

## รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

1. แผนงานวิจัย: วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปัจจัยการผลิตทางการเกษตรตามมาตรฐานสากล

2. โครงการวิจัย : วิจัยและพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ ปุ๋ย พืช ดิน และน้ำ

กิจกรรม : พัฒนาเทคนิคระบบการตรวจวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปุ๋ย

กิจกรรมย่อย :-

3. ชื่อการทดลอง (ภาษาไทย) : พัฒนารูปวิธีวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์

ชื่อการทดลอง (ภาษาอังกฤษ) : Development and Method Validation on Analysis of Ammonium Nitrogen in Chemical Fertilizer by Magnesium oxide

4. คณะผู้ดำเนินงาน

หัวหน้าการทดลอง : นางทองจันทร์ พิมพ์เพชร สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.

ผู้ร่วมงาน: นางสาววรรณรัตน์ ชุตินบุตร สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.

นางสาวอาธิยา ปุ่นประโคน สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กปผ.

5. บทคัดย่อ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์ เป็นวิธีที่ห้องปฏิบัติการกลุ่มงานวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย พัฒนามาจากวิธีมาตรฐาน AOAC ดังนั้นห้องปฏิบัติการจึงจำเป็นต้องดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์เพื่อให้มั่นใจว่าวิธีวิเคราะห์ที่ใช้มีความเหมาะสมกับตัวอย่าง และเหมาะสมแก่การใช้งานตามวัตถุประสงค์ (fit for the intended use) โดยเริ่มดำเนินงานตั้งแต่เดือนตุลาคม 2558 ถึงเดือนกันยายน 2559 ณ กลุ่มงานวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร ดำเนินการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี ระหว่าง 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 ใช้สารละลาย 50 เปอร์เซ็นต์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ในการกลั่น และวิธีที่ 2 ใช้แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ในการกลั่น แล้วเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่าง 2 วิธี โดยใช้สถิติ Pair t-test (เกณฑ์การยอมรับ  $t_{cal} < t_{cri}$  ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%) พบว่า ผลวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีที่ 1 และ วิธีที่ 2 ของตัวอย่างปุ๋ยเชิงเดี่ยว ปุ๋ยเชิงประกอบ และปุ๋ยเชิงผสมที่ไม่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ มีค่า  $t_{cal}$  เท่ากับ 1.04 1.91 และ 2.13 ตามลำดับ โดยค่า  $t_{cri}$  เท่ากับ 2.26 ซึ่ง  $t_{cal} < t_{cri}$  แสดงว่าข้อมูลจาก 2 วิธีไม่แตกต่างกัน แต่ตัวอย่างปุ๋ยเชิงผสมที่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ มีค่า  $t_{cal}$  เท่ากับ 5.70 และ  $t_{cri}$  เท่ากับ 2.26 ซึ่ง  $t_{cal} > t_{cri}$  แสดงว่าข้อมูลจาก 2 วิธีมีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ และจากการหาค่าขีดจำกัดในการตรวจพบ (Limit of Detection ; LOD) และขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณ (Limit of Quantification ; LOQ) ของวิธีวิเคราะห์ ได้ค่า LOD เท่ากับ 0.15 และ LOQ เท่ากับ 0.50 ได้ข้อมูลผลการพิสูจน์ความแม่นยำ (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) ของ LOQ โดย %Recovery เท่ากับ 100.50 (เกณฑ์การยอมรับ 97-103 %) และ HorRat เท่ากับ 0.54 (เกณฑ์การยอมรับ

HorRat < 2) ผ่านเกณฑ์การยอมรับ จากการพิสูจน์ Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ได้ %Recovery เท่ากับ 100.38 100.08 และ 100.09 และค่า HorRat เท่ากับ 0.50 0.54 และ 0.34 ตามลำดับ และจากการศึกษาลักษณะเนื้อสาร (Matrix) โดยการชั่งวัสดุอ้างอิง/วัสดุอ้างอิงรับรอง ความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ลงในตัวอย่างที่ไม่มีแอมโมเนียมไนโตรเจน (Sample blank) ได้ %Recovery เท่ากับ 99.61 99.18 และ 99.48 และ ค่า HorRat เท่ากับ 0.51 0.32 และ 0.34 ตามลำดับ โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้มีความแม่นยำ และความเที่ยง ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์ เป็นวิธีมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ ที่มีความถูกต้อง แม่นยำ และเหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ และจากการเปรียบเทียบต้นทุนการวิเคราะห์ระหว่าง 2 วิธี พบว่า ไม่มีความแตกต่างกัน แต่วิธีที่ 2 ช่วยลดขั้นตอน และระยะเวลาในการเตรียมสารละลายลงได้น้อย 6 ชั่วโมง และเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว และมีความปลอดภัยต่อผู้วิเคราะห์มากขึ้น

