

## รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

-----

- 1. แผนงานวิจัย** : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปัจจัยการผลิตทางการเกษตรตามมาตรฐานสากล
- 2. โครงการวิจัย** : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ ปุ๋ย ฟอสฟอรัส และน้ำ  
**กิจกรรม** : พัฒนาเทคนิคระบบการตรวจวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปุ๋ย  
**กิจกรรมย่อย (ถ้ามี)** : -
- 3. ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย)** : พัฒนาระบบการวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยโดยเทคนิคคอมบัสชัน  
**ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ)** : Development and Method Validation on Analysis of Total Nitrogen in Fertilizer by Combustion Method
- 4. คณะผู้ดำเนินงาน**  
**หัวหน้าการทดลอง** : นางสาวอาธิยา ปุ่นประโคน สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.  
**ผู้ร่วมงาน** : นางสาววรรณรัตน์ ชูติบุตร สังกัดกลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.  
นางทองจันทร์ พิมพ์เพชร สังกัดกลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.
- 5. บทคัดย่อ**

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยโดยเทคนิคคอมบัสชัน โดยดำเนินงานในปีงบประมาณ 2559-2562 เริ่มตั้งแต่เดือนตุลาคม 2559 ถึงเดือนกันยายน 2561 ณ กลุ่มงานวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี ดำเนินการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์ ระหว่าง 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 โดยเทคนิคเจลดดาห์ล (Kjeldahl Method) และ วิธีเทคนิคคอมบัสชัน (Combustion Method) เปรียบเทียบผลทางสถิติ Paired t-test พบว่า ผลวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดของทั้ง 2 วิธี ในปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์ไม่แตกต่างกัน และจากการหาปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ ในปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์เท่ากับ 0.02 และ 0.06 และปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดปริมาณได้ โดยมีความแม่นยำและความเที่ยง เท่ากับ 0.24 และ 0.198 การพิสูจน์ความแม่นยำ และความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ในปุ๋ยเคมี ได้ %Recovery เท่ากับ 99.5 100.19 และ 99.94 และค่า HorRat เท่ากับ 0.84 0.41 และ 0.08 และปุ๋ยอินทรีย์ ได้ %Recovery

100.49 98.50 และ 98.54 และค่า HorRat เท่ากับ 0.33 0.37 และ 0.15 ตามลำดับ ตามลำดับ ซึ่งผลวิเคราะห์ที่ได้มีค่าความแม่นยำและความเที่ยง ผ่านเกณฑ์การยอมรับ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์ โดยวิธีเทคนิคคอมบัสชัน (Combustion Method) เป็นวิธีมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ ที่มีความถูกต้อง แม่นยำ และเหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์

#### Abstract

Method Validation on Analysis of Total Nitrogen in Chemical Fertilizer and Organic Fertilizer by Combustion Method Operated from October 2015 to September 2016. At the System Research of Fertilizer. Agricultural Chemistry Research Group. Agricultural Production Science Research and Development Division. Analysis of Total Nitrogen in Chemical Fertilizer and Organic Fertilizer between Kjeldahl Method and Combustion Method Then compare the results by Paired t-test. Were found, Total nitrogen content of both methods in chemical fertilizers and organic fertilizers is not different. The limit of detection of Chemical Fertilizer and Organic Fertilizer were 0.02 and 0.06 and limit of quantification is 0.24 and 0.198. Accuracy and precision of low, medium and high concentrations in Chemical Fertilizer were 99.5, 100.19 and 99.94 %Recovery and HorRat were 0.84, 0.41 and 0.08 in Organic Fertilizer were 100.49, 98.50 and 98.50 %Recovery and HorRat were 0.33, 0.37 and 0.15 acceptance criteria. Combustion Method Analysis of Total Nitrogen in Chemical Fertilizer and Organic Fertilizer is standard method for laboratory, and fit for the intended use.

