

รายงานเรื่องเติมผลการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2556

ชุดโครงการวิจัย	วิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
โครงการวิจัย	การพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์พืชและปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
กิจกรรม	พัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ย พืช ดิน น้ำ สารอินทรีย์ สารควบคุมการเจริญเติบโตพืช สารสกัด และวัตถุอันตรายทางการเกษตร
กิจกรรมย่อย	พัฒนาเทคนิคระบบการตรวจวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปุ๋ย
ชื่อการทดลอง(ภาษาไทย)	ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี
ชื่อการทดลอง(ภาษาอังกฤษ)	Method Validation on Analysis of Total Nitrogen in Fertilizer
คณะผู้ดำเนินงาน	
หัวหน้าโครงการวิจัย	นางจิตติมา ขตาฐานนท์ กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
หัวหน้าการทดลอง	นางสาวบังอร แสนคาน กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 4
ผู้ร่วมงาน	นางสาวสุพัตรา สุภาการ กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 4 นางนาคยา จันทร์ส่อง กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 4

บทคัดย่อ

ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ย กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 4 ได้ดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเพื่อให้ได้เทคนิควิธีการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง รวดเร็ว แม่นยำ สามารถอ้างอิงได้ตามมาตรฐานสากล โดยใช้วิธีวิเคราะห์แบบ Inhouse Method ปุ๋ย ซึ่งได้ทำการดัดแปลงและพัฒนาจากวิธีวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐานสากลของ AOAC ทำการวิเคราะห์โดยใช้ Kjeldahl Method ดำเนินการวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงรับรอง Calcium Ammonium Nitrate (CRM-BCR 178, 26.019% Nitrogen) และ Urea (CRM-BCR 179, 46.535% Nitrogen) ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ประเมินความถูกต้องจากค่า Recovery ซึ่งพบว่าอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ (99.49% 99.64% และ 100.51%) ประเมินความแม่นยำโดยใช้สมการของ Horwitz's Ratio พบว่าค่าที่ได้อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ %Recovery อยู่ในช่วง 98 – 102 % และ HORRAT < 2 ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) เท่ากับ 0.03 % และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (LOQ) เท่ากับ 0.10 % ซึ่งค่าที่ได้ทั้งหมดนั้นผ่านเกณฑ์การยอมรับทั้งหมด

ดังนั้นจึงถือว่าวิธีการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีดังกล่าวนี้เป็นวิธีวิเคราะห์มาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 และสามารถวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในช่วง 2.5 - 46.5 %

คำนำ

การตรวจสอบควบคุมคุณภาพปุ๋ยเคมีตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 (แก้ไขเพิ่มเติม ฉบับที่ 2 พ.ศ. 2550) นั้นต้องอาศัยวิธีการทดสอบปริมาณไนโตรเจน ซึ่งเป็นธาตุอาหารหลักของปุ๋ยเคมี วิธีที่ใช้ในห้องปฏิบัติการกลุ่มงานพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 4 เป็นวิธีที่ดัดแปลงและปรับปรุงจากวิธีมาตรฐานของ AOAC 2005th Ed. Method 920.03 ข้อ 2.4.07 (In-house Method) จึงต้องมีการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ เพื่อให้ได้ผลการทดสอบที่มีความถูกต้อง แม่นยำ เป็นไปตามเกณฑ์กำหนดของมาตรฐานสากล

วัตถุประสงค์

1. เพื่อตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี
2. เพื่อให้ได้ข้อมูลที่เหมาะสมสำหรับใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีของห้องปฏิบัติการ

วิธีการดำเนินงาน

เครื่องมือ/อุปกรณ์

1. เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง และ 2 ตำแหน่ง
2. 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. Standard Hydrochloric Acid 1 N, AR Grade
6. Sodium Hydroxide, Commercial Grade
7. วัสดุอ้างอิงรับรอง/วัสดุอ้างอิงมาตรฐาน
 - 7.1 Calcium Ammonium Nitrate 26.019% Nitrogen (CRM-BCR 178)
 - 7.2 Urea 46.535% Nitrogen (CRM-BCR 179)
 - 7.3 Sodium Carbonate Purity 99.970 ± 0.014 % (SRM 351a)