## Abstract

Method Validation on Analysis of Ammonium Nitrogen in Chemical Fertilizer by Magnesium oxide. Laboratory Research Group has developed method from standard AOAC. Laboratories are required to perform the validation of analytical methods. To ensure that the analytical methods used are suitable examples. And suitable for the intended use. Operating starting 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 Ammonium Nitrogen in Chemical Fertilizer between two ways is the first solution of 50% sodium hydroxide and distilled in a second way to use magnesium oxide in refining. Then compare the results between the two methods by using Pair t-test (acceptance criteria  $t_{cal} < t_{cri}$  the 95% confidence level). The monoculture fertilizers, compound fertilizer and mixed fertilizer combinational no urea is a mixture with values  $t_{cal}$  of 1.04, 1.91 and 2.13 and 2.26 which equals  $t_{cri}$ ,  $t_{cal} < t_{cri}$  show that data from two not different ways. But samples of fertilizers containing urea as an ingredient is  $t_{cal}$  of 5.70 and 2.26 which equals  $t_{cri}$ ,  $t_{cal} > t_{cri}$  data show that the two approaches are significantly different. And to determine the Limit of detection (LOD) and Limit of Quantification (LOQ) of the analytical method LOD equals 0.15 and LOQ equals 0.50. The data has proven accuracy and precision was 100.50% Recovery of the LOQ (97-103% acceptance criteria) and HorRat 0.54 (acceptance criteria HorRat < 2) the acceptance criteria. The proven accuracy and precision (Precision) method of analysis. The data has proven accuracy of low, medium and high concentrations equal to 100.09% Recovery, 100.08 and 100.38 and Precision HorRat value of 0.34, 0.54 and 0.50 respectively. The study looks substance (Matrix) by the scale reference materials / certified reference materials. Low, medium

and high concentrations in the samples without ammonium nitrogen (Sample blank) is equal to 99.48% Recovery, 99.18 and 99.61 and Precision HorRat value of 0.34, 0.32 and 0.51 respectively. The analytical results are accurate. and precision, so it can be concluded that the determination of ammonium nitrogen fertilizer. By using magnesium oxide The standard way of operating room is accurate and appropriate for the intended use. The comparison between the two methods, cost analysis showed that the first solution of 50% sodium hydroxide. A cost of two methods are not different. But method 2 can reduce the step, and the time to prepare a solution to be at least six hours and a quick and easy way to analyze and secure as well.

## 6. คำนำ

ปุ๋ยไนโตรเจน (Nitrogen Fertilizer) แบ่งออกเป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ คือ ปุ๋ยอินทรีย์ไนโตรเจน และปุ๋ยอนินทรีย์ไนโตรเจน และปุ๋ยทั้งสองชนิดนี้มีแหล่งกำเนิด สมบัติทางฟิสิกส์และทางเคมีแตกต่างกัน (ปฐพีวิทยาเบื้องต้น,2548)ดังนั้นจึงจำเป็นต้องแยกกล่าวถึงปุ๋ยทั้งสองประเภทนี้ที่ละประเภท คือ

1. ปุ๋ยอินทรีย์ไนโตรเจน (Organic nitrogen fertilizer) เนื่องจากราคาของไนโตรเจนต่อหน่วยของปุ๋ยประเภทนี้ค่อนข้างสูง จึงมักไม่เป็นที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย อย่างไรก็ตาม ก็ยังมีการใช้ปุ๋ยอินทรีย์ไนโตรเจนกันบ้างเหมือนกัน เช่น การใช้กับสนามหญ้า สวนดอกไม้และไม้ปลูกในกระถางต่างๆ หลังจากใส่สารอินทรีย์ลงดิน ไนโตรเจนในปุ๋ยจะค่อยๆ ปลดปล่อยออกมาโดยการกระทำของจุลินทรีย์โดยกระบวนการ Mineralization ที่ประกอบด้วยกระบวนการ amination, ammonification และ nitrification ตามลำดับ และโดยการกระทำของจุลินทรีย์ดินนี้ ไนโตรเจนที่เป็นประโยชน์จากปุ๋ยชนิดนี้จะค่อยๆ เปลี่ยนรูปออกมาให้พืชได้ใช้ติดต่อกันเป็นระยะเวลายาวนาน ซึ่งนอกจากธาตุไนโตรเจนในรูปต่างๆ แล้วยังมีธาตุอาหารพืชชนิดอื่นๆ ในปุ๋ยนี้อีกที่จะถูกปลดปล่อยออกมาและเป็นประโยชน์ต่อพืชได้อีกด้วย (ปฐพีวิทยาเบื้องต้น, 2548)

2. ปุ๋ยอนินทรีย์ไนโตรเจน (Inorganic nitrogen fertilizer) ปุ๋ยชนิดนี้ หมายถึงปุ๋ยในรูปสารประกอบเคมีที่มีธาตุไนโตรเจนเป็นธาตุอาหารหลัก ปุ๋ยอนินทรีย์ไนโตรเจนมีหลายชนิด ยกตัวอย่างเช่น ปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต ในรูปปุ๋ยเคมีมีไนโตรเจน 21 เปอร์เซ็นต์และกำมะถัน 24 เปอร์เซ็นต์ สารประกอบแอมโมเนียมซัลเฟตที่บริสุทธิ์เป็นผลึกสีขาวละเอียด มีสมบัติดูดความชื้นจากอากาศเพียงเล็กน้อย (ไม่ชื้นง่าย) และละลายน้ำได้ดี ปุ๋ยแอมโมเนียมไนเตรท สารประกอบแอมโมเนียมไนเตรทบริสุทธิ์มีไนโตรเจน 35 เปอร์เซ็นต์ แต่ที่มีการผลิตออกมาใช้เป็นปุ๋ยเคมีมีไนโตรเจน 32.5 และ 33.5 เปอร์เซ็นต์ ครึ่งหนึ่งของไนโตรเจนในปุ๋ยแอมโมเนียมไนเตรทอยู่ในรูปแอมโมเนียมไนโตรเจน และครึ่งหนึ่งอยู่ในรูปไนเตรท และเนื่องจากเนื้อปุ๋ยเป็นเกล็ดที่ละลายน้ำได้หมด ดังนั้นเมื่อนำมาใช้เป็นปุ๋ย สารประกอบแอมโมเนียมไนเตรทที่ใช้ในรูปของปุ๋ยเคมีจึงไม่เหลือตกค้างอยู่ในดิน ปุ๋ยแอมโมเนียมคลอไรด์ มีไนโตรเจน 25 เปอร์เซ็นต์ มีลักษณะเป็นผลึกสีขาว มีสมบัติต้านทานต่อการชะละลาย การใช้ปุ๋ยชนิดนี้อาจทำให้ดินเกิดการสูญเสียแคลเซียมได้ และมีแนวโน้มทำให้ดินเป็นกรดมากกว่าปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตที่มี