## 6. คำนำ

ไนโตรเจน เป็นธาตุที่พืชต้องการเป็นปริมาณมากหรือธาตุอาหารมหัพภาค (Macronutrient) ซึ่งถือว่าเป็นธาตุที่มีบทบาทสำคัญในการเจริญเติบโตของพืช (คณาจารย์ภาควิชาปฐพีวิทยา, 2548) ไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีมีหลายรูป เช่น แอมโมเนียมไนโตรเจน ไนเตรทไนโตรเจน ยูเรียไนโตรเจน เป็นต้น การวิเคราะห์ไนโตรเจนในแต่ละรูปก็มีวิธีเฉพาะที่แตกต่างกัน เช่น ไนโตรเจนทั้งหมดใช้วิธีเจลดาคัล (Kjeldahl Method) หรือวิธีคอมบัสชัน (Combustion Method) (AOAC, 2016) การพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการให้มีมาตรฐานสากล จำเป็นที่จะต้องมีการวิเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพ มีระบบการควบคุมคุณภาพ (Quality control) และการประกันคุณภาพของห้องปฏิบัติการ (Quality assurance) การเลือกใช้วิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสมกับเครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีที่มีอยู่ ทำให้ลดประสิทธิภาพในการปฏิบัติงานลง เทคโนโลยี เครื่องมือ และเทคนิควิธี วิเคราะห์ธาตุอาหารพืชในตัวอย่างประเภทต่างๆ มีการเปลี่ยนแปลง/ปรับปรุง/พัฒนา ให้มีความเหมาะสม ถูกต้อง รวดเร็ว และเป็น

ทางเลือกใหม่มากขึ้น และเนื่องจากตัวอย่างที่ส่งมาวิเคราะห์หาสัดส่วนไนโตรเจน หรือไนโตรเจนในรูปแบบต่างๆ (Fraction-N) ณ กลุ่มงานวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ยนั้น มีปริมาณไม่ต่ำกว่า 5,000 ตัวอย่างต่อปี ดังนั้นจึงจำเป็นต้องพัฒนา วิเคราะห์ตัวอย่างให้มีความรวดเร็ว และแม่นยำ ทำให้เกิดความเชื่อมั่นในผลการวิเคราะห์ และเป็นที่ยอมรับตามมาตรฐานสากล

## 7. วิธีดำเนินการ

### 7.1 อุปกรณ์

- เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 2 ตำแหน่ง และ 4 ตำแหน่ง
- เครื่องวิเคราะห์ไนโตรเจนแบบคอมบัสชัน รุ่น TruSpec N
- เครื่องแก้วและวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์
- Boric Acid ( $H_3BO_3$ ), AR grade
- EDTA Standard (Leco)
- EDTA (Merck)
- Lecosorb (Sodium Hydroxide และ coated on silicate)
- Anhydron (Magnesium Perchlorate)
- Furnace Reagent (Calcium Oxide และ kaolin)
- Alumina Oxide Pellets
- Magnesium Oxide
- -N-catalyst Reagent
- Copper Turning Degassed
- Copper Turning Degassed
- Copper Sticks
- Quartz Wool Strips
- Steel Wool
- Ammonium dihydrogen phosphate ( $NH_4H_2PO_4$ ), AR grade
- Boric acid, AR grade
- Copper sulfate ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ), AR grade
- Ethyl alcohol 90 % ( $C_2H_5OH$ ), AR grade
- Methylene blue, AR grade
- Methyl red, AR grade
- Potassium sulfate, AR grade
- Salicylic acid, AR grade

- Sulfuric acid 95-98% , AR grade
- Standard hydrochloric Acid 1 N, AR grade
- Sodium hydroxide, Commercial grade
- Sodium thiosulfate, AR grade
- Zinc granular, AR grade
- แก๊ส Helium ชนิดบริสุทธิ์ 99.999%
- แก๊ส Oxygen ชนิดบริสุทธิ์ 99.7%
- วัสดุอ้างอิงรับรอง/วัสดุอ้างอิงมาตรฐาน
  - Urea  $46.54 \pm 0.08$  % (CRM-BCR 179)
  - Ammonium Dihydrogen Phosphate  $12.13 \pm 0.047$  % Nitrogen (SRM No.194 NIST)
  - Potassium Nitrate  $13.85 \pm 0.01$ (SRM No.193 NIST)
  - Calcium Ammonium Nitrate  $26.019 \pm 0.054$  % Nitrogen (CRM-BCR 178)
  - CRM GBW07415a  $0.197 \pm 0.06$ %TN
  - Sodium Carbonate  $99.970 \pm 0.014$  % (SRM 351a)