วิธีการ

1. การศึกษาหาค่า Linearity , Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ) ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน
 - 1.1 นำวัสดุอ้างอิงรับรอง/วัสดุอ้างอิงมาตรฐาน มาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
 - 1.2 ชั่งน้ำหนัก 0.2xxx กรัม ใส่ Kjeldahl Flask ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดตามวิธีวิเคราะห์ AOAC 2005th Ed. Method 920.03 ข้อ 2.4.07
 - 2.3 บันทึกผล คำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
 - 2.4 คำนวณค่า Linearity, LOD และ LOQ

2. การศึกษาหาค่า Accuracy วิธีวิเคราะห์ในโตรเจนทั้งหมด ที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ
 - 2.1 ชั่งวัสดุอ้างอิงรับรอง/วัสดุอ้างอิงมาตรฐานของปุ๋ยน้ำหนัก 0.2xxx กรัม
 - 2.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์ในโตรเจนตามวิธีวิเคราะห์ AOAC 2005th Ed. Method 920.03 ข้อ

2.4.07

- 2.3 บันทึกผลปริมาตร HCl ที่ใช้ไตเตรท (มิลลิลิตร) และคำนวณผลในโตรเจนทั้งหมดที่วิเคราะห์ได้
- 2.4 เปรียบเทียบค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่ารับรองของ CRM โดยการพิจารณา % Recovery ตาม AOAC Peer – Verified method , Nov. 1998 เกณฑ์การยอมรับ อยู่ในช่วง 98-102 %

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

3. การศึกษาหาค่า Precision วิธีวิเคราะห์ในโตรเจนทั้งหมดที่ระดับความเข้มข้นสูง กลาง ต่ำ
 - 3.1 ชั่งวัสดุอ้างอิงรับรอง/วัสดุอ้างอิงมาตรฐานของปุ๋ยน้ำหนัก 0.2xxx กรัม ความเข้มข้นไม่ต่ำกว่า 10 % โดยบุคคล เวลา และเครื่องมือเดียวกัน

3.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์ในโตรเจนทั้งหมดตามวิธีวิเคราะห์ AOAC 2005th Ed. Method 920.03 ข้อ 2.4.07

3.3 บันทึกผลในโตรเจนทั้งหมดที่วิเคราะห์ได้ และคำนวณหาค่า Precision โดยใช้ Horwitz equation
คำนวณแบบ Repeatability และ Intermediate Precision

ผลการทดลอง

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

จากการวิเคราะห์ พบว่า sample blank ไม่สามารถวัดค่าได้ จึงได้ทำการเติม CRM ความเข้มข้น 0.2327% ใน sample blank โดยวิเคราะห์ 10 ซ้ำ ได้ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 1 แล้วคำนวณ LOD และ LOQ ได้ดังนี้

$$\text{LOD} = 3\text{SD} = 3 \times 0.01 = 0.03$$

$$\text{LOQ} = 10\text{SD} = 10 \times 0.01 = 0.10$$

จากผลการตรวจสอบยืนยันค่า LOQ ที่ 0.10% ดังตารางที่ 2 พบว่า

1. ค่า Accuracy

$$\begin{aligned} \% \text{ Recovery} &= \frac{\text{ผลวิเคราะห์ที่ได้}}{\text{ค่าอ้างอิงจากใบรับรอง}} \times 100 \\ &= \frac{0.0990 \times 100}{0.1002} \\ &= 98.84 \% \end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery (AOAC) เท่ากับ 97-103 % แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. ค่า Precision

$$\begin{aligned} \% \text{RSD}_r &= \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100 \\ &= \frac{0.0003 \times 100}{0.0990} \\ &= 0.31 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Repeatability : } \% \text{RSD}_{(\text{expected})} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)} \\ &= 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log 0.001)} \\ &= 3.73 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{HORRAT} &= \frac{0.31}{3.73} = 0.084 \end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. การหาค่า accuracy และ precision ของวิธีวิเคราะห์ในโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีที่ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง และสูง

2.1 ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.3962 % ได้ผลวิเคราะห์ตามตารางที่ 3

