

รายงานเรื่องเต็มผลการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2557

1. ชุดโครงการวิจัย วิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
2. โครงการวิจัย การพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์พืชและปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
กิจกรรมที่ 1 พัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์พืช ดิน น้ำ สารอินทรีย์ สารควบคุมการเจริญเติบโตพืช สารสกัด และวัตถุอันตรายทางการเกษตร
กิจกรรมย่อยที่ 1.1 พัฒนาเทคนิคระบบการตรวจวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปุ๋ย
3. ชื่อการทดลอง(ภาษาไทย) ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี
ชื่อการทดลอง(ภาษาอังกฤษ) Method Validation on Analysis of Ammonium Nitrogen in Chemical Fertilizer
4. คณะผู้ดำเนินงาน
ชื่อหัวหน้าโครงการ นางจิตติมา ยถาภูยานนท์ สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
หัวหน้าการทดลอง นางอาทิตยา พงษ์ชัยสิทธิ์ สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1
ผู้ร่วมงาน นางสาวสิริพร มะเจี้ยว สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1
 นายมีชัย ธรรมจันทร์ สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1
 นางสาวจันทร์จิรา ศรีธรรม สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1

5. บทคัดย่อ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี เป็นการพัฒนา ปรับปรุงหรือดัดแปลงวิธีการวิเคราะห์ให้มีความเหมาะสมกับห้องปฏิบัติการ โดยวิธีการที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิตใช้อยู่ในปัจจุบันนั้น ดัดแปลงจากวิธีของ OMAF (Official Method of Analysis of Fertilizers (1987), 4.1.2) ทำการศึกษาโดยวิเคราะห์ CRM/SRM ที่ 3 ระดับความเข้มข้น นำมาประเมินความแม่นยำ (Accuracy) จาก 2 วิธี พบว่า % Recovery ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (1.42%), ระดับความเข้มข้นกลาง (13.04%) และระดับความเข้มข้นสูง (21.20%) เท่ากับ 100, 100.38 10 และ 100 % ตามลำดับ หาค่าความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM/SRM ของทั้ง 3 ระดับความเข้มข้น เท่ากับ 0.00, 1.66 และ 0.00 ตามลำดับ ประเมินความเที่ยง แบบ repeatability Precision โดยใช้ Horwitz' equation ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.13, 0.39 และ 0.51 ตามลำดับ และแบบ Intermediate precision โดยใช้ Horwitz'

equation ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.64, 1.41 และ 0.43 ตามลำดับ ประเมินหาปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) เท่ากับ 0.58 % และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (LOQ) เท่ากับ 1.42 % ประเมินผลของสารตัวเติม (Matrix effect) ต่อความแม่นยำ (Accuracy) โดยเติม sample blank ลงใน CRM/SRM ที่ 3 ระดับความเข้มข้น พบว่า % Recovery ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (1.42%), ระดับความเข้มข้นกลาง (13.04%) และระดับความเข้มข้นสูง (21.20%) เท่ากับ 97.89, 100.53 และ 99.43 % ตามลำดับ หาค่าความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริงของ CRM/SRM ของทั้ง 3 ระดับความเข้มข้น เท่ากับ 1.55, 0.70 และ 0.8 ตามลำดับ ประเมินผลของสารตัวเติม (Matrix effect) ต่อความเที่ยง 2 แบบ คือ แบบ Precision โดยใช้ Horwitz' equation ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 2.00, 1.36, และ 1.37 ตามลำดับ และแบบ Intermediate Precision โดยใช้ Horwitz' equation ได้ค่า HORRAT เท่ากับ 1.98, 0.91 และ 0.34 ตามลำดับ ซึ่งค่าทั้งหมดที่ได้มานั้น ผ่านเกณฑ์การยอมรับตามมาตรฐานสากล

Abstract

Method validation of ammonium nitrogen in chemical fertilizer was developed in order to fit for purpose as used in laboratory. The method that use in laboratory was adapted from OMAF (Official Method of Analysis of Fertilizers (1987), 4.1.2) Analysed CRM/ SRM in three concentrations. Accuracy was evaluated in two ways. %Recovery of low, medium and high concentration were 100, 100.38 and 100% respectively. The evaluation of different value between analyse value and true value of CRM/ SRM by t-test were 0.00, 1.66 and 0.00 respectively. Repeatability precision by Horwitz' equation (HORRAT) were 1.13, 0.39 and 0.51 respectively. Intermediate precision by Horwitz' equation (HORRAT) were 1.64, 1.41 and 0.43 respectively. Limit of Detection (LOD) was 0.58% and Limit of Quantitative (LOQ) was 1.42%. %Recovery of matrix effect in low medium and high concentration were 97.89, 100.53 and 99.43% respectively. The evaluation of different value between analyse value and true value of matrix effect were 1.55, 0.70 and 0.8 respectively. Repeatability precision in matrix effect by Horwitz' equation (HORRAT) were 2.00, 1.36 and 1.37 respectively. Intermediate precision were 1.98, 0.91 and 0.34 respectively

6. คำนำ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นหลังจากการพัฒนา ปรับปรุงหรือดัดแปลงวิธีการวิเคราะห์ให้มีความเหมาะสมกับห้องปฏิบัติการ เพื่อเป็นการยืนยันคุณลักษณะเฉพาะของวิธี (Method Performance Characteristics) และมีการประเมินทางสถิติว่า วิธีการวิเคราะห์นี้มีความเหมาะสมถูกต้องตามวัตถุประสงค์ของการใช้งาน (ทิพวรรณ, 2549)

วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1 ใช้อยู่ในปัจจุบันเป็นวิธีที่ปรับปรุงดัดแปลง และ พัฒนามาจากวิธีวิเคราะห์ของ OMAF (Official Method of Analysis of Fertilizers (1987), 4.1.2) ดังนั้นเพื่อให้มั่นใจว่าวิธีการวิเคราะห์ที่ใช้มีความเหมาะสมกับตัวอย่าง หรือเหมาะสมกับการใช้งานตามวัตถุประสงค์ (fit for the purpose) ซึ่งเป็นข้อกำหนดหนึ่งตามมาตรฐาน ISO/IEC17025: 2005 โดยคุณลักษณะที่ใช้ในการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ ได้แก่ การตรวจสอบความแม่นยำ (Accuracy) ประกอบด้วย ค่าความถูกต้อง (Trueness) โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับค่าจริงของตัวอย่างที่ผ่านการรับรอง (Certified Reference Material: CRM) และความเที่ยง (Precision) โดยการทดสอบการกระจายหรือการเบี่ยงเบนของผลการวิเคราะห์ ความเข้มข้นต่ำสุดของสารที่วิเคราะห์ในตัวอย่างที่สามารถวัดได้ (Limit of Detection: LOD) และความเข้มข้นต่ำสุดของสิ่งที่จะวิเคราะห์ที่สามารถวัด และยอมรับในความถูกต้องแม่นยำ และรายงานผลได้ (Limit of Quantitation: LOQ) (จิตรา, 2549 และ อุมาพร และอารีย์, 2553)

ในการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน โดยนำไปกลั่นด้วย sodium hydroxide เพื่อไล่อะมิเนียแล้วจับด้วยกรดบอริก (กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี, 2551)

7. วิธีดำเนินการ

อุปกรณ์

1. เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง ที่ผ่านการสอบเทียบแล้ว
2. เครื่องกลั่นไนโตรเจน ยี่ห้อ Gerhardt รุ่น VAP20
3. บิวเรต ขนาด 50 ml ที่มีใบ Certificate ของการสอบเทียบ
4. ปีกเกอร์ขนาด 1,000 และ 4,000 ml.
5. กระจกตวงขนาด 100 ml.
6. Erlenmeyer flask ขนาด 250 ml.
7. Volumetric flask ขนาด 1,000 และ 2,000ml.
8. Magnetic stirrer
9. ซ้อนตักสาร

สารเคมี

1. Boric acid (H_3BO_3), AR Grade
2. Ethyl alcohol 90 % (C_2H_5OH), AR Grade
3. Methylene blue, AR Grade
4. Methyl red, AR Grade
5. Standard hydrochloric acid (HCl) 1 N, AR Grade
6. Sodium hydroxide (NaOH), Commercial Grade
7. วัสดุอ้างอิงรับรอง/วัสดุอ้างอิงมาตรฐาน (CRM/SRM)

- Ammonium sulfate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen (Aldrich Chem. 204501)
- Calcium ammonium nitrate 13.04 ± 0.32% Ammonium nitrogen (CRM-BCR 178)
- Sodium Carbonate 99.970 ± 0.014 % (SRM 351a)

วิธีการ

1. การหา Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantity (LOQ) ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน

- 1.1 ชั่ง sample blank น้ำหนัก 0.2xxx กรัม
- 1.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน
- 1.3 บันทึกข้อมูล คำนวณหาค่าเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
- 1.4 $LOD = \bar{X} + 3SD$
 $LOQ = \bar{X} + 10SD$

2. การหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

- 2.1 ชั่ง CRM/SRM 0.2xxx กรัม ในช่วงที่ทำการทดลองที่ 3 ระดับความเข้มข้น ๆ ละ 10 ซ้ำ

ดังนี้

- 2.1.1 ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (1.42%) เตรียมจาก ammonium sulfate 21.20%
- 2.1.2 ที่ระดับความเข้มข้นกลาง (13.04%) ใช้ calcium ammonium nitrate (BCR

178)

- 2.1.3 ที่ระดับความเข้มข้นสูง (21.20%) ใช้ ammonium sulfate 21.20%

- 2.2 ดำเนินการตามวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

- 2.3 นำผลการวิเคราะห์ที่ได้ไปคำนวณหาค่า \bar{X} , SD, bias, % Recovery และ T-test

3. การหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

นำข้อมูลที่ได้จากข้อ 2 ไปประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT

4. การหาค่า Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

- 4.1 ชั่ง CRM/SRM 0.2xxx กรัม ลงในหลอดย่อยตัวอย่าง เช่นเดียวกับข้อ 2.1 และ 2.2

- 4.2 ดำเนินการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยวิเคราะห์วันละ 1 ซ้ำ เป็นเวลา 10

วัน

- 4.3 นำผลการวิเคราะห์ที่ได้ประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT

5. การหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม (Matrix Effect)

- 5.1 ชั่ง sample blank ที่มีลักษณะของเนื้อสาร (matrix) แตกต่างกัน 0.2xxx กรัม จำนวน 10

ซ้ำ นำไปวิเคราะห์ตามขั้นตอนการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน

- 5.2 ชั่ง CRM/SRM 0.2xxx กรัม ลงในหลอดย่อยตัวอย่าง เช่นเดียวกับข้อ 2.1 และ 2.2

- 5.3 ชั่ง sample blank 0.2xxx กรัม เติมลงในหลอดย่อยตัวอย่าง ที่มี CRM/SRM อยู่

5.4 นำไปวิเคราะห์ตามขั้นตอนการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน

5.5 นำผลการวิเคราะห์ที่ได้ไปคำนวณหา % Recovery

6. การหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม (Matrix Effect)

นำข้อมูลที่ได้จากข้อ 5 ไปประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT

7. การหาค่า Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม (Matrix Effect)

7.1 ชั่ง CRM/SRM 0.2xxx กรัม ลงในหลอดย่อยตัวอย่าง เช่นเดียวกับข้อ 2.1 และ 2.2 เติม sample blank 0.2xxx กรัม ลงในหลอดย่อยตัวอย่างที่มี CRM/SRM อยู่

7.2 ทำการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม โดยทำการวิเคราะห์วันละ 1 ซ้ำ เป็นเวลา 10 วัน