## 7.2 วิธีการ

- 7.2.1. จัดเตรียมตัวอย่างปุ๋ยเคมี สำหรับวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด และวัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material; CRM) ที่มีค่ารับรอง (Certified Value) และค่าความไม่แน่นอน (Uncertainty)ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ
- 7.2.2. จัดเตรียมปุ๋ยสำหรับการวิเคราะห์ได้แก่ ปุ๋ยเคมีจำนวนไม่ต่ำกว่าความเข้มข้นละ 20 ตัวอย่าง และ ปุ๋ยอินทรีย์จำนวน 30 ตัวอย่าง
- 7.2.3. วิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในตัวอย่างปุ๋ยเคมี และปุ๋ยอินทรีย์ ตามวิธีประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี พ.ศ.2559 วิธี 1.05.01 โดยเทคนิคเจลดาล์ล(Kjeldahl Method) และ วิธี 1.05.02 เทคนิคคอมบัสชัน (Combustion Method)
- 7.2.4. เปรียบเทียบผลวิเคราะห์ของทั้ง 2 เทคนิค โดยใช้สถิติ t-test ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์
- 7.2.5. ศึกษาหาค่า Range and Linearity ของวิธีวิเคราะห์วิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ Combustion Method
  - 7.2.5.1 ชั่ง Sample Blank 0.05xx กรัม, เติม Sucrose 0.5 เท่า และเติม EDTA 7 ระดับ ปริมาณน้ำหนักรวม คือ 0.03xx, 0.06xx, 0.1xxx, 0.2xxx, 0.3xxx, 0.4xxx และ 0.5xxx กรัม

- 7.2.5.2 นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TruSpec N
- 7.2.5.3 นำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟระหว่างปริมาณไนโตรเจน(mg) กับพื้นที่ของสาร( Area)
- 7.2.5.4 พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรง
- 7.2.5.5 ชั่ง Sample Blank 0.05xx กรัม, เติม Sucrose 0.5 เท่า และเติม EDTA 7 ระดับ ปริมาณน้ำหนัก คือ 0.03xx, 0.06xx, 0.1xxx, 0.15xx, 0.2xxx, 0.3xxx และ 0.4xxx กรัม ในช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง ตาม ข้อ 4.2.5.4
- 7.2.5.6 นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TruSpec N ปริมาณน้ำหนักละ 3 ซ้ำ
- 7.2.5.7 บันทึกผล สร้างกราฟระหว่างปริมาณไนโตรเจน(mg) กับพื้นที่ของสาร(Area)
- 7.2.5.8 พิจารณาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient : r) :  $r \geq 0.995$

#### 7.2.6. การศึกษาหาค่า Limit of Detection (LOD)

- 7.2.6.1 ชั่ง Sample Blank 0.1xxx กรัมและเติม Sucrose 0.5 เท่า นำไปวิเคราะห์ด้วย เครื่อง TruSpec N
- 7.2.6.2 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
- 7.2.6.3 คำนวณค่า LOD และ LOQ ตามสูตร(EURACHEM, 2014)

$$LOD = 3S'_0$$

$$LOQ = 10S'_0$$

$$\text{โดยที่ } S'_0 = \frac{S_0}{\sqrt{n}}$$

$S'_0$  หมายถึง ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสำหรับการคำนวณ LOD และ LOQ

$S_0$  หมายถึง ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจากการทำซ้ำของ Sample blank