1. ค่า Accuracy

$$\begin{aligned} \% \text{ Recovery} &= \frac{\text{ผลวิเคราะห์ที่ได้}}{\text{ค่าอ้างอิงจากใบรับรอง}} \times 100 \\ &= \frac{1.3891 \times 100}{1.3962} \\ &= 99.49 \% \end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery (AOAC) เท่ากับ 97-103 % แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. ค่า Precision

$$\begin{aligned} \% \text{RSD}_r &= \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100 \\ &= \frac{0.0078 \times 100}{1.3891} \\ &= 0.56 \\ \text{Repeatability : } \% \text{RSD}_{(\text{expected})} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)} \\ &= 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log 0.013963)} \\ &= 2.51 \\ \text{HORRAT} &= \frac{0.56}{2.51} = 0.22 \end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2.2 ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 26.019 % ได้ผลวิเคราะห์ตามตารางที่ 4

1. ค่า Accuracy

$$\begin{aligned}\% \text{ Recovery} &= \frac{\text{ผลวิเคราะห์ที่ได้}}{\text{ค่าอ้างอิงจากใบรับรอง}} \times 100 \\ &= \frac{25.926}{26.019} \times 100 \\ &= 99.64 \%\end{aligned}$$

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

2. ค่า Precision

หาค่า Precision ทำการวิเคราะห์โดยใช้ บุคคล เวลา และเครื่องมือเดียวกัน แล้วคำนวณหา
ค่า %RSD จากตารางที่ 6

$$\begin{aligned}\%RSD_r &= \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100 \\ &= \frac{0.15}{25.926} \times 100 \\ &= 0.58\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Repeatability : \% RSD}_{(\text{expected})} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)} \\ &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.2619)} \\ &= 1.62\end{aligned}$$

$$\text{HORRAT} = \frac{0.31}{1.69} = 0.18$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2.3 ที่ระดับความเข้มข้นสูง 46.535 % ได้ผลวิเคราะห์ตามตารางที่ 5

1. ค่า Accuracy

$$\begin{aligned}\% \text{ Recovery} &= \frac{\text{ผลวิเคราะห์ที่ได้}}{\text{ค่าอ้างอิงจากใบรับรอง}} \times 100\end{aligned}$$

$$= \frac{46.776}{46.535} \times 100$$

$$= 100.51 \%$$

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

2. ค่า Precision

$$\%RSD_r = \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100$$

$$= \frac{0.264}{46.776} \times 100$$

$$= 0.56$$

$$\text{Repeatability : } \%RSD_{(\text{expected})} = 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)}$$

$$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.4654)}$$

$$= 1.48$$

$$\text{HORRAT} = \frac{0.56}{1.48} = 0.38$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

3. การหาค่า Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์ในโตรเจนทั้งหมดที่มีสารตัวเติม (Matrix effect

3.1 ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.3962 % ได้ผลวิเคราะห์ตามตารางที่ 6

1. ค่า Accuracy

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{ปริมาณของสารที่วิเคราะห์ได้}}{\text{ปริมาณของสารที่เติม}} \times 100$$

$$= \frac{1.3872}{1.3963} \times 100$$

$$= 99.35 \%$$

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery เท่ากับ 97-103 % แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. ค่า Precision

$$\begin{aligned}
\%RSD_r &= \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100 \\
&= \frac{0.0174}{1.3872} \times 100 \\
&= 1.26 \\
\text{Repeatability : \% RSD}_{(\text{expected})} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)} \\
&= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.01369)} \\
&= 2.51 \\
\text{HORRAT} &= \frac{1.26}{2.51} = 0.50
\end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

3.2 ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 26.019 % ได้ผลวิเคราะห์ตามตารางที่ 7

1. ค่า Accuracy

$$\begin{aligned}
\% \text{ Recovery} &= \frac{\text{ปริมาณของสารที่วิเคราะห์ได้}}{\text{ปริมาณของสารที่เติม}} \times 100 \\
&= \frac{25.993}{26.019} \times 100 \\
&= 99.67 \%
\end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery เท่ากับ 98-102 % แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. ค่า Precision

$$\begin{aligned}
\%RSD_r &= \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100 \\
&= \frac{0.128}{25.933} \times 100 \\
&= 0.49 \\
\text{Repeatability : \% RSD}_{(\text{expected})} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)} \\
&= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.26019)}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= 1.62 \\
 \text{HORRAT} &= \frac{0.49}{1.62} = 0.30
 \end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

