยำในระดับที่ยอมรับได้เกณฑ์การประเมิน สิบเท่าของค่าขีดจำกัดของการตรวจพบ (LOD) ดังนั้นค่า ขีดจำกัดของการตรวจวัด ( LOQ ) ประมาณ 1 %

### 3. ประเมินค่าความแม่นยำของการวิเคราะห์ (Accuracy)

#### 3.1 ประเมินความแม่นยำ ที่ระดับต่ำ ระดับ LOQ (2%)

ตารางที่ 2 แสดงค่าวิเคราะห์จาก การประเมินความแม่นยำที่ระดับความเข้มข้นต่ำ

Lab_no	%N	% recov
Spike_1	2.1315	99.01
Spike_2	2.1540	100.14
Spike_3	2.1578	100.33
Spike_4	2.1609	100.49
Spike_5	2.1277	98.81
Spike_6	2.1501	99.94
Spike_7	2.1225	98.55
Spike_8	2.1609	100.49
Spike_9	2.1772	101.31
Spike_10	2.1672	100.80
ค่าเฉลี่ย	2.15	99.99
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.02	0.86
RSD	0.80	0.86

เกณฑ์การยอมรับ ค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ อยู่ในช่วง 98-100 %

ค่าเฉลี่ยเปอร์เซ็นต์การคืนกลับจากการวิเคราะห์ 99.99 อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ

#### 3.2 ประเมินความแม่นยำที่ระดับกลาง โดยใช้ BCR-194

ตารางที่ 3 แสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยความเข้มข้นระดับกลาง

Lab_no	ผลการวิเคราะห์
BCR_194_1	12.09
BCR_194_2	12.00
BCR_194_3	12.29
BCR_194_4	12.19
BCR_194_5	12.16

BCR_194_6	12.20
BCR_194_7	12.10
BCR_194_8	12.20
BCR_194_9	12.09
BCR_194_10	12.15
ค่าเฉลี่ย	12.15
ค่ารับรอง	12.15
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.08
RSD	0.64

3.2.1 ประเมินค่า % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 %

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100, = 99.98 \text{ ยอมรับ}$$

3.2.2 ประเมินค่า t-test เพื่อดูค่าที่วิเคราะห์ได้แตกต่าง จากใบรับรองหรือไม่

$$.t = \frac{x - \mu}{\frac{s}{\sqrt{n}}} = 0.09 \text{ เมื่อเทียบจากตาราง t ที่ ความเชื่อมั่น 95 \% คือ 2.26}$$

พบว่าค่าจากการทดลองน้อยกว่า ดังนั้น ยอมรับค่าจากการทดลองไม่แตกต่างจากค่ารับรอง

3.3 ประเมินความแม่นยำระดับความเข้มข้นกลาง ที่มีในเตรทเป็นองค์ประกอบโดยใช้ สารมาตรฐาน BCR-178

ตารางที่ 4 แสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยความเข้มข้นระดับกลาง

Lab_no	ผลการวิเคราะห์
BCR_178_1	26.09
BCR_178_2	25.84
BCR_178_3	25.88
BCR_178_4	26.08
BCR_178_5	25.97
BCR_178_6	25.82

BCR_178_7	25.86
BCR_178_8	26.05
BCR_178_9	25.96
BCR_178_10	26.04
ค่าเฉลี่ย	25.96
ค่ารับรอง	26.019
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.10
RSD	0.38

### 3.3.1 ประเมินค่า % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 %

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100, = 99.77 \text{ ยอมรับ}$$

### 3.3.2 ประเมินค่า t-test เพื่อดูค่าที่วิเคราะห์ได้แตกต่าง จากใบรับรองหรือไม่

$$.t = \frac{x - \mu}{\frac{s}{\sqrt{n}}} = 0.01 \text{ เมื่อเทียบจากตาราง t ที่ ความเชื่อมั่น 95 \% คือ 2.26 พบว่าค่าจาก}$$

การทดลองน้อยกว่า ดังนั้น ยอมรับค่าจากการทดลองไม่แตกต่างจากค่ารับรอง

### 3.4 ประเมินความแม่นยำ ที่ระดับความเข้มข้นสูงโดยใช้สารมาตรฐานอ้างอิง BCR-179

ตารางที่ 6

Lab_no	ผลการวิเคราะห์
BCR_179_1	46.52
BCR_179_2	46.60
BCR_179_3	46.50
BCR_179_4	46.41
BCR_179_5	46.70
BCR_179_6	46.60
BCR_179_7	46.43
BCR_179_8	46.45
BCR_179_9	46.56
BCR_179_10	46.67
ค่าเฉลี่ย	46.54

ค่ารับรอง	46.54
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.09
RSD	0.11

3.4.1 ประเมินค่า % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 %

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100, = 100.01 \text{ ยอมรับ}$$

3.4.2 ประเมินค่า t-test เพื่อดูค่าที่วิเคราะห์ได้แตกต่าง จากใบรับรองหรือไม่

$$t = \frac{\bar{x} - \mu}{\frac{s}{\sqrt{n}}} = 0.11 \text{ เมื่อเทียบจากตาราง t ที่ ความเชื่อมั่น 95 \% คือ 2.26}$$