$n$  หมายถึง จำนวนซ้ำของตัวอย่างทดสอบ

- 7.2.6.4 ดำเนินการพิสูจน์ Accuracy และ Precision ของ LOQ โดยการเตรียม สารละลายมาตรฐาน ให้มีความเข้มข้นเท่ากับหรือใกล้เคียงกับ LOQ จากนั้น ดำเนินการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในสารละลายมาตรฐานดังกล่าว จำนวน 10 ซ้ำ คำนวณหาค่าเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน และประเมิน Accuracy โดยคำนวณ % Recovery (เกณฑ์การยอมรับ 95-105 %: AOAC, 2012) และ Precision โดยประเมินค่า HorRat (เกณฑ์การยอมรับ HorRat < 1.3: (AOAC, 2016)

- 7.2.7. พิสูจน์ความแม่นยำ (Accuracy) ความเที่ยง (Precision) โดยใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material; CRM) ที่ระดับความเข้มข้น สูง กลาง ต่ำ วิเคราะห์ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ นำผลการวิเคราะห์มาคำนวณทางสถิติ โดยใช้เกณฑ์กำหนดตามที่มาตรฐาน AOAC Official Methods of Analysis (2016)

7.2.8. สรุปและรายงานผลการทดลอง พร้อมวิเคราะห์ความคุ้มค่า โดยเปรียบเทียบต้นทุนการวิเคราะห์ ระยะเวลาการวิเคราะห์ ขั้นตอนการวิเคราะห์ที่เปลี่ยนแปลง และความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด (เปอร์เซ็นต์) ในปุ๋ยเคมีที่วิเคราะห์ด้วยวิธี Combustion และวิธี Kjeldahl

### 7.3 เวลาและสถานที่

ระยะเวลาเริ่มต้น 2559 สิ้นสุด 2561 รวม 3 ปี

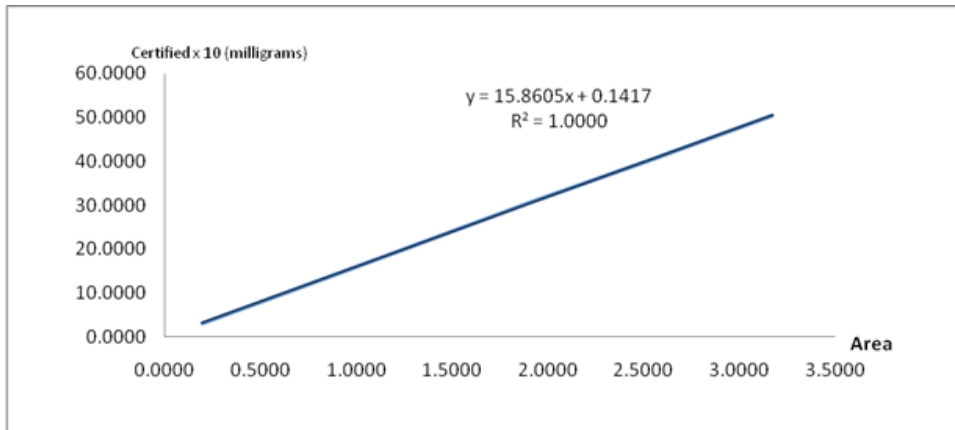
## 8. ผลการทดลองและวิจารณ์

จากการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในตัวอย่างปุ๋ยเคมี มีความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ความเข้มข้นละ 20 ซ้ำ และปุ๋ยอินทรีย์ 30 ซ้ำ เปรียบเทียบ Pair t-test