3.3 ที่ระดับความเข้มข้นสูง 46.535 % ได้ผลวิเคราะห์ตามตารางที่ 8

1. ค่า Accuracy

$$\begin{aligned}
 \% \text{ Recovery} &= \frac{\text{ปริมาณของสารที่วิเคราะห์ได้}}{\text{ปริมาณของสารที่เติม}} \times 100 \\
 &= \frac{45.772}{46.535} \times 100 \\
 &= 98.17 \%
 \end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ % Recovery เท่ากับ 98-102 % แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. ค่า Precision

$$\begin{aligned}
 \% \text{RSD}_r &= \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100 \\
 &= \frac{0.540}{45.772} \times 100 \\
 &= 1.15 \\
 \text{Repeatability : \% RSD}_{(\text{expected})} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)} \\
 &= 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log 0.465)} \\
 &= 1.48 \\
 \text{HORRAT} &= \frac{1.15}{1.48} = 0.78
 \end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

4. การหาค่า Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์ในโตรเจนทั้งหมดที่ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง

4.1 ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.3962 % ได้ผลวิเคราะห์ตามตารางที่ 9

$$\begin{aligned} \%RSD_i &= \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100 \\ &= \frac{0.024}{1.391} \times 100 \\ &= 1.71 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Repeatability : \% RSD}_{(\text{expected})} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)} \\ &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.01396)} \\ &= 2.51 \end{aligned}$$

$$\text{HORRAT} = \frac{1.17}{2.51} = 0.68$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

4.2 ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 26.019 % ได้ผลวิเคราะห์ตามตารางที่ 10

$$\begin{aligned} \%RSD_i &= \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100 \\ &= \frac{0.176}{25.789} \times 100 \\ &= 1.61 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Repeatability : \% RSD}_{(\text{expected})} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)} \\ &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.2602)} \\ &= 0.68 \end{aligned}$$

$$\text{HORRAT} = \frac{0.68}{1.61} = 0.42$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

4.3 ที่ระดับความเข้มข้นสูง 46.535 % ได้ผลวิเคราะห์ตามตารางที่ 11

$$\begin{aligned}
 \%RSD_i &= \frac{\text{ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน}}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \times 100 \\
 &= \frac{0.339}{46.292} \times 100 \\
 &= 0.73 \\
 \text{Repeatability : \% RSD}_{(\text{expected})} &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)} \\
 &= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.4635)} \\
 &= 1.48 \\
 \text{HORRAT} &= \frac{0.73}{1.48} = 0.49
 \end{aligned}$$

เกณฑ์การยอมรับ AOAC : HORRAT (Horwitz's Ratio) < 2 แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

สรุปผลการทดลอง

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ใน โครเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง รวดเร็ว และแม่นยำ เป็นไปตามมาตรฐานสากล โดยการศึกษาหา ค่าของ Limit of Detection (LOD) , Limit of Quantitation (LOQ), ความแม่นยำ (Accuracy) และ ความเที่ยง(Precision) สามารถสรุปได้ดังนี้

ค่า LOD และ LOQ ของวิธีวิเคราะห์เท่ากับ 0.03 และ 0.1 % ที่ระดับ LOQ % Recovery เท่ากับ 98.84 % อยู่ในช่วง 98-102 % มีค่าความเที่ยงโดยประเมินจาก HORRAT เท่ากับ 0.084 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ คือ < 2

ค่าของความแม่นยำ และ ความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ใน โครเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.3962 % พบว่ามีค่าความแม่นยำโดยประเมินจาก % Recovery เท่ากับ 99.35 % อยู่ในช่วง 97-103 % มีค่าความเที่ยงโดยประเมินจาก HORRAT เท่ากับ 0.50 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับคือ < 2 แสดงว่าที่ระดับความเข้มข้นต่ำมีความแม่นยำและความเที่ยงที่สามารถยอมรับได้

ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 26.019 % พบว่ามีค่าความแม่นยำโดยประเมินจาก % Recovery เท่ากับ 99.67 % อยู่ในช่วง 98-102 % มีค่าความเที่ยงโดยประเมินจาก HORRAT เท่ากับ 0.30 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับคือ < 2 แสดงว่าที่ระดับความเข้มข้นกลาง มีความแม่นยำและความเที่ยงที่สามารถยอมรับได้