น้ำหนักเท่ากัน เนื่องจากปุ๋ยแอมโมเนียมคลอไรด์มีเปอร์เซ็นต์ไนโตรเจนสูงกว่าปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต ปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตไนเตรท เป็นเกลือเชิงซ้อน (double salt) ของเกลือแอมโมเนียมซัลเฟตกับเกลือแอมโมเนียมไนเตรท ด้วยอัตราส่วน 1:1 เป็นปุ๋ยที่ขี้นยากกว่าปุ๋ยแอมโมเนียมไนเตรท มีไนโตรเจน 26 เปอร์เซ็นต์ และ 1/4 ของไนโตรเจนในปุ๋ยนี้อยู่ในรูปไนเตรทไนโตรเจน และ 3/4 อยู่ในรูปแอมโมเนียมไนโตรเจน ปุ๋ยนี้มีสมบัติเป็นกรด และการใช้ปุ๋ยชนิดนี้ทำให้ดินเป็นกรด แต่ก็มีฤทธิ์ทำให้ดินเป็นกรดน้อยกว่าปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต ปุ๋ยแคลเซียมแอมโมเนียมไนเตรท ปุ๋ยชนิดนี้เตรียมได้โดยการนำกรดดินประสิวทำปฏิกิริยากับก๊าซแอมโมเนีย ซึ่งผลที่ได้จะได้อาหารละลายแอมโมเนียมไนเตรท แล้วทำให้เข้มข้นขึ้นแล้วผสมด้วยหินปูนจะได้ปุ๋ยแคลเซียมแอมโมเนียมไนเตรท หรือ Nitrolime ปุ๋ยชนิดนี้ครึ่งหนึ่งของไนโตรเจนจะอยู่ในรูปไนเตรทไนโตรเจน อีกครึ่งหนึ่งจะอยู่ในรูปแอมโมเนียมไนโตรเจน และมีไนโตรเจนทั้งหมด 20 เปอร์เซ็นต์ ปุ๋ยยูเรีย หรือบางที่เรียกว่าคาร์บาไมด์ (Carbamide) เป็นปุ๋ยไนโตรเจนที่ไม่มีไอออนเป็นองค์ประกอบ (Non-ionic nitrogen fertilizer) ยูเรียเป็นปุ๋ยที่ละลายน้ำง่าย และให้ผลตกค้างเป็นกรด มีไนโตรเจนประมาณ 46 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากมีปริมาณไนโตรเจนสูง ดังนั้นเมื่อเปรียบเทียบราคาของไนโตรเจนต่อหน่วยแล้ว ยูเรียเป็นปุ๋ยที่มีราคาถูกกว่าปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต และปุ๋ยไนโตรเจนชนิดอื่นๆ ที่เป็นของแข็ง ยูเรียดูดความชื้นจากอากาศได้ดี แต่เมื่อได้เอาผลึกเคลือบผิวด้วยวัสดุเฉื่อยแล้วจะทำให้ยูเรียไม่จับกันเป็นก้อน ไม่ขึ้นง่ายและมีคุณภาพ เหมาะสำหรับการเก็บรักษาและการใช้ประโยชน์ (ปฐพีวิทยาเบื้องต้น, 2548)

การวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีของห้องปฏิบัติการ เดิมนั้นใช้สารละลาย 50 เปอร์เซ็นต์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการกลั่น ซึ่งมีข้อจำกัดในการวิเคราะห์คือ เป็นวิธีที่ไม่เหมาะกับตัวอย่างที่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ เนื่องจากปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนที่ได้มีความคลาดเคลื่อน คือค่าวิเคราะห์ที่ได้สูงกว่าปกติ และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้จะต้องผ่านการเตรียมให้อยู่ในรูปของสารละลาย ซึ่งเกิดความร้อนสูงมากในระหว่างการเตรียม อีกทั้งยังก่อให้เกิดอาการระคายเคืองต่อผู้เตรียมอีกด้วย และต้องทิ้งไว้เป็นเวลาอย่างน้อย 6 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง จึงจะพร้อมสำหรับการใช้งาน แต่เมื่อห้องปฏิบัติการได้เปลี่ยนวิธีวิเคราะห์มาเป็นใช้แมกนีเซียมออกไซด์ในการกลั่นแทนสารละลาย 50 เปอร์เซ็นต์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ จึงจำเป็นต้องดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ เพื่อให้มั่นใจว่าวิธีวิเคราะห์ที่ใช้อยู่มีความเหมาะสมกับตัวอย่าง และเหมาะแก่การใช้งานตามวัตถุประสงค์ เป็นวิธีที่ไม่มีขั้นตอนการเตรียมสารละลายที่ยุ่งยาก ช่วยลดขั้นตอนและระยะเวลาลงได้ อีกทั้งยังเป็นวิธีที่มีความสะดวก รวดเร็วและปลอดภัยต่อผู้วิเคราะห์มากขึ้น

## 7. วิธีดำเนินการ

### เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

1. เครื่องมือ/อุปกรณ์
  - 1.1 เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง
  - 1.2 เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 2 ตำแหน่ง
  - 1.3 Macro Kjeldahl Digestion Apparatus and Distilling Apparatus
  - 1.4 Magnetic stirrer
  - 1.5 เครื่องแก้วและวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์