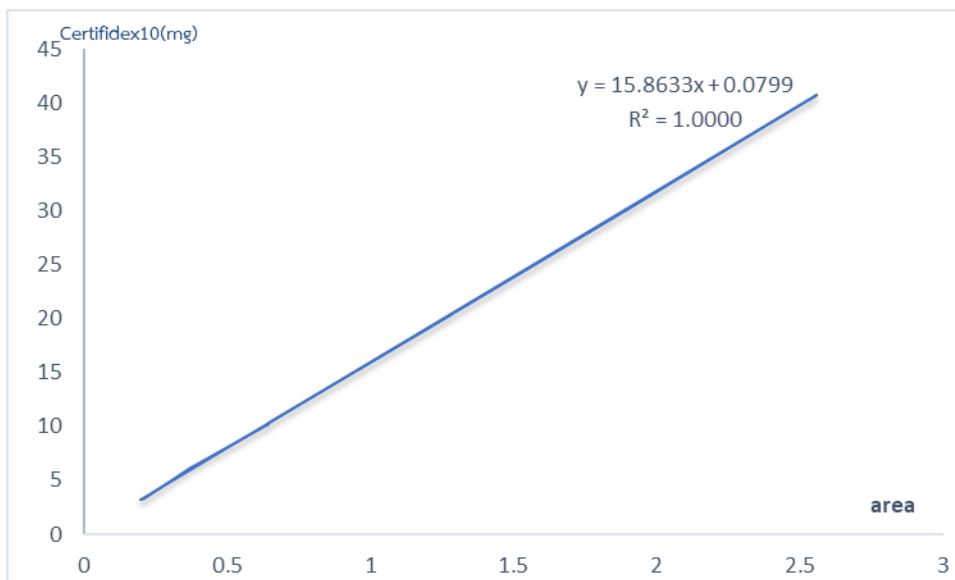
ตารางที่ 1 เปรียบเทียบผลวิเคราะห์ที่ได้จาก 2 วิธี โดยใช้สถิติ Paired t-test

ชนิดปุ๋ย	Paired t-test		ผลการเปรียบเทียบ
	$t_{exp}$	$t_{crit}$	
ปุ๋ยเคมีค่าต่ำ	1.90	2.09	ns
ปุ๋ยเคมีค่ากลาง	1.73	2.09	ns
ปุ๋ยเคมีค่าสูง	1.08	2.09	ns
ปุ๋ยอินทรีย์	1.62	2.05	ns

การหาค่า Range and Linearity ของปุ๋ยเคมี โดยสร้างกราฟระหว่างปริมาณไนโตรเจน(mg) ( แกน y ) กับพื้นที่ของสาร(Area) (แกน X) หาช่วงความเป็นเส้นตรง พบว่าอยู่ในช่วง 3.0595-48.564800 มิลลิกรัม ไนโตรเจน(มาจากปริมาณต่ำสุดและสูงสุดที่สามารถชั่งได้) เลือกเอาช่วง 3-38 มิลลิกรัมไนโตรเจนนำมาหาค่า Linearity ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 1.0000 ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับ จึงเลือกเป็นช่วงใช้งาน

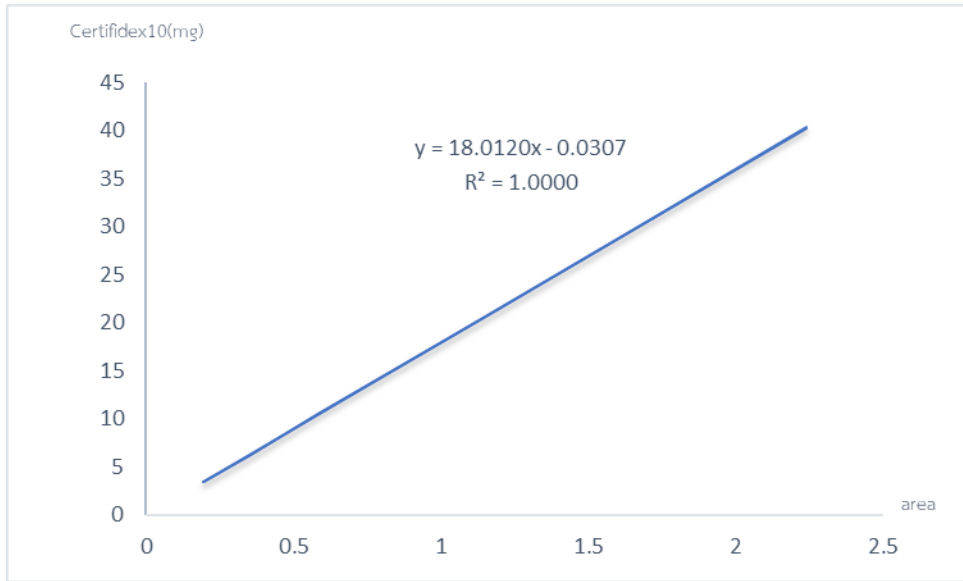


ภาพที่ 1 แสดงการหาช่วงความเป็นเส้นตรง (Range) ของการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมด.