7.3 นำผลการวิเคราะห์ที่ได้ประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT เวลาและสถานที่

เวลา 1 ตุลาคม 2555 – 30 กันยายน 2557

สถานที่ ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ย กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1

8. ผลและวิจารณ์ผลการวิเคราะห์

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยการหา Limit of Detection (LOD), Limit of Quantitation (LOQ), Accuracy และ Precision ใช้วิธีที่ปรับปรุง ดัดแปลง และพัฒนามาจากวิธีวิเคราะห์ของ OMAF (Official Method of Analysis of Fertilizers (1987), 4.1.2) โดยทำการวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงรับรอง/วัสดุอ้างอิงมาตรฐาน (CRM/SRM) จำนวน 2 ชนิด คือ Ammonium sulfate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen (Aldrich Chem. 204501) และ Calcium ammonium Nitrate 13.04 ± 0.32% AN (BCR 178) พบว่า

1. การหา Limit of Detection (LOD) และ Limit of Quantitation (LOQ) ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยวิเคราะห์ sample blank จำนวน 10 ซ้ำ คำนวณหาค่า \bar{X} และ SD ของ % Ammonium Nitrogen ดังตารางที่ 1 (ภาคผนวก)

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น} \quad \text{LOD} &= \bar{X} + 3\text{SD} = 0.22 + 3(0.12) = 0.58 \\ \text{LOQ} &= \bar{X} + 10\text{SD} = 0.22 + 10(0.12) = 1.42 \end{aligned}$$

สรุปได้ว่า % Ammonium Nitrogen ต่ำสุดที่สามารถวัดได้ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% คือ 0.58% และ % Ammonium Nitrogen ที่สามารถนำมารายงานผลได้ต้องไม่ต่ำกว่า 1.42%

2. การหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

หาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (1.42%) กลาง (13.04%) และสูง (21.20%) แล้วนำมาคำนวณหา % Recovery และ เปรียบเทียบค่าจากการวิเคราะห์กับค่าจริง โดยใช้ t-test ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ผลและการประเมินผลในการหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

| ระดับความเข้มข้น | % Recovery | เกณฑ์การยอมรับ | ผลการประเมิน | T-test | เกณฑ์การยอมรับที่ 95% | ผลการประเมิน |
|------------------|------------|----------------|--------------|--------|---|--------------|
| ต่ำ (1.42%) | 100 | 97-103 % | ผ่าน | 0.00 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |
| กลาง (13.04%) | 100.38 | 98-102 % | ผ่าน | 1.66 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |
| สูง(21.20%) | 100 | 98-102 % | ผ่าน | 0.00 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |

3. การหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

นำข้อมูลผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในข้อ 2.1-2.3 (ภาคผนวก ตารางที่ 2-4) มาประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT ให้ผลดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ผลและการประเมินผลในการหา Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

| ระดับความเข้มข้น | Precision | | | | ผลการประเมิน |
|------------------|-----------|---------------|--------|-------------------|--------------|
| | %RSD | %RSD expected | HORRAT | เกณฑ์การยอมรับ | |
| ต่ำ (1.42%) | 2.82 | 2.50 | 1.13 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน |
| กลาง (13.04%) | 0.69 | 1.79 | 0.39 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน |
| สูง(21.20%) | 0.85 | 1.67 | 0.51 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน |

4. การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

ดำเนินการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี โดยวิเคราะห์วันละ 1 ซ้ำ เป็นเวลา 10 วัน มาประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT ให้ผลดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ผลและการประเมินผลในการหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

| ระดับความเข้มข้น | Intermediate Precision | | | | ผลการประเมิน |
|------------------|------------------------|------|--------|----------|--------------|
| | %RSD | %RSD | HORRAT | เกณฑ์การ | |

| | | expected | | ยอมรับ | |
|---------------|------|----------|------|-------------------|------|
| ต่ำ (1.42%) | 4.08 | 2.49 | 1.64 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน |
| กลาง (13.04%) | 2.52 | 1.79 | 1.41 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน |
| สูง (21.20%) | 0.71 | 1.67 | 0.43 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน |

5. การหา Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม (Matrix effect)

หาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (1.42%) กลาง (13.04%) และสูง (21.20%) โดยใช้ dolomite ที่มีลักษณะของเนื้อสาร (Matrix) แตกต่างกัน และซึ่ง CRM ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง ไปลง นำมาวิเคราะห์ตามขั้นตอนการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน จำนวน 10 ซ้ำ พร้อมวิเคราะห์ sample blank ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 8-11 (ภาคผนวก) แล้วนำมาคำนวณหา % Recovery และ เปรียบเทียบค่าจากการวิเคราะห์กับค่าจริงโดยใช้ t-test ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 ผลและการประเมินผลในการหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม (Matrix effect)

| ระดับความเข้มข้น | % Recovery | เกณฑ์การยอมรับ | ผลการประเมิน | T-test | เกณฑ์การยอมรับที่ 95% | ผลการประเมิน |
|------------------------------|------------|----------------|--------------|--------|---|--------------|
| Sample blank + ต่ำ (1.42%) | 97.89 | 97-103 % | ผ่าน | 1.55 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |
| Sample blank + กลาง (13.04%) | 100.53 | 98-102 % | ผ่าน | 0.70 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |
| Sample blank + สูง (21.20%) | 99.43 | 98-102 % | ผ่าน | 0.80 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |

6. การหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม

นำข้อมูลผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดในสารตัวเติมจากข้อ 5.1-5.3 มาประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT ให้ผลดังนี้ให้ผลดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ผลและการประเมินผลในการหา Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเต็ม

| ระดับความเข้มข้น | Precision | | | | |
|---------------------------------|-----------|------------------|--------|--------------------|--------------|
| | %RSD | %RSD expected | HORRAT | เกณฑ์การ ยอมรับ | ผลการประเมิน |
| Sample blank + ต่ำ (1.42%) | 5.03 | 2.51 | 2.00 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน |
| Sample blank + กลาง (13.04%) | 0.44 | 1.79 | 1.36 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน |
| Sample blank + สูง (21.20%) | 2.28 | 1.67 | 1.37 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน |

7. การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเต็ม

ดำเนินการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเต็ม โดยวิเคราะห์วันละ 1 ซ้ำ เป็นเวลา 10 วัน มาประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT ให้ผลดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 ผลและการประเมินผลในการหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเต็ม

| ระดับความเข้มข้น | Intermediate Precision | | | | |
|---------------------------------|------------------------|------------------|--------|--------------------|--------------|
| | %RSD | %RSD expected | HORRAT | เกณฑ์การ ยอมรับ | ผลการประเมิน |
| Sample blank + ต่ำ (1.42%) | 4.96 | 2.51 | 1.98 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน |
| Sample blank + กลาง (13.04%) | 1.62 | 1.79 | 0.91 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน |
| Sample blank + สูง (21.20%) | 0.57 | 1.67 | 0.34 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน |

9. สรุปผลการวิเคราะห์ และคำแนะนำ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี เป็นวิธีที่ห้องปฏิบัติการปุ๋ย กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต ดัดแปลงจากวิธี OMAF (Official Method of Analysis of Fertilizers (1987), 4.1.2) โดยวิเคราะห์ CRM/SRM แล้วนำมาประเมินหาปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD/LOQ) หาคความแม่นยำ (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) ได้ดังนี้

1. การหาความแม่นยำ Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

| ระดับความเข้มข้น | % Recovery | เกณฑ์การยอมรับ | ผลการประเมิน | T-test | เกณฑ์การยอมรับที่ 95% | ผลการประเมิน |
|------------------|------------|----------------|--------------|--------|---|--------------|
| ต่ำ (1.42%) | 100 | 97-103 % | ผ่าน | 0.00 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |
| กลาง (13.04%) | 100.38 | 98-102 % | ผ่าน | 1.66 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |
| สูง (21.20%) | 100 | 98-102 % | ผ่าน | 0.00 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |

จากการประเมินความถูกต้อง พบว่า % Recovery ของทุกระดับความเข้มข้นอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ และเมื่อนำไปหาความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าจริง โดย T-test พบว่าค่าที่ได้ไม่มีความแตกต่างกันในแต่ระดับความเข้มข้น แสดงว่าวิธีนี้มีความแม่นยำสามารถยอมรับได้

2. การหาความเที่ยง (Precision และ Intermediate Precision) ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

| ระดับความเข้มข้น | Precision | | | | | Intermediate Precision | | | | |
|------------------|-----------|---------------|--------|----------------|--------------|------------------------|---------------|--------|----------------|--------------|
| | %RSD | %RSD expected | HORRAT | เกณฑ์การยอมรับ | ผลการประเมิน | %RSD | %RSD expected | HORRAT | เกณฑ์การยอมรับ | ผลการประเมิน |
| ต่ำ (1.42%) | 2.82 | 2.50 | 1.13 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน | 4.08 | 2.49 | 1.64 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน |
| กลาง (13.04%) | 0.69 | 1.79 | 0.39 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน | 2.52 | 1.79 | 1.41 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน |
| สูง | 0.85 | 1.67 | 0.51 | < 2 | ผ่าน | 0.71 | 1.67 | 0.43 | < 2 | ผ่าน |

| | | |
|----------|---------------|---------------|
| (21.20%) | หรือ ≤ 2 | หรือ ≤ 2 |
|----------|---------------|---------------|

จากการประเมินความเที่ยงทุกระดับความเข้มข้น ค่า HORRAT ไม่เกินเกณฑ์ที่กำหนด (AOAC : HORRAT (Horwitz's ratio) < 2 หรือ EU, CODEX : HORRAT (Horwitz's ratio ≤ 2)) แสดงว่าวิธีนี้มีความเที่ยงที่สามารถยอมรับได้

3. ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) เท่ากับ 0.58 % และปริมาณต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์และรายงานผลได้ (LOQ) เท่ากับ 1.42 %

4. การหาความแม่นยำ Accuracy ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม

| ระดับความเข้มข้น | % Recovery | เกณฑ์การยอมรับ | ผลการประเมิน | T-test | เกณฑ์การยอมรับที่ 95% | ผลการประเมิน |
|------------------|------------|----------------|--------------|--------|---|--------------|
| ต่ำ (1.42%) | 97.89 | 97-103 % | ผ่าน | 1.55 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |
| กลาง (13.04%) | 100.53 | 98-102 % | ผ่าน | 0.70 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |
| สูง (21.20%) | 99.43 | 98-102 % | ผ่าน | 0.80 | $t_{cal} < t_{cri}$ $t_{cri} = 2.26$ | ผ่าน |

จากการประเมินความถูกต้อง พบว่า % Recovery ของทุกระดับความเข้มข้นที่เติมสารตัวเติมอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ และเมื่อนำไปหาความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้ที่มีการเติมสารตัวเติมกับค่าจริง โดย T-test พบว่าค่าที่ได้ไม่มีความแตกต่างกันในแต่ละระดับความเข้มข้น แสดงว่าสารตัวเติมไม่มีผลต่อการวิเคราะห์และวิธีนี้มีความแม่นยำสามารถยอมรับได้