ที่ระดับความเข้มข้นสูง เท่ากับ 46.535 % พบว่ามีค่าความแม่นยำโดยประเมินจาก % Recovery เท่ากับ 100.51 % อยู่ในช่วง 98-102 % มีค่าความเที่ยงโดยประเมินจาก HORRAT เท่ากับ 0.78 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ คือ < 2 แสดงว่าที่ระดับความเข้มข้นสูงมีความแม่นยำและความเที่ยงที่สามารถยอมรับได้

จากการประเมินผลการข้างต้น พบว่า วิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ และสามารถนำไปใช้ในห้องปฏิบัติการได้

การนำไปใช้ประโยชน์

การพัฒนาและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี เป็นการพิสูจน์ว่าวิธีนี้เป็นวิธีที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยและเพื่อให้มีความเชื่อมั่นในผลการทดสอบว่ามีความถูกต้อง แม่นยำ เป็นไปตามเกณฑ์กำหนดของมาตรฐานสากล สามารถใช้เป็นวิธีมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ และยื่นขอการรับรองมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ในขอบข่ายการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยได้อีกด้วย

เอกสารอ้างอิง

กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี. 2551. คู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร.

กรมวิชาการเกษตร. กรุงเทพฯ. 66 หน้า

คณาจารย์ภาควิชาปฐพีวิทยา. 2548. ปฐพีวิทยาเบื้องต้น. ภาควิชาปฐพีวิทยา คณะเกษตร. มหาวิทยาลัย

เกษตรศาสตร์. กรุงเทพฯ. 547 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

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนในตัวอย่าง Lab No. 55-04-CF-G-0079

ซ้ำที่	น้ำหนักเปียก	ความเข้มข้น HCl (N)	ปริมาตร HCl ที่ใช้ ไตเตรท (ml)	% T-N
1	9.9863	0.2016	8.3	0.23
2	9.9556	0.2016	7.5	0.21
3	9.9741	0.2016	7.6	0.21
4	9.9617	0.2016	8.2	0.23
5	9.9867	0.2016	8.5	0.24
6	9.9351	0.2016	8.2	0.23
7	9.9585	0.2016	8.3	0.23
8	9.9426	0.2016	7.8	0.22
9	9.9413	0.2016	8.0	0.23
10	9.9578	0.2016	7.8	0.22
ค่าเฉลี่ย				0.23
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				0.01

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนเพื่อตรวจสอบค่า LOQ

ซ้ำที่	นน.ตัวอย่างเปียก	N HCl	ml. Titrate	% N
1	2.9893	0.2011	1.1	0.1037
2	2.9960	0.2011	1.1	0.1034
3	2.9698	0.2011	1.1	0.1043
4	2.9894	0.2011	1.1	0.1036
5	2.9968	0.2011	1.1	0.1034
6	2.9917	0.2011	1.1	0.1036
7	2.9785	0.2011	1.1	0.1040

8	2.9879	0.2011	1.1	0.1037	
9	2.9905	0.2011	1.1	0.1036	
10	2.9898	0.2011	1.1	0.1036	
				ค่าเฉลี่ย	0.1037
				ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.0003

ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ CRM ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.3962%

ซ้ำที่	น้ำหนัก CRM	ความเข้มข้น HCl (N)	ปริมาตร HCl ที่ใช้ไตเตรท (ml)	% T-N
1	10.0108	0.2016	48.70	1.37
2	10.0037	0.2016	49.50	1.40
3	10.0255	0.2016	49.40	1.39
4	10.017	0.2016	49.50	1.39
5	10.0132	0.2016	49.30	1.39
6	9.9950	0.2016	49.50	1.40
7	10.0245	0.2016	49.60	1.40
8	10.0293	0.2016	49.30	1.39
9	10.0204	0.2016	49.40	1.39
10	9.9948	0.2016	48.90	1.38
ค่าเฉลี่ย				1.39
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				0.01

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ CRM ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 26.019 %