พบว่าค่าจากการทดลองน้อยกว่า ดังนั้น ยอมรับค่าจากการทดลองไม่แตกต่างจากค่ารับรอง

3.5 ประเมินความแม่นยำโดยใช้ตัวอย่างปฏิกิริยาที่มี matrix เช่นเดียวกับปฏิกิริยาที่วิเคราะห์จริง ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างปฏิกิริยา SRM 695

Lab_no	ผลการวิเคราะห์
SRM_695_1	13.92
SRM_695_2	13.85
SRM_695_3	13.90
SRM_695_4	13.81
SRM_695_5	13.92
SRM_695_6	13.84
SRM_695_7	13.89
SRM_695_8	13.74
SRM_695_9	13.92
SRM_695_10	13.84
ค่าเฉลี่ย	13.86
ค่ารับรอง	13.90
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.06
RSD	0.41

### เกณฑ์การยอมรับ

3.4.1 ประเมินค่า % Recovery อยู่ในช่วง 98-102 %

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100, = 99.73 \text{ ยอมรับ}$$

3.4.2 ประเมินค่า t-test เพื่อดูค่าที่วิเคราะห์ได้แตกต่างจากใบรับรองหรือไม่

วิเคราะห์ ตัวอย่างปุ๋ยผสม หมายเลข SRM 695 ได้ผลการวิเคราะห์ ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ SRM 695

$$t = \frac{x - \mu}{\frac{s}{\sqrt{n}}} = 2.10 \text{ เมื่อเทียบกับตาราง 2.26 พบว่าค่าจากการทดลองน้อยกว่า}$$

ดังนั้นจึงยอมรับว่าค่าวิเคราะห์ ไม่แตกต่างจากค่ารับรอง

### 4 ประเมินค่าความเที่ยง (Precision )

เกณฑ์การประเมิน โดยการใช้ค่า HORRAT =  $\frac{RSD_{obs}}{RSD_{exp}} < 2$

ประเมินความเที่ยง โดยใช้บุคคล สถานที่ และเวลาเดียวกัน และต่างเวลายัง

ตารางที่ 6 แสดงค่า HORRAT ของปุ๋ยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ระดับความเข้มข้น	RSD <sub>obs</sub>	RSD <sub>expect</sub>	HORRAT	ระยะเวลาในการวิเคราะห์
ระดับต่ำ (2%)	0.8	1.8	0.44	เวลาเดียวกัน
ระดับกลาง BCR 194	0.64	1.8	0.36	เวลาเดียวกัน
ระดับกลางมีไนเตรท BCR-178	0.38	1.8	0.21	เวลาเดียวกัน
ระดับสูง BCR-179	0.20	1.8	0.11	เวลาเดียวกัน

ปุ๋ยที่มี matrix ผสม SRM 695	0.44	1.8	0.23	เวลาเดียวกัน
ปุ๋ยผสม 38-5-5	0.55	1.8	0.31	<u>ต่างเวลากัน</u>

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีโดยการประเมินความสมของวิธีด้วยพารามิเตอร์ต่าง ๆ พบว่าวิธีการนี้ผ่านเกณฑ์ประเมินความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ทุกพารามิเตอร์ดังรายละเอียดต่อไปนี้

1. Working range ที่เหมาะสมสำหรับการทำ Calibration curve ที่ความเข้มข้น และ 10 ซึ่งอยู่ในช่วง ที่เป็นเส้นตรง (Linearity)
2. ได้ค่าขีดจำกัดของการตรวจวัด (LOD) คือ 0.1 % TN
3. ได้ค่าขีดจำกัดของการตรวจหาปริมาณ (LOQ) คือ 2.0 % TN
4. พิสูจน์ความถูกต้องของการวิเคราะห์ปุ๋ย โดยใช้ CRM ที่ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง พบว่าค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ ทุกระดับความเข้มข้น
5. ประเมินความเที่ยง (Precision) ของวิธี โดยพิจารณาจากค่าความสมการ HORRAT ต้องมีค่าน้อยกว่า 2 พบว่าที่ทุกระดับความเข้มข้นผ่านเกณฑ์ประเมิน และเมื่อนำปุ๋ยตัวอย่างเดียวกัน วิเคราะห์ที่เวลาต่างกัน ก็ยังคงมีความเที่ยงอยู่

### เอกสารอ้างอิง

ทิพวรรณ นิ่งน้อย.แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการเดียว.

2549.กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข นนทบุรี

วรรณรัตน์ ชุตินุตร และชฎาพร คงนาม.2541.คู่มือวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี.พินนี้ พับลิชชิ่ง กรุงเทพฯ. 66 หน้า

Peter,F.K. (ed.). 2005. Official Method of Analysis Of AOAC International 18<sup>th</sup> Method 938.02. AOAC

International Inc., Gaithersberg, MD.

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

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