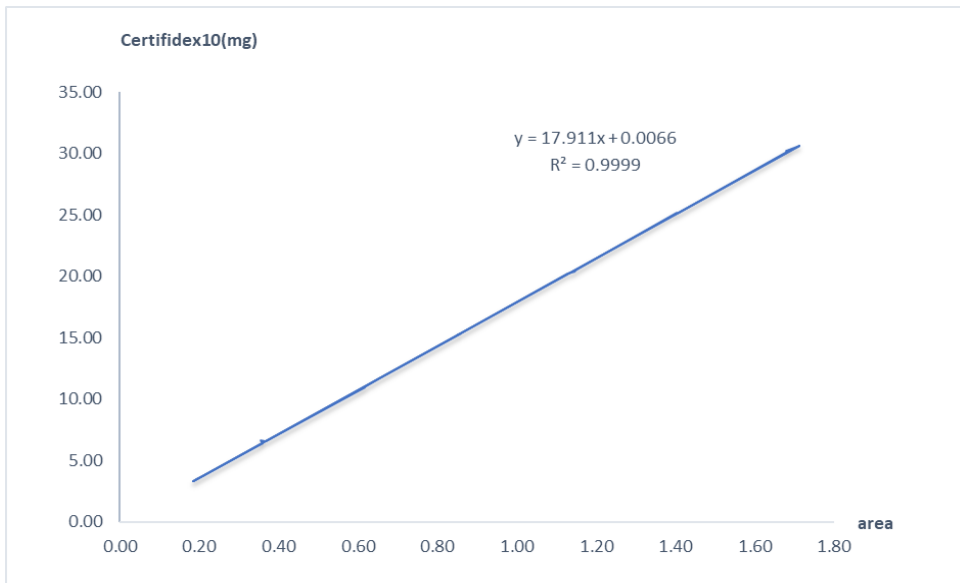


ภาพที่ 2 แสดงผลการวิเคราะห์หาค่า Linearity ของการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

การหาค่า Range and Linearity ของปุ๋ยอินทรีย์ โดยสร้างกราฟระหว่างปริมาณไนโตรเจน(mg) (แกน y) กับพื้นที่ของสาร(Area) (แกน X) หาช่วงความเป็นเส้นตรง พบว่าอยู่ในช่วง 3.200-50.800 มิลลิกรัมไนโตรเจน(มาจากปริมาณต่ำสุดและสูงสุดที่สามารถชั่งได้) เลือกเอาช่วง 3-41 มิลลิกรัมไนโตรเจน นำมาหาค่า Linearity ได้ค่า Correlation coefficient (r) เท่ากับ 1.0000 ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับ จึงเลือกเป็นช่วงใช้งาน



ภาพที่ 3 แสดงการหาช่วงความเป็นเส้นตรง (Range) ของการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์



ภาพที่ 4 แสดงผลการวิเคราะห์หาค่า Linearity ของการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์



ตารางที่ 2 การศึกษาหาค่าLOD และ LOQ โดยการวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์ที่ไม่มีสารที่สนใจ (Sample blank) 0.1xxx กรัม และเติม Sucrose 0.5 เท่าของน้ำหนักทั้งหมด คำนวณหาค่าเฉลี่ย และค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน

ค่าทางสถิติ	ปุ๋ยเคมี	ปุ๋ยอินทรีย์
Mean (n=10)	0.07	-0.0300
SD (n=10)	0.02	0.067
LOD (3S <sup>0</sup> )	0.02	0.063
LOQ (10S <sup>0</sup> )	0.24	0.198
HorRat	0.26	0.33