ซ้ำที่	น้ำหนัก CRM	ความเข้มข้น HCl (N)	ปริมาตร HCl ที่ใช้ไตเตรท (ml)	% T-N
1	0.2065	0.2050	18.70	25.93
2	0.2122	0.2050	19.20	25.91
3	0.2065	0.2050	18.80	26.7
4	0.2133	0.2050	19.30	25.91
5	0.2142	0.2050	19.35	25.87
6	0.2129	0.2050	19.40	26.10
7	0.2144	0.2050	19.50	26.05
8	0.2155	0.2050	19.10	25.86
9	0.2083	0.2050	18.60	25.57
10	0.2139	0.2050	19.40	25.98
ค่าเฉลี่ย				25.93
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				0.15

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ CRM ที่ระดับความเข้มข้นสูง 46.535 %

ซ้ำที่	น้ำหนัก CRM	ความเข้มข้น HCl (N)	ปริมาตร HCl ที่ใช้ไทเตรท (ml)	% T-N
1	0.2048	0.2050	33.05	46.27
2	0.2028	0.2050	33.10	46.79
3	0.2035	0.2050	33.05	46.56
4	0.2034	0.2050	33.20	46.80
5	0.2066	0.2050	33.50	46.49
6	0.2023	0.2050	33.05	46.84
7	0.2037	0.2050	33.40	47.01
8	0.2033	0.2050	33.35	47.03
9	0.2019	0.2050	33.00	46.86
10	0.2039	0.2050	33.50	47.22
ค่าเฉลี่ย				46.78
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				0.26

ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ CRM เดิมลงในตัวอย่างปุ๋ยที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.3962 %

rep	นน.ตัวอย่างปุ๋ย	นน.CRM	N HCl	ml. Titrate	% N
1	0.2015	5.02290	0.2040	24.20	1.38
2	0.2011	5.03500	0.2040	24.30	1.38

3	0.2006	5.02590	0.2040	24.20	1.38
4	0.2011	5.02840	0.2040	24.50	1.39
5	0.2495	5.02630	0.2040	25.20	1.43
6	0.2467	5.02570	0.2040	24.30	1.38
7	0.2481	5.03300	0.2040	24.60	1.40
8	0.2475	5.02840	0.2040	24.30	1.38
9	0.2463	5.02690	0.2040	24.30	1.38
10	0.2475	5.02840	0.2040	24.20	1.38
				ค่าเฉลี่ย	1.3872
				ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.0174

ตารางที่ 7 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ CRM เติมลงในตัวอย่างปุ๋ยที่ระดับความเข้มข้นกลาง 26.019 %

rep	นน.ตัวอย่างปุ๋ย	นน.CRM	N HCl	ml. Titrate	% N
1	0.2022	0.2042	0.2040	18.4	25.75
2	0.2012	0.2018	0.2040	18.4	26.05
3	0.2013	0.2041	0.2040	18.4	25.76
4	0.2016	0.2013	0.2040	18.3	25.98
5	0.2032	0.2063	0.2040	18.7	25.90
6	0.2011	0.2027	0.2040	18.5	26.08
7	0.2051	0.2048	0.2040	18.7	26.09
8	0.2068	0.2300	0.2040	20.8	25.84
9	0.2005	0.2065	0.2040	18.8	26.01
10	0.2020	0.2032	0.2040	18.4	25.87
				ค่าเฉลี่ย	25.933
				ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.128

ตารางที่ 8 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ CRM เติมลงในตัวอย่างปุ๋ยที่ระดับความเข้มข้นสูง 46.535 %

rep	นน.ตัวอย่างปุ๋ย	นน.CRM	N HCl	ml. Titrate	% N
1	0.2281	0.2042	0.2040	33.3	46.60
2	0.2013	0.2010	0.2040	33.4	47.48
3	0.2038	0.2014	0.2040	33.4	47.39
4	0.2018	0.2029	0.2040	33.3	46.90
5	0.2046	0.2006	0.2040	32.5	46.29
6	0.2018	0.2030	0.2040	32.5	45.75
7	0.2039	0.2023	0.2040	33.5	47.32
8	0.2025	0.2038	0.2040	33.4	46.83
9	0.2040	0.2011	0.2040	32.9	46.75
10	0.2023	0.2037	0.2040	33.1	46.43
				ค่าเฉลี่ย	46.772
				ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.540

ตารางที่ 9 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ CRM ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.3962 % โดยดำเนินการวิเคราะห์ในเวลาที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	นน.CRM	N HCl	ml. Titrate	% N
1	3.0120	0.2011	14.6	1.365
2	3.0135	0.2011	15.0	1.402
3	3.0020	0.2011	14.7	1.375
4	3.0082	0.2011	14.8	1.386
5	3.0115	0.2011	15.1	1.412