## 2. สารเคมี

- 2.1 Boric Acid ( $H_3BO_3$ ), AR grade
- 2.2 Ethyl Alcohol 90 % ( $C_2H_5OH$ ), AR grade
- 2.3 Methylene Blue, AR grade
- 2.4 Methyl Red, AR grade
- 2.5 Pumice Stone Granular, AR grade
- 2.6 Standard Hydrochloric Acid 1 N (HCl), AR grade
- 2.7 Sodium hydroxide (NaOH), Commercial grade
- 2.8 Magnesium oxide (MgO), Commercial grade
- 2.9 วัสดุอ้างอิง
  - 2.9.1 Ammonium Sulphate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen (Aldrich Chem. 204501)
- 2.10 วัสดุอ้างอิงรับรอง/วัสดุอ้างอิงมาตรฐาน
  - 2.10.1 Ammonium Dihydrogen Phosphate  $12.15 \pm 0.01$  % Nitrogen (SRM No.194 NIST)
  - 2.10.2 Sodium Carbonate  $99.970 \pm 0.014$  % (SRM 351a)
- 2.11 ตัวอย่างปุ๋ยสูตร 0-P-K (Sample Blank) ปุ๋ยเชิงเดี่ยว จำนวน 10 ตัวอย่าง ปุ๋ยเชิงประกอบ จำนวน 10 ตัวอย่าง และปุ๋ยเชิงผสมจำนวน 20 ตัวอย่าง

### วิธีปฏิบัติการทดลอง

1. จัดเตรียมวัสดุ อุปกรณ์ สารเคมี และตัวอย่างปุ๋ยเชิงเดี่ยว จำนวน 10 ตัวอย่าง ปุ๋ยเชิงประกอบ จำนวน 10 ตัวอย่าง และปุ๋ยเชิงผสม จำนวน 20 ตัวอย่าง
  
2. วิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงเดี่ยว จำนวน 10 ตัวอย่าง ปุ๋ยเชิงประกอบ จำนวน 10 ตัวอย่าง และปุ๋ยเชิงผสม จำนวน 20 ตัวอย่าง เพื่อเปรียบเทียบ t-test ระหว่าง 2 วิธี โดยวิธีที่ 1 ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ และวิธีที่ 2 ใช้แมกนีเซียมออกไซด์
  - 2.1 ดำเนินการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนโดยวิธีที่ 1 ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์
    - 2.1.1 ชั่งตัวอย่างปุ๋ยเชิงเดี่ยว จำนวน 10 ตัวอย่าง ปุ๋ยเชิงประกอบ จำนวน 10 ตัวอย่าง และปุ๋ยเชิงผสม จำนวน 20 ตัวอย่าง
    - 2.1.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการกลั่น
    - 2.1.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
  - 2.2 ดำเนินการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนโดยวิธีที่ 2 ใช้แมกนีเซียมออกไซด์
    - 2.2.1 ชั่งตัวอย่างปุ๋ยเชิงเดี่ยว จำนวน 10 ตัวอย่าง ปุ๋ยเชิงประกอบ จำนวน 10 ตัวอย่าง และปุ๋ยเชิงผสม จำนวน 20 ตัวอย่าง

- 2.2.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนโดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์ในการกลั่น
- 2.2.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
- 2.3 เปรียบเทียบ t-test ของผลวิเคราะห์ที่ได้จากทั้ง 2 วิธี (เกณฑ์การยอมรับ  $t_{cal} < t_{cri}$  ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %)

### 3. การศึกษาหาค่า LOD และ LOQ

- 3.1 ชั่ง Sample Blank น้ำหนัก 0.3xxx – 0.4xxx กรัม
- 3.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนโดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์ในการกลั่น
- 3.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
- 3.4 คำนวณหาค่า LOD และ LOQ ตามสูตร

$$S'_0 = S_0 \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{nb}}$$

$$LOD = 3S'_0$$

$$LOQ = 10S'_0$$

3.5 การพิสูจน์ Accuracy และ Precision ของ LOQ โดยการเตรียมสารละลายมาตรฐานจาก CRM/SRM ให้ได้ความเข้มข้นเท่ากับหรือใกล้เคียงกับความเข้มข้นของ LOQ แล้วดำเนินการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนตามวิธีวิเคราะห์จากนั้นบันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน และประเมิน Accuracy (เกณฑ์การยอมรับ %Recovery ตาม AOAC, 2016) ประเมิน Precision (เกณฑ์การยอมรับ HorRat < 2 ; AOAC, 2016)

### 4. การศึกษาหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง

- 4.1 ชั่ง CRM ที่มีปริมาณความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ไม่ต่ำกว่าความเข้มข้นละ 20 ช้ำ พร้อมทำ Reagent Blank โดยทำการวิเคราะห์ที่เวลาแตกต่างกัน
- 4.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนโดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์ในการกลั่น
- 4.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
- 4.4 เปรียบเทียบค่าที่ได้กับค่าที่รับรองของ CRM โดยพิจารณา %Recovery (เกณฑ์การยอมรับ ตาม AOAC, 2016)
- 4.5 ศึกษาลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) โดยชั่ง CRM ความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง เติมลงไป ใน Sample Blank ดำเนินการวิเคราะห์เช่นเดียวกับขั้นตอน 4.1 – 4.4 โดยทำการวิเคราะห์ระดับความเข้มข้นละ 20 ช้ำ

### 5. การศึกษาหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง

- 5.1 ชั่ง CRM ที่มีปริมาณความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ไม่ต่ำกว่าความเข้มข้นละ 20 ช้ำ โดยทำการวิเคราะห์ที่เวลาแตกต่างกัน
- 5.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนโดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์ในการกลั่น
- 5.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่า Precision โดยใช้ Horwitz equation คำนวณแบบ

Repeatability (เกณฑ์ยอมรับ HorRat < 2 ตาม AOAC, 2016)

5.4 ศึกษาลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) โดยซัง CRM ความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง เติมลงไป ใน Sample Blank ดำเนินการวิเคราะห์เช่นเดียวกับขั้นตอน 5.1 – 5.3 โดยทำการวิเคราะห์ระดับความเข้มข้นละ 20 ซัง

6. สรุปและรายงานผลการทดลอง พร้อมวิเคราะห์ความคุ้มค่า โดยเปรียบเทียบต้นทุนการวิเคราะห์ ระยะเวลาการวิเคราะห์ ขั้นตอนการวิเคราะห์ที่เปลี่ยนแปลง และความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์

### เวลาและสถานที่

ระยะเวลาดำเนินการ เริ่มต้นเดือนตุลาคม 2558 สิ้นสุดเดือนกันยายน 2559

ณ กลุ่มงานวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี  
กองวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

## 8. ผลการทดลองและวิจารณ์

จากการดำเนินการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงเดี่ยว จำนวน 10 ตัวอย่าง ปุ๋ยเชิงประกอบ จำนวน 10 ตัวอย่าง และปุ๋ยเชิงผสม จำนวน 20 ตัวอย่าง โดยวิธีที่ 1 ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ และวิธีที่ 2 ใช้แมกนีเซียมออกไซด์ แล้วนำผลวิเคราะห์ที่ได้จากทั้ง 2 วิธี มาเปรียบเทียบโดยใช้สถิติ Pair t-test (เกณฑ์การยอมรับ  $t_{cal} < t_{ci}$  ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%) พบว่า ผลวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงเดี่ยว ปุ๋ยเชิงประกอบ และปุ๋ยเชิงผสมที่ไม่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ ไม่มีความแตกต่างกัน ดังตารางที่ 1-3 ส่วนปุ๋ยเชิงผสมที่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ดังตารางที่ 4 การหาค่า LOD และ LOQ ของวิธีวิเคราะห์ ได้ค่า LOD เท่ากับ 0.15 และ LOQ เท่ากับ 0.50 ได้ข้อมูลผลการพิสูจน์ Accuracy และ Precision ของ LOQ โดย %Recovery เท่ากับ 100.50 และ HorRat เท่ากับ 0.54 ผ่านเกณฑ์การยอมรับ ดังตารางที่ 5-6 และการพิสูจน์ Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์ ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ได้ %Recovery เท่ากับ 100.38, 100.08 และ 100.09 และ ค่า HorRat เท่ากับ 0.50 0.54 และ 0.34 ตามลำดับ ดังตารางที่ 7 และจากการศึกษาลักษณะเนื้อสาร (Matrix) โดยการซังวัสดุอ้างอิง/วัสดุอ้างอิงรับรอง ความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง ลงในตัวอย่างที่ไม่มีแอมโมเนียมไนโตรเจน (Sample blank) การพิสูจน์ Accuracy ได้ %Recovery เท่ากับ 99.61 99.18 และ 99.48 และ Precision ได้ค่า HorRat เท่ากับ 0.51, 0.32 และ 0.34 ตามลำดับ ซึ่งผ่านเกณฑ์การยอมรับ ดังตารางที่ 8 และจากการเปรียบเทียบต้นทุนการวิเคราะห์ระหว่าง 2 วิธี พบว่าทั้ง 2 วิธี ไม่แตกต่างกัน ดังตารางที่ 9 แต่วิธีที่ 2 ช่วยลดขั้นตอน และระยะเวลาในการเตรียมสารละลายลงได้ 6 ชั่วโมง ดังตารางที่ 10 และเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว และมีความปลอดภัยต่อผู้วิเคราะห์อีกด้วย

## 9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์

ทำให้มั่นใจว่าวิธีที่ใช้อยู่มีความเหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ เป็นวิธีที่ช่วยลดขั้นตอน และระยะเวลาในการวิเคราะห์ อีกทั้งยังเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว และมีความปลอดภัยต่อผู้วิเคราะห์มากขึ้น อย่างไรก็ตาม ทั้ง 2 วิธี ก็ยังไม่เหมาะสมกับตัวอย่างปุ๋ยเชิงผสมที่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ โดยเฉพาะวิธีที่ใช้สารละลาย 50 เปอร์เซ็นต์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ในการกลั่น เนื่องจากในกระบวนการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนนั้น ยูเรียจะถูกกลั่นออกมาด้วย ทำให้ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนที่ได้มีความคลาดเคลื่อน คือค่าวิเคราะห์ที่ได้สูงกว่าปกติ

## 10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์ เป็นการพิสูจน์ว่าวิธีนี้เหมาะสมแก่การใช้งานตามวัตถุประสงค์ เป็นวิธีมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ ผลการวิเคราะห์ที่ได้เป็นไปตามเกณฑ์กำหนดของมาตรฐานสากล และได้ข้อมูลผลการทวนสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์เพื่อประกอบการขอรับรองตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 ในขอบข่ายการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยใช้แมกนีเซียมออกไซด์ ที่ความเข้มข้น 2.6 – 21.2 เปอร์เซ็นต์ แอมโมเนียมไนโตรเจนได้อีกด้วย

## 11. คำขอขอบคุณ (ถ้ามี) :-

## 12. เอกสารอ้างอิง

กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. 2559. ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจ

วิเคราะห์ปุ๋ยเคมีตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ.

2550 พ.ศ. 2559 ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 134 ตอนพิเศษ 2 ง 4 มกราคม 2560 (หน้า 24)

คณะกรรมการด้านวิชาการของกรมวิทยาศาสตร์บริการ. 2554. แนวทางการจัดทำความสมเหตุสมผลของการวัด.

โรงพิมพ์สำนักงานพระพุทธศาสนาแห่งชาติ. กรุงเทพฯ. 131 หน้า

คณาจารย์ภาควิชาปฐพีวิทยา. 2548. ปฐพีวิทยาเบื้องต้น. ภาควิชาปฐพีวิทยา คณะเกษตร. มหาวิทยาลัย

เกษตรศาสตร์. กรุงเทพฯ. 547 หน้า

อุมาพร สุขม่วง และ อารีย์ศฤง์. 2553. เอกสารประกอบการฝึกอบรม หลักสูตร “ความใช้ได้ของวิธีทดสอบ”.

กรมวิทยาศาสตร์บริการกระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. กรุงเทพฯ. 33 หน้า

Association of Official Analytical Chemists (AOAC). 2016. Official Method of Analysis

920.03. 20<sup>th</sup> 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.

Eurachem. 2014. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation

and Related Topics. 2<sup>nd</sup> Ed. 62 p.

Official Methods of Analysis of Fertilizers. 1987. The National Institute of Agriculture

Sciences. Ministry of Agriculture, Forestry, and Fisheries, Japan. 130 p.



### 13. ภาคผนวก

ตารางที่ 1 ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงเดี่ยว โดยวิธีที่ 1 ใช้ NaOH และวิธีที่ 2 ใช้ MgO

ตัวอย่าง ที่	สูตรปุ๋ย	สูตรโมเลกุล	ลักษณะตัวอย่าง	ใช้ NaOH	ใช้ MgO
1	13-0-0	Ca.Mg(NO <sub>3</sub> )	แผ่นแบนเล็กปนผง สีขาวขุ่น	0.67	0.65
2	15-0-0	Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .H <sub>2</sub> O	เม็ดสีเหลืองอ่อน	1.29	1.28
3	15-0-0	Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .H <sub>2</sub> O	เม็ดสีขาวขุ่น	1.35	1.30
4	20-0-0	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	เม็ดใหญ่สีขาวขุ่น	21.36	21.33
5	21-0-0	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	เกล็ดเล็กๆ สีขาวใส	21.20	21.29
6	25-0-0	(NH <sub>4</sub> )Cl	เม็ดสีชมพู	25.75	25.81
7	25-0-0	(NH <sub>4</sub> )Cl	ผงสีขาว	25.29	25.28
8	26-0-0	5Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> .10H <sub>2</sub> O	เม็ดสีเทา	13.14	13.10
9	27-0-0	5Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> .10H <sub>2</sub> O	เม็ดสีขาวขุ่น	13.73	13.65
10	27-0-0	NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub> .(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	เม็ดสีขาวขุ่น	19.12	19.02

เปรียบเทียบ Pair t-test ของผลวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงเดี่ยว ที่ได้จากทั้ง 2 วิธี พบว่า  $t_{cal}$  เท่ากับ 1.04 และ  $t_{cri}$  เท่ากับ 2.26 ซึ่ง  $t_{cal} < t_{cri}$  แสดงว่าข้อมูลจาก 2 วิธีไม่แตกต่างกัน

ตารางที่ 2 ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงประกอบ โดยวิธีที่ 1 ใช้ NaOH และวิธีที่ 2 ใช้ MgO

ตัวอย่าง ที่	สูตรปุ๋ย	สูตรโมเลกุล	ลักษณะตัวอย่าง	ใช้ NaOH	ใช้ MgO
1	10-40-0	NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	เกล็ด/ผงสีขาว	10.40	10.36
2	11-52-0	NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	เม็ดสีเทา	11.63	11.60
3	12-60-0	NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	เกล็ดสีขาวใส	12.26	12.27
4	12-61-0	NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	เกล็ดสีขาวใส	12.22	12.12
5	16-18-0	-	เม็ดสีเทา	16.12	15.54
6	16-20-0	Ammonium phosphate	เม็ดสีเทา	16.14	16.15

		sulfate			
7	17-46-0	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	เม็ดสีเทา	17.79	17.66
8	18-46-0	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	เม็ดสีน้ำตาล	17.99	17.66
9	20-53-0	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	เกล็ดสีขาวใส	21.14	21.09
10	21-53-0	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	เกล็ดสีขาวใส	21.23	21.29

เปรียบเทียบ Pair t-test ของผลวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงประกอบ ที่ได้จากทั้ง 2 วิธี พบว่า  $t_{cal}$  เท่ากับ 1.91 และ  $t_{cri}$  เท่ากับ 2.26 ซึ่ง  $t_{cal} < t_{cri}$  แสดงว่าข้อมูลจาก 2 วิธีไม่แตกต่างกัน

**ตารางที่ 3** ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงผสม (ไม่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ)

โดยวิธีที่ 1 ใช้ NaOH และวิธีที่ 2 ใช้ MgO

ตัวอย่าง ที่	สูตร	ใช้NaOH	ใช้MgO
1	3-3-35	3.66	3.61
2	6-32-32	5.64	5.60
3	7-56-13	7.09	7.16
4	8-24-24	8.59	8.53
5	10-26-26	10.03	9.89
6	15-15-15	8.73	8.65
7	16-16-16	9.24	9.28
8	17-17-17	8.83	8.79
9	19-9-19	10.17	10.14
10	24-5-5	13.33	13.26

เปรียบเทียบ Pair t-test ของผลวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงผสม (ไม่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ) ที่ได้จากทั้ง 2 วิธี พบว่า  $t_{cal}$  เท่ากับ 2.13 และ  $t_{cri}$  เท่ากับ 2.26 ซึ่ง  $t_{cal} < t_{cri}$  แสดงว่าข้อมูลจาก 2 วิธี ไม่แตกต่างกัน

**ตารางที่ 4** ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงผสม (ที่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ)

โดยวิธีที่ 1 ใช้ NaOH และวิธีที่ 2 ใช้ MgO

ตัวอย่าง ที่	สูตร	ใช้ NaOH	ใช้ MgO
1	4-5-7	3.18	2.69
2	9-9-9	4.03	3.37

3	15-7-18	4.70	3.63
4	16-16-8	8.15	7.35
5	21-3-3	4.18	2.02
6	23-4-3	5.64	2.41
7	26-12-8	5.87	3.36
8	27-12-6	12.26	10.87
9	30-10-10	5.73	3.64
10	33-8-8	6.85	4.26

เปรียบเทียบ Pair t-test ของผลวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเชิงผสม (ที่มียูเรียเป็นส่วนประกอบ) ที่ได้จากทั้ง 2 วิธี พบว่า  $t_{cal}$  เท่ากับ 5.70 และ  $t_{cri}$  เท่ากับ 2.26 ซึ่ง  $t_{cal} > t_{cri}$  แสดงว่าข้อมูลจาก 2 วิธี มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

**ตารางที่ 5** การศึกษาหาค่า LOD และ LOQ โดยการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างที่ไม่มีแอมโมเนียมไนโตรเจน (Sample blank) เนื่องจาก Sample blank มีค่าเท่ากับศูนย์ ดังนั้นจึงดำเนินการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน โดยการเตรียมสารละลายมาตรฐานให้มี ความเข้มข้น 0.5005 %AN

ซ้ำที่	น้ำหนัก	ปริมาตร		
	สารละลายมาตรฐาน (g)	Std.HCl (ml)	N.HCl	% AN
1	0.3268	0.5	0.2024	0.424
2	0.3257	0.6	0.2024	0.508
3	0.3241	0.6	0.2024	0.506
4	0.3281	0.6	0.2024	0.489
5	0.3205	0.7	0.2024	0.570
6	0.3209	0.6	0.2024	0.510
7	0.3359	0.7	0.2024	0.573
8	0.3306	0.6	0.2024	0.501
9	0.3259	0.7	0.2024	0.576
10	0.3215	0.6	0.2024	0.514
mean				0.517
SD				0.05

ตารางที่ 6 การพิสูจน์ Accuracy และ Precision ของ LOQ โดยการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 0.5005 % AN (เตรียมจาก SRM 194 NIST)

วันที่	น้ำหนัก	ปริมาตร		% AN	% Recovery
	สารละลายมาตรฐาน (g)	Std.HCl (ml)	N.HCl		
28 พ.ค. 59	0.3375	0.6	0.2024	0.504	100.70
29 พ.ค. 59	0.3363	0.6	0.2024	0.507	101.30
30 พ.ค. 59	0.3414	0.6	0.2024	0.500	99.90
31 พ.ค. 59	0.3322	0.6	0.2024	0.512	102.30
1 มิ.ย. 59	0.3421	0.6	0.2030	0.497	99.30
2 มิ.ย. 59	0.3444	0.6	0.2030	0.494	98.70
3 มิ.ย. 59	0.3456	0.6	0.2030	0.492	98.30
4 มิ.ย. 59	0.3337	0.6	0.2030	0.511	102.10
5 มิ.ย. 59	0.3304	0.6	0.2030	0.515	102.90
11 มิ.ย. 59	0.3404	0.6	0.2030	0.500	99.90
mean				0.503	

SD	0.01
%RSD	1.57
Predicted RSD	2.93
%Recovery	100.50
HorRat	0.54

ที่ความเข้มข้น 0.5005 % AN (LOQ) มี %Recovery เท่ากับ 100.50 (เกณฑ์การยอมรับ 97-103 %) และ HorRat เท่ากับ 0.54 (เกณฑ์การยอมรับ HorRat < 2) ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

**ตารางที่ 7** การพิสูจน์ Accuracy และ Precision ของวิธีวิเคราะห์ โดยทำการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในวัสดุอ้างอิง/วัสดุอ้างอิงรับรอง ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 2.60 % AN (เตรียมจาก SRM 194 NIST) ที่ความเข้มข้นกลาง (SRM No.194 NIST 12.15 ± 0.01 % Nitrogen) และ ที่ความเข้มข้นสูง (Ammonium sulphate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen)

วันที่	% AN ความเข้มข้นต่ำ 2.60 %	% AN ความเข้มข้นกลาง 12.15 %	% AN ความเข้มข้นสูง 21.20 %
10 ส.ค. 59	2.65	12.25	21.18
11 ส.ค. 59	2.63	12.24	21.30
12 ส.ค. 59	2.59	12.20	21.28

13 ส.ค. 59	2.63	12.15	21.07
15 ส.ค. 59	2.63	12.28	21.31
16 ส.ค. 59	2.61	12.26	21.19
17 ส.ค. 59	2.60	11.97	21.38
18 ส.ค. 59	2.64	12.32	21.33
19 ส.ค. 59	2.64	12.03	21.39
20 ส.ค. 59	2.58	12.25	21.23
23 ส.ค. 59	2.59	12.15	20.96
29 ส.ค. 59	2.65	12.23	21.13
30 ส.ค. 59	2.59	12.05	21.25
31 ส.ค. 59	2.56	11.92	21.34
1 ก.ย.59	2.58	12.15	21.27
2 ก.ย.59	2.58	12.18	21.29
3 ก.ย.59	2.57	12.27	21.10
5 ก.ย.59	2.64	12.17	21.00
6 ก.ย.59	2.63	12.06	21.19
7 ก.ย.59	2.65	11.99	21.25
mean	2.61	12.16	21.22
SD	0.03	0.12	0.12
%RSD	1.15	0.99	0.57
Predicted RSD	2.28	1.82	1.67
%Recovery	100.38	100.08	100.09
HorRat	0.50	0.54	0.34

**ตารางที่ 8** ศึกษาลักษณะเนื้อสาร (Matrix) โดยการชั่งวัสดุอ้างอิง/วัสดุอ้างอิงรับรอง ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 2.60 % AN (เตรียมจาก SRM 194 NIST) ที่ความเข้มข้นกลาง (SRM No.194 NIST12.15 ± 0.01 % Nitrogen) และที่ความเข้มข้นสูง (Ammonium sulphate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen) เติมลงใน Sample blank (สูตร 0-52-34)

วันที่	% AN	% AN	% AN
	ความเข้มข้นต่ำ	ความเข้มข้นกลาง	ความเข้มข้นสูง
	2.60 %	12.15 %	21.20 %
10 ส.ค. 59	2.57	12.08	20.99
11 ส.ค. 59	2.60	12.03	21.10
12 ส.ค. 59	2.62	12.11	21.18
13 ส.ค. 59	2.56	12.15	21.27
15 ส.ค. 59	2.60	12.17	21.11
16 ส.ค. 59	2.62	12.06	21.06
17 ส.ค. 59	2.58	12.04	21.08
18 ส.ค. 59	2.63	11.96	21.07
19 ส.ค. 59	2.57	12.09	21.21
20 ส.ค. 59	2.58	12.04	21.07
23 ส.ค. 59	2.56	12.01	21.09
29 ส.ค. 59	2.60	11.92	20.99
30 ส.ค. 59	2.57	12.11	20.98
31 ส.ค. 59	2.60	12.15	21.26
1 ก.ย.59	2.65	11.97	20.93
2 ก.ย.59	2.55	12.00	20.91
3 ก.ย.59	2.59	12.01	21.28
5 ก.ย.59	2.63	12.14	20.94
6 ก.ย.59	2.57	11.98	20.96
7 ก.ย.59	2.57	12.05	21.28
<b>mean</b>	<b>2.59</b>	<b>12.05</b>	<b>21.09</b>
<b>SD</b>	<b>0.03</b>	<b>0.07</b>	<b>0.12</b>
<b>%RSD</b>	<b>1.16</b>	<b>0.58</b>	<b>0.57</b>
<b>Predicted RSD</b>	<b>2.28</b>	<b>1.82</b>	<b>1.67</b>
<b>%Recovery</b>	<b>99.61</b>	<b>99.18</b>	<b>99.48</b>
<b>HorRat</b>	<b>0.51</b>	<b>0.32</b>	<b>0.34</b>

ตารางที่ 9 เปรียบเทียบต้นทุนในการวิเคราะห์ระหว่าง 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 ใช้ 50% NaOH และวิธีที่ 2 ใช้ MgO

ลำดับที่	รายละเอียด	วิธีที่ 1 ใช้	วิธีที่ 2
		50% NaOH	ใช้ MgO
1	ค่าเสื่อมราคาของเครื่องมือ (E)	9.29	9.26
2	ค่าสารเคมีและวัสดุวิทยาศาสตร์ (C)	199.48	198.94
3	ค่าใช้จ่ายด้านสาธารณูปโภค (U)	23.78	23.78
4	ค่าแรงงาน (M)	159.30	159.30
5	ค่าจัดเตรียมเอกสาร (D)	4.31	4.31
6	ค่า Safety factor	1.2	1.2
7	รวมต้นทุนการวิเคราะห์ (บาท) (((E+ C + U + M) × 1.2) + 4.31)	474.50	473.85
ดังนั้น ต้นทุนของวิธีที่ 1 (50% NaOH) มากกว่าวิธีที่ 2 (MgO) อยู่ 474.50 – 473.85 = 0.65 บาท			

ตารางที่ 10 เปรียบเทียบขั้นตอน และระยะเวลาในการวิเคราะห์ระหว่าง 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 ใช้ 50% NaOH และวิธีที่ 2 ใช้ MgO

ขั้นตอน ที่	วิธีที่ 1	วิธีที่ 2
	ใช้ 50% NaOH	ใช้ MgO
1	เตรียมสารละลาย 50% NaOH และทิ้งให้เย็นอย่างน้อย 6 ชั่วโมง	-
2	ชั่งตัวอย่างปุย 1 ชั่วโมง	ชั่งตัวอย่างปุย 1 ชั่วโมง
3	เติมน้ำกลั่น + สารละลาย 50% NaOH** 1 ชั่วโมง	เติมน้ำกลั่น + แมกนีเซียมออกไซด์ 1 ชั่วโมง
4	กลั่นเป็นเวลาประมาณ ~ 1.30 ชั่วโมง	กลั่นเป็นเวลาประมาณ ~ 1.30 ชั่วโมง
5	ไตเตรท 1 ชั่วโมง	ไตเตรท 1 ชั่วโมง
6	คำนวณผล 1 ชั่วโมง	คำนวณผล 1 ชั่วโมง
รวมขั้นตอน	มี 6 ขั้นตอน	มี 5 ขั้นตอน
และระยะเวลา ในการวิเคราะห์	ระยะเวลา 6 ชั่วโมง + 5.30 ชั่วโมง = 11.30 ชั่วโมง	ระยะเวลา 5.30 ชั่วโมง



---

หมายเหตุ 1. วิเคราะห์ได้ 30 ตัวอย่าง/รอบ

2. \*\*NaOH ใช้งานในรูปสารละลายที่ผ่านการเตรียม ซึ่งต้องใช้เวลาไม่น้อยกว่า 6 ชั่วโมง  
สารละลายนี้จะเย็นที่อุณหภูมิห้องและพร้อมสำหรับการใช้งาน

---