ตารางที่ 3 การศึกษา Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ผลการวิเคราะห์ CRM ที่ระดับความเข้มข้นสูง Urea  $46.54 \pm 0.08$  %N (CRM-BCR 179) ที่ระดับความเข้มข้นกลาง Calcium Ammonium Nitrate  $26.019 \pm 0.054$  %N (CRM-BCR 178) และที่ระดับความเข้มข้นต่ำ Ammonium Dihydrogen Phosphate  $12.13 \pm 0.047$  %N (SRM No.194 NIST) เติร์ยมเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้น ( 2.00 %N ) และเติม Sucrose 0.5 เท่า

ซ้ำที่	%TN ที่ความเข้มข้นต่ำ	%TN ที่ความเข้มข้นกลาง	%TN ที่ความเข้มข้นสูง
1	1.91	26.038	46.45
2	2.05	26.039	46.52
3	1.94	26.072	46.42
4	1.97	25.873	46.48
5	2.05	26.351	46.66
6	1.95	26.216	46.54
7	1.95	26.518	46.56
8	2.07	26.116	46.41
9	1.94	25.579	46.55
10	2.03	25.938	46.54
mean	1.99	26.07	46.51
SD	0.06	0.26	0.08
%Recovery	99.5%	100.19	99.94
HorRat	0.84	0.41	0.08

ตารางที่ 4 การศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดของตัวอย่างปุ๋ยเคมี ที่มีลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) แตกต่างกัน ของตัวอย่าง Dolomite (Sample Blank) ที่เติม CRM ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ผลการวิเคราะห์ CRM ที่ระดับความเข้มข้นสูง Urea  $46.54 \pm 0.08$  %N (CRM-BCR 179) ที่ระดับความเข้มข้นกลาง Calcium Ammonium Nitrate  $26.019 \pm 0.054$  %N (CRM-BCR 178) และที่ระดับความเข้มข้นต่ำ Ammonium Dihydrogen Phosphate  $12.13 \pm 0.047$  %N (SRM No.194 NIST) เตรียมเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้น ( 2.00 %N ) และเติม Sucrose 0.5 เท่า

ซ้ำที่	Dolomite (Sample blank)	%TN ที่ความเข้มข้น ต่ำ	%TN ที่ความเข้มข้น กลาง	%TN ที่ความ เข้มข้นสูง
1	0.06	1.95	25.90	46.53
2	0.06	2.16	26.12	46.52
3	0.03	1.98	26.23	46.53
4	0.04	1.99	25.66	46.58
5	0.08	1.95	26.02	46.51
6	0.07	1.96	26.19	46.59
7	0.08	1.95	26.19	46.33
8	0.10	1.96	26.23	46.58
9	0.09	1.95	26.05	46.48
10	0.08	2.03	26.05	46.45
mean	0.07	1.99	26.07	46.51
SD	0.02	0.07	0.18	0.08
%Recovery	-	99.5	100.19	99.94
HorRat	-	0.98	0.28	0.08

ตารางที่ 5 การศึกษา Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยอินทรีย์ และการศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดของตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์ ที่มีลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) แตกต่างกัน ของตัวอย่าง ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ ผลการวิเคราะห์ CRM ที่ระดับความเข้มข้นสูง  $\text{KNO}_3$   $13.85 \pm 0.01$  %TN (CRM-BCR 179) ที่ระดับความเข้มข้นกลาง Ammonium Dihydrogen Phosphate  $12.13 \pm 0.047$  %N (SRM No.194 NIST) เตรียมเป็นสารละลายที่ความเข้มข้น ( 6.0 %TN ) ที่ความเข้มข้นต่ำ CRM GBW07415a ความเข้มข้น เท่ากับ  $0.197 \pm 0.06$  %TN และเติม Sucrose 0.5 เท่า