6	3.0140	0.2011	15.3	1.424
7	3.0290	0.2011	15.1	1.404
8	3.0257	0.2011	14.8	1.378
9	3.0370	0.2011	15.2	1.410
10	3.0275	0.2011	14.5	1.349
ค่าเฉลี่ย				1.391
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				0.024

ตารางที่ 10 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ CRM ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 26.019 % โดยดำเนินการวิเคราะห์ในเวลาที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	นน.CRM	N HCl	ml. Titrate	% N
1	0.2022	0.2011	18.6	25.911
2	0.2005	0.2011	18.4	25.849
3	0.2021	0.2011	18.6	26.117
4	0.2017	0.2011	18.5	25.835
5	0.2006	0.2011	18.4	25.837
6	0.2022	0.2011	18.2	25.505
7	0.2011	0.2011	18.4	25.772
8	0.201	0.2011	18.3	25.645
9	0.2017	0.2011	18.5	25.835
10	0.2037	0.2011	18.5	25.582
ค่าเฉลี่ย				25.789
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				0.176

ตารางที่ 11 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ CRM ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 46.535 % โดยดำเนินการ

วิเคราะห์ในเวลาที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	นน.CRM	N HCl	ml. Titrate	% N
1	0.2032	0.2011	33.0	45.744
2	0.2019	0.2011	33.3	46.457
3	0.2035	0.2011	33.6	46.507
4	0.2020	0.2011	33.1	46.339
5	0.2012	0.2011	32.9	45.606
6	0.2032	0.2011	33.5	46.438
7	0.2018	0.2011	33.1	46.362
8	0.2012	0.2011	33.1	46.339
9	0.2011	0.2011	33.3	46.642
10	0.2036	0.2011	33.6	46.485
ค่าเฉลี่ย				46.292
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				0.339

ตารางที่ 12 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ตัวอย่างปุ๋ยสูตร 4-5-7 โดยดำเนินการวิเคราะห์ในเวลาที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	นน.ปุ๋ย	N HCl	ml. Titrate	% N
1	0.2035	0.2011	4.6	6.367
2	0.2031	0.2011	4.5	6.241
3	0.2031	0.2011	4.6	6.333
4	0.2055	0.2011	4.6	6.305
5	0.2046	0.2011	4.5	6.195
6	0.2057	0.2011	4.4	6.157
7	0.2018	0.2011	4.7	6.560
8	0.2013	0.2011	4.5	6.297

9	0.2018	0.2011	4.5	6.281
10	0.2010	0.2011	4.6	6.446
ค่าเฉลี่ย				6.318
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน				0.119

ตารางที่ 13 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ตัวอย่างปุ๋ยสูตร 15-15-15 โดยดำเนินการวิเคราะห์ในเวลาที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	นน.ปุ๋ย	N HCl	ml. Titrate	% N
1	0.2021	0.2011	11.1	15.471
2	0.2010	0.2011	11.4	15.976
3	0.2014	0.2011	11.4	15.865
4	0.2017	0.2011	11.3	15.780
5	0.2024	0.2011	11.4	15.865
6	0.2009	0.2011	10.8	15.067
7	0.2004	0.2011	10.9	15.321
8	0.2019	0.2011	11.0	15.346
9	0.2005	0.2011	10.9	15.313
10	0.2014	0.2011	11.0	15.384
				15.539
				0.307

ตารางที่ 14 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ตัวอย่างปุ๋ยสูตร 46-0-0 โดยดำเนินการวิเคราะห์ในเวลาที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	นน.ปุ๋ย	N HCl	ml. Titrate	% N
1	0.2008	0.2011	32.3	45.309

2	0.2006	0.2011	32.5	45.635
3	0.2015	0.2011	32.6	45.146
4	0.2024	0.2011	32.4	45.090
5	0.2034	0.2011	32.9	45.561
6	0.2017	0.2011	32.8	45.602
7	0.2003	0.2011	32.5	45.704
8	0.2026	0.2011	32.8	45.602
9	0.2015	0.2011	32.7	45.711
10	0.2048	0.2011	32.9	45.250
			ค่าเฉลี่ย	45.461
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน				0.237