5. การหาความเที่ยง (Precision และ Intermediate Precision) ของวิธีวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเติม

| ระดับความเข้มข้น | Precision | | | | | Intermediate Precision | | | | |
|------------------|-----------|---------------|--------|------------------------|--------------|------------------------|---------------|--------|------------------------|--------------|
| | %RSD | %RSD expected | HORRAT | เกณฑ์การยอมรับ | ผลการประเมิน | %RSD | %RSD expected | HORRAT | เกณฑ์การยอมรับ | ผลการประเมิน |
| 1. ต่ำ (1.42%) | 5.03 | 2.51 | 2.00 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน | 4.96 | 2.51 | 1.98 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน |
| 2. กลาง (13.04%) | 0.44 | 1.79 | 1.36 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน | 1.62 | 1.79 | 0.91 | < 2 หรือ ≤ 2 | ผ่าน |

| | | | | | | | | | | |
|--------------------|------|------|------|----------------|------|------|------|------|----------------|------|
| 3. สูง (21.20%) | 2.28 | 1.67 | 1.37 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน | 0.57 | 1.67 | 0.34 | < 2 หรือ ≤2 | ผ่าน |
|--------------------|------|------|------|----------------|------|------|------|------|----------------|------|

จากการประเมินความเที่ยงทุกระดับความเข้มข้น ค่า HORRAT ไม่เกินเกณฑ์ที่กำหนด (AOAC : HORRAT (Horwitz's ratio) < 2 หรือ EU, CODEX : HORRAT (Horwitz's ratio ≤ 2)) แสดงว่าสารตัวเติมไม่มีผลต่อการวิธีการวิเคราะห์ และวิธีนี้มีความเที่ยงที่สามารถยอมรับได้

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. ห้องปฏิบัติการได้วิธีการวิเคราะห์ที่เป็นมาตรฐาน มีความถูกต้อง แม่นยำ และน่าเชื่อถือ ซึ่งสามารถใช้ในการให้บริการวิเคราะห์ควบคุมคุณภาพปุ๋ยตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติม พ.ศ. 2550 และให้บริการทั่วไป
2. ใช้เป็นข้อมูลสนับสนุนเพื่อขอการขยายขอบข่ายการรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2005
3. ห้องปฏิบัติการได้รับการรับรองตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025: 2005 ซึ่งเป็นการยกระดับห้องปฏิบัติการให้ได้มาตรฐานสากล ผลวิเคราะห์มีความถูกต้อง แม่นยำ น่าเชื่อถือ สามารถตรวจสอบย้อนกลับได้ สร้างความเชื่อมั่นและลดข้อโต้แย้งของผลการวิเคราะห์ ที่ใช้ประกอบการขึ้นทะเบียน การจำหน่ายปุ๋ยที่ต่อคุณภาพ และเป็นพยานหลักฐานประกอบการดำเนินคดี

11. คำขอบคุณ

ขอขอบคุณ คุณอมรา หาญจวนิช คุณวรรณรัตน์ ชูติบุตร และคณะนักวิจัยจากกลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร ที่ให้คำปรึกษาและข้อเสนอแนะในการทำวิจัยครั้งนี้ ขอขอบคุณ ผู้อำนวยการสำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 1 และผู้อำนวยการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต ที่สนับสนุนทรัพยากร และเครื่องมือต่าง ๆ ในการทำวิจัย และขอขอบคุณคณะทำงานจากงานวิเคราะห์ปัจจัยการผลิตทุกท่านที่ให้ความร่วมมือในการปฏิบัติงานและร่วมกันแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ในการทำวิจัย ให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

12. เอกสารอ้างอิง

Official Method of Analysis of Fertilizers. 1987. Foundation Norin Kosaikai. Tsukuba-shi.

Ibaraki-ken. Japan.

กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี. 2551. คู่มือวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี. สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร.

กรมวิชาการเกษตร. กรุงเทพฯ. 66 หน้า

จิตรา ชัยวิมล. 2545. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบทางเคมี. สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และ

เทคโนโลยีแห่งประเทศไทย. กรุงเทพฯ. 34 หน้า

ทิพวรรณ นิ่งน้อย. 2549. แนวปฏิบัติการทดสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์.

กระทรวงสาธารณสุข. นนทบุรี. 124 หน้า

13. ภาคผนวก

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ sample blank จำนวน 10 ซ้ำ เพื่อหาค่า LOD และ LOQ

| ซ้ำที่ | น้ำหนักของ sample blank (กรัม) | Fraction (1.40067 × 0.2003) | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | %AN |
|--------|-----------------------------------|--------------------------------|----------------------------|------|
| 1 | 0.2048 | 0.2806 | 0.4 | 0.41 |
| 2 | 0.2099 | 0.2806 | 0.2 | 0.13 |
| 3 | 0.2099 | 0.2806 | 0.1 | 0.00 |
| 4 | 0.2098 | 0.2806 | 0.2 | 0.13 |
| 5 | 0.2015 | 0.2806 | 0.3 | 0.28 |
| 6 | 0.2014 | 0.2806 | 0.2 | 0.14 |
| 7 | 0.2012 | 0.2806 | 0.3 | 0.28 |

| | | | | |
|----|--------|-----------|-----|------|
| 8 | 0.2065 | 0.2806 | 0.3 | 0.27 |
| 9 | 0.2072 | 0.2806 | 0.2 | 0.27 |
| 10 | 0.2076 | 0.2806 | 0.3 | 0.27 |
| | | \bar{X} | | 0.22 |
| | | SD | | 0.12 |

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.42%

| ซ้ำที่ | น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม) | Fraction (1.40067 × 0.1998) | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | %AN |
|--------|---------------------------|--------------------------------|----------------------------|------|
| 1 | 0.2363 | 0.2799 | 1.3 | 1.42 |
| 2 | 0.2198 | 0.2799 | 1.2 | 1.41 |
| 3 | 0.2166 | 0.2799 | 1.2 | 1.42 |
| 4 | 0.2092 | 0.2799 | 1.1 | 1.34 |
| 5 | 0.2162 | 0.2799 | 1.2 | 1.42 |
| 6 | 0.2234 | 0.2799 | 1.2 | 1.38 |
| 7 | 0.2196 | 0.2799 | 1.2 | 1.40 |
| 8 | 0.2634 | 0.2799 | 1.5 | 1.49 |
| 9 | 0.2341 | 0.2799 | 1.3 | 1.43 |
| 10 | 0.2309 | 0.2799 | 1.3 | 1.45 |
| | | \bar{X} | | 1.42 |
| | | SD | | 0.04 |

ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 13.04% (Calcium ammonium nitrate) (CRM-BCR 178)

| ซ้ำที่ | น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม) | Fraction (1.40067 × 0.2011) | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | % AN |
|--------|---------------------------|--------------------------------|----------------------------|-------|
| 1 | 0.2055 | 0.2817 | 9.7 | 13.16 |
| 2 | 0.2051 | 0.2817 | 9.6 | 13.05 |
| 3 | 0.2003 | 0.2817 | 9.4 | 13.07 |

| | | | | |
|-----------|--------|--------|-----|-------|
| 4 | 0.2054 | 0.2817 | 9.7 | 13.16 |
| 5 | 0.2085 | 0.2817 | 9.7 | 12.97 |
| 6 | 0.2016 | 0.2817 | 9.4 | 12.99 |
| 7 | 0.2058 | 0.2817 | 9.7 | 13.14 |
| 8 | 0.2059 | 0.2817 | 9.7 | 13.13 |
| 9 | 0.2022 | 0.2817 | 9.6 | 13.23 |
| 10 | 0.2082 | 0.2817 | 9.7 | 12.99 |
| \bar{X} | | | | 13.09 |
| SD | | | | 0.09 |

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมด ที่ระดับความเข้มข้นสูง 21.20% (Ammonium sulfate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen)

| ซ้ำที่ | น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม) | Fraction (1.40067 × 0.2010) | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | % AN |
|-----------|---------------------------|--------------------------------|----------------------------|-------|
| 1 | 0.2023 | 0.2815 | 15.6 | 21.44 |
| 2 | 0.2038 | 0.2815 | 15.4 | 21.01 |
| 3 | 0.2060 | 0.2815 | 15.7 | 21.19 |
| 4 | 0.2080 | 0.2815 | 15.7 | 20.99 |
| 5 | 0.2042 | 0.2815 | 15.8 | 21.52 |
| 6 | 0.2080 | 0.2815 | 15.9 | 21.26 |
| 7 | 0.2018 | 0.2815 | 15.3 | 21.08 |
| 8 | 0.2009 | 0.2815 | 15.4 | 21.31 |
| 9 | 0.2049 | 0.2815 | 15.5 | 21.03 |
| 10 | 0.2054 | 0.2815 | 15.6 | 21.12 |
| \bar{X} | | | | 21.20 |
| SD | | | | 0.18 |

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.42%

| ว/ด/ป | ซ้ำที่ | Weight(g) | Normal ของ | ปริมาตร HCl | AN (%) |
|-------|--------|-----------|------------|-------------|--------|
|-------|--------|-----------|------------|-------------|--------|

| | | | HCl | (มิลลิลิตร) | |
|-------------|----|-----------|--------|-------------|------|
| 6 มี.ค. 57 | 1 | 0.2363 | 0.1998 | 1.3 | 1.42 |
| 7 มี.ค. 57 | 2 | 0.2374 | 0.1998 | 1.4 | 1.53 |
| 12 มี.ค. 57 | 3 | 0.2694 | 0.1998 | 1.5 | 1.45 |
| 26 มี.ค. 57 | 4 | 0.2271 | 0.1998 | 1.3 | 1.48 |
| 1 เม.ย. 57 | 5 | 0.2477 | 0.2005 | 1.5 | 1.59 |
| 9 เม.ย. 57 | 6 | 0.2302 | 0.2005 | 1.3 | 1.46 |
| 28 เม.ย. 57 | 7 | 0.2315 | 0.2005 | 1.3 | 1.46 |
| 9 พ.ค. 57 | 8 | 0.2239 | 0.1999 | 1.2 | 1.38 |
| 18 ส.ค. 57 | 9 | 0.2143 | 0.2001 | 1.3 | 1.57 |
| 26 ส.ค. 57 | 10 | 0.2202 | 0.2001 | 1.3 | 1.53 |
| | | \bar{X} | | | 1.47 |
| | | SD | | | 0.06 |

ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 13.04%

| ว/ด/ป | ซ้ำที่ | Weight(g) | Normal ของ HCl | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | AN (%) |
|------------|--------|-----------|-------------------|----------------------------|--------|
| 8 ต.ค. 56 | 1 | 0.2071 | 0.2004 | 9.7 | 13.01 |
| 25 ต.ค. 56 | 2 | 0.2045 | 0.2011 | 9.2 | 12.53 |
| 4 พ.ย. 56 | 3 | 0.2011 | 0.2011 | 9.5 | 13.17 |
| 25 พ.ย. 56 | 4 | 0.2018 | 0.2011 | 9.6 | 13.26 |
| 9 ธ.ค. 56 | 5 | 0.2056 | 0.2005 | 9.5 | 12.84 |
| 11 ธ.ค. 56 | 6 | 0.2082 | 0.2005 | 9.9 | 13.22 |
| 23 ธ.ค. 56 | 7 | 0.2010 | 0.2010 | 9.7 | 13.45 |
| 10 ม.ค. 57 | 8 | 0.2053 | 0.2010 | 9.4 | 12.75 |
| 16 ม.ค. 57 | 9 | 0.2015 | 0.2010 | 9.5 | 13.13 |
| 23 ม.ค. 57 | 10 | 0.2051 | 0.2000 | 10.1 | 13.66 |
| | | \bar{X} | | | 13.10 |
| | | SD | | | 0.33 |

ตารางที่ 7 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 21.20%

| ว/ด/ป | ซ้ำที่ | Weight(g) | Normal ของ HCl | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | AN (%) |
|-------------|--------|-----------|-------------------|----------------------------|--------|
| 8 ต.ค. 56 | 1 | 0.2092 | 0.2004 | 15.8 | 21.07 |
| 25 ต.ค. 56 | 2 | 0.2084 | 0.2011 | 15.8 | 21.22 |
| 4 พ.ย. 56 | 3 | 0.2060 | 0.2000 | 15.6 | 21.08 |
| 7 ก.พ. 57 | 4 | 0.2053 | 0.2000 | 15.6 | 21.15 |
| 20 ก.พ. 57 | 5 | 0.2023 | 0.2000 | 15.5 | 21.33 |
| 26 ก.พ. 57 | 6 | 0.2091 | 0.1998 | 16.2 | 21.54 |
| 6 มี.ค. 57 | 7 | 0.2012 | 0.1998 | 15.4 | 21.28 |
| 7 มี.ค. 57 | 8 | 0.2064 | 0.1998 | 15.7 | 21.15 |
| 12 มี.ค. 57 | 9 | 0.2083 | 0.1998 | 15.9 | 21.23 |
| 26 มี.ค. 57 | 10 | 0.2020 | 0.1998 | 15.3 | 21.06 |
| \bar{X} | | | | | 21.21 |
| SD | | | | | 0.15 |

ตารางที่ 8 ผลการวิเคราะห์ sample blank เพื่อวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยมีสารตัวเติม (Filler)

| ซ้ำที่ | น้ำหนัก (กรัม) | Normal ของ HCl | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | %AN |
|-----------|-------------------|-------------------|----------------------------|------|
| 1 | 0.2008 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| 2 | 0.2014 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| 3 | 0.2008 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| 4 | 0.2015 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| 5 | 0.2052 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| 6 | 0.2041 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| 7 | 0.2009 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| 8 | 0.2022 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| 9 | 0.2072 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| 10 | 0.2059 | 0.2012 | 0.1 | 0.00 |
| \bar{X} | | | | 0.00 |

| | |
|----|------|
| SD | 0.00 |
|----|------|

ตารางที่ 9 ผลการวิเคราะห์ sample blank ที่เติม 1.42% AN เพื่อวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยที่มีสารตัวเติม (Filler)

| ซ้ำที่ | น้ำหนัก (กรัม) | น้ำหนัก STD ที่ เติม (กรัม) | Normal ของ HCl | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | % AN |
|--------|-------------------|--------------------------------|-------------------|----------------------------|------|
| 1 | 0.2051 | 0.2452 | 0.2012 | 1.3 | 1.38 |
| 2 | 0.2039 | 0.2614 | 0.2012 | 1.3 | 1.40 |
| 3 | 0.2015 | 0.2092 | 0.2012 | 1.2 | 1.48 |
| 4 | 0.2005 | 0.2506 | 0.2012 | 1.3 | 1.35 |
| 5 | 0.2083 | 0.2461 | 0.2012 | 1.3 | 1.37 |
| 6 | 0.2039 | 0.2628 | 0.2012 | 1.4 | 1.39 |
| 7 | 0.2015 | 0.2577 | 0.2012 | 1.3 | 1.31 |
| 8 | 0.2063 | 0.2251 | 0.2012 | 1.3 | 1.50 |
| 9 | 0.2048 | 0.2440 | 0.2012 | 1.3 | 1.39 |
| 10 | 0.2011 | 0.2402 | 0.2012 | 1.2 | 1.29 |
| | | \bar{X} | | | 1.39 |
| | | SD | | | 0.07 |

ตารางที่ 10 ผลการวิเคราะห์ sample blank ที่เติม 13.04 % AN (Calcium ammonium nitrate) (CRM-BCR 178)เพื่อวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยที่มีสารตัวเติม (Filler)

| ซ้ำที่ | น้ำหนัก (กรัม) | น้ำหนัก STD ที่ เติม (กรัม) | Normal ของ HCl | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | % AN |
|--------|-------------------|--------------------------------|-------------------|----------------------------|-------|
| 1 | 0.2057 | 0.2031 | 0.2011 | 9.5 | 13.04 |
| 2 | 0.2031 | 0.2031 | 0.2011 | 9.4 | 12.90 |
| 3 | 0.2087 | 0.2048 | 0.2011 | 9.5 | 12.93 |
| 4 | 0.2068 | 0.2068 | 0.2011 | 10.2 | 13.75 |

| | | | | | |
|----|--------|-----------|--------|-----|-------|
| 5 | 0.2085 | 0.2077 | 0.2011 | 9.9 | 13.29 |
| 6 | 0.2069 | 0.2036 | 0.2011 | 9.7 | 13.56 |
| 7 | 0.2033 | 0.2052 | 0.2011 | 9.5 | 12.90 |
| 8 | 0.2050 | 0.2046 | 0.2011 | 9.4 | 12.80 |
| 9 | 0.2029 | 0.2037 | 0.2011 | 9.3 | 12.86 |
| 10 | 0.2054 | 0.2023 | 0.2011 | 9.5 | 13.09 |
| | | \bar{X} | | | 13.11 |
| | | SD | | | 0.32 |

ตารางที่ 11 ผลการวิเคราะห์ sample blank ที่เติม 21.20% AN (Ammonium sulfate 99.999 % Purity 21.20 % Nitrogen) เพื่อวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในปุ๋ยที่มีสารตัวเติม (Filler)

| ซ้ำที่ | น้ำหนัก (กรัม) | น้ำหนัก STD ที่ เติม (กรัม) | Normal ของ HCl | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | % AN |
|--------|-------------------|--------------------------------|-------------------|----------------------------|-------|
| 1 | 0.2073 | 0.2071 | 0.1998 | 15.9 | 21.33 |
| 2 | 0.2050 | 0.2042 | 0.1998 | 15.8 | 21.43 |
| 3 | 0.2071 | 0.2002 | 0.1998 | 15.2 | 20.40 |
| 4 | 0.2054 | 0.2076 | 0.1998 | 15.8 | 21.39 |
| 5 | 0.2027 | 0.2095 | 0.1998 | 15.9 | 21.81 |
| 6 | 0.2047 | 0.2068 | 0.1998 | 15.7 | 21.33 |
| 7 | 0.2090 | 0.2051 | 0.1998 | 15.7 | 20.89 |
| 8 | 0.2076 | 0.2005 | 0.1998 | 15.3 | 20.49 |
| 9 | 0.2041 | 0.2066 | 0.1998 | 15.5 | 21.12 |
| 10 | 0.2069 | 0.2012 | 0.1998 | 15.3 | 20.56 |
| | | \bar{X} | | | 21.08 |
| | | SD | | | 0.48 |

ตารางที่ 12 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจน ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 1.42%

| ว/ด/ป | ซ้ำที่ | น้ำหนัก (กรัม) | น้ำหนัก STD ที่เติม (กรัม) | Normal ของ HCl | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | % AN |
|------------|--------|-------------------|-------------------------------|-------------------|----------------------------|------|
| 7 มี.ค. 57 | 1 | 0.2047 | 0.2208 | 0.1998 | 1.2 | 1.39 |

| | | | | | | |
|-------------|----|--------|--------|--------|-----|------|
| 12 มี.ค. 57 | 2 | 0.2071 | 0.3400 | 0.1998 | 1.8 | 1.40 |
| 26 มี.ค. 57 | 3 | 0.2073 | 0.2352 | 0.1998 | 1.3 | 1.43 |
| 1 เม.ย. 57 | 4 | 0.2021 | 0.2577 | 0.2005 | 1.4 | 1.42 |
| 9 เม.ย. 57 | 5 | 0.2043 | 0.2237 | 0.2005 | 1.2 | 1.38 |
| 28 เม.ย. 57 | 6 | 0.2043 | 0.3068 | 0.2005 | 1.7 | 1.46 |
| 9 พ.ค. 57 | 7 | 0.2049 | 0.2510 | 0.1999 | 1.4 | 1.45 |
| 18 ส.ค. 57 | 8 | 0.2077 | 0.2321 | 0.2001 | 1.3 | 1.45 |
| 26 ส.ค. 57 | 9 | 0.2070 | 0.2070 | 0.2001 | 1.0 | 1.23 |
| 10 ก.ย. 57 | 10 | 0.2092 | 0.2092 | 0.2001 | 1.2 | 1.42 |
| \bar{X} | | | | | | 1.41 |
| SD | | | | | | 0.07 |

ตารางที่ 13 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเต็ม ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 13.04%

| ว/ด/ป | ซ้ำที่ | น้ำหนัก (กรัม) | น้ำหนัก STD ที่เต็ม (กรัม) | Normal ของ HCl | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | % AN |
|-------------|--------|-------------------|-------------------------------|-------------------|----------------------------|-------|
| 7 มี.ค. 57 | 1 | 0.2007 | 0.2013 | 0.1998 | 9.5 | 13.01 |
| 12 มี.ค. 57 | 2 | 0.2004 | 0.2086 | 0.1998 | 9.7 | 12.88 |
| 26 มี.ค. 57 | 3 | 0.2012 | 0.2063 | 0.1998 | 9.8 | 13.16 |
| 1 เม.ย. 57 | 4 | 0.2035 | 0.2058 | 0.2005 | 9.8 | 13.23 |
| 9 เม.ย. 57 | 5 | 0.2048 | 0.2029 | 0.2005 | 9.7 | 13.29 |
| 28 เม.ย. 57 | 6 | 0.2030 | 0.2014 | 0.2005 | 9.4 | 12.97 |
| 9 พ.ค. 57 | 7 | 0.2068 | 0.2056 | 0.1999 | 9.7 | 13.11 |
| 18 ส.ค. 57 | 8 | 0.2078 | 0.2085 | 0.2001 | 9.5 | 12.64 |
| 26 ส.ค. 57 | 9 | 0.2046 | 0.2019 | 0.2001 | 9.4 | 12.91 |
| 10 ก.ย. 57 | 10 | 0.2080 | 0.2009 | 0.2001 | 9.2 | 12.76 |
| \bar{X} | | | | | | 13.00 |
| SD | | | | | | 0.21 |

ตารางที่ 14 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวเต็ม ที่ระดับความเข้มข้นสูง 21.20%

| ว/ด/ป | ซ้ำที่ | น้ำหนัก (กรัม) | น้ำหนัก STD ที่เติม (กรัม) | Normal ของ HCl | ปริมาตร HCl (มิลลิลิตร) | % AN |
|-------------|--------|-------------------|-------------------------------|-------------------|----------------------------|-------|
| 7 มี.ค. 57 | 1 | 0.2020 | 0.2084 | 0.1998 | 15.7 | 20.95 |
| 12 มี.ค. 57 | 2 | 0.2045 | 0.2013 | 0.1998 | 15.4 | 21.27 |
| 26 มี.ค. 57 | 3 | 0.2052 | 0.2032 | 0.1998 | 15.5 | 21.21 |
| 1 เม.ย. 57 | 4 | 0.2091 | 0.2023 | 0.2005 | 15.3 | 21.10 |
| 9 เม.ย. 57 | 5 | 0.2083 | 0.2033 | 0.2005 | 15.5 | 21.27 |
| 28 เม.ย. 57 | 6 | 0.2088 | 0.2033 | 0.2005 | 15.3 | 21.00 |
| 9 พ.ค. 57 | 7 | 0.2031 | 0.2041 | 0.1999 | 15.6 | 21.26 |
| 18 ส.ค. 57 | 8 | 0.2071 | 0.2043 | 0.2001 | 15.6 | 21.26 |
| 26 ส.ค. 57 | 9 | 0.2038 | 0.2014 | 0.2001 | 15.3 | 21.15 |
| 10 ก.ย. 57 | 10 | 0.2032 | 0.2023 | 0.2001 | 15.3 | 21.16 |
| | | \bar{X} | | | | 21.17 |
| | | SD | | | | 0.12 |