ซ้ำที่	%TN ที่ความเข้มข้นต่ำ	%TN ที่ความเข้มข้นกลาง	%TN ที่ความเข้มข้นสูง
1	0.203	5.89	13.83
2	0.197	5.88	13.85
3	0.196	5.93	13.86
4	0.199	5.86	13.80
5	0.201	5.96	13.67
6	0.194	5.88	13.82
7	0.197	5.89	13.81
8	0.198	5.88	13.74
9	0.192	5.90	13.85
10	0.201	6.09	13.80
mean	0.198	5.92	13.80
SD	0.003	0.07	0.06
%Recovery	100.49	98.50	98.50
HorRat	0.33	0.37	0.15

#### 9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีและปุ๋ย โดยดำเนินการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์ ระหว่าง 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 โดยเทคนิคเจลดดาห์ล (Kjeldahl Method) และ วิธีเทคนิคคอมบัสชัน (Combustion Method) เปรียบเทียบผลทางสถิติ Paired t-test พบว่า ผลวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดของทั้ง 2 วิธี ในปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์ไม่แตกต่างกัน และจากการหาปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ ในปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์เท่ากับ 0.02 และ 0.06 และปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดปริมาณได้ โดยมีความแม่นยำและความเที่ยง เท่ากับ 0.24 และ 0.198 การพิสูจน์ความแม่นยำ และความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ในปุ๋ยเคมี ได้ %Recovery เท่ากับ 99.5 100.19 และ 99.94 และค่า HorRat เท่ากับ 0.84 0.41 และ 0.08 และปุ๋ยอินทรีย์ ได้ %Recovery 100.49 98.50 และ 98.54 และค่า HorRat เท่ากับ 0.33 0.37 และ 0.15

ตามลำดับ ตามลำดับ ซึ่งผลวิเคราะห์ที่ได้มีค่าความแม่นยำและความเที่ยง ผ่านเกณฑ์การยอมรับ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์ โดยวิธีเทคนิคคอมบัสชัน (Combustion Method) เป็นวิธีมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ ที่มีความถูกต้อง แม่นยำ และเหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ ทำให้มั่นใจว่าวิธีที่ใช้อยู่มีความเหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ เป็นวิธีที่ช่วยลดขั้นตอน และระยะเวลาในการวิเคราะห์ อีกทั้งยังเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว และมีความปลอดภัยต่อผู้วิเคราะห์มากขึ้น

## 10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีและปุ๋ยอินทรีย์ โดยวิธีเทคนิคคอมบัสชัน (Combustion Method) ได้วิธีที่เป็นมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ ผลการวิเคราะห์เป็นไปตามเกณฑ์กำหนดของมาตรฐานสากล และได้ข้อมูลผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์เพื่อให้ได้มาตรฐานตาม ISO/IEC 17025

## 11. เอกสารอ้างอิง

กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. 2559. ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ ปุ๋ยเคมี พ.ศ. 2559. ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 134 ตอนพิเศษ 2 ง 4 มกราคม 2560

คณะกรรมการด้านวิชาการของกรมวิทยาศาสตร์บริการ. 2554. แนวทางการจัดทำความสมเหตุสมผลของการวัด. โรงพิมพ์สำนักงานพระพุทธศาสนาแห่งชาติ. กรุงเทพฯ. 131 หน้า

คณาจารย์ภาควิชาปฐพีวิทยา. 2548. ปฐพีวิทยาเบื้องต้น. ครั้งที่ 10. สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. กรุงเทพฯ

อุมาพร สุขม่วง และอารีย์ คชฤทธิ์. 2553. เอกสารประกอบการฝึกอบรม หลักสูตร “ความใช้ได้ของวิธีทดสอบ”. กรมวิทยาศาสตร์บริการกระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. กรุงเทพฯ. 33 หน้า 547 หน้า

Association of Official Analytical Chemises (AOAC). 2016. Official Method of Analysis of AOAC International 20<sup>th</sup> ed. Gaithersburg Marry land, USA. Official Method 920.03. p.15

American Society of Testing and Materials (ASTM). 2001. Standard Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis.