รายงานเรื่องเต็มผลการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2557

1. ชุดโครงการวิจัย วิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

2. โครงการวิจัย การพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์พืชและปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

กิจกรรมที่ 1 พัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ย พืช ดิน น้ำ สารอินทรีย์ สารควบคุมการเจริญเติบโตพืช สารสกัด และวัตถุอันตรายทางการเกษตร

กิจกรรมย่อยที่ 1.1 พัฒนาเทคนิคระบบการตรวจวิเคราะห์ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปุ๋ย

3. ชื่อการทดลอง(ภาษาไทย) ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

ชื่อการทดลอง(ภาษาอังกฤษ) Method Validation on Analysis of Water Soluble Potash in Fertilizer

4. คณะผู้ดำเนินงาน

ชื่อหัวหน้าโครงการ นางจิติมา ยถาภูธานนท์ สังกัด กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

หัวหน้าการทดลอง นางสาวเบญจมาศ ใจแก้ว สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 2

ผู้ร่วมงาน นายยสิศร์ อินทรสถิตย์ สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 2

นางสาวสุธินี สาสีลัง สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 2

นางพรศิริ สายะพันธ์ สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 2

นางสาววิภาพร เกียรตินิติประวัติ สังกัด กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 2

5. ABSTRACT

Method Validation on Analysis of Water Soluble Potash in Fertilizer, which was adapted from the method of Method of Fertilizer Analysis AOAC Official Methods of Analysis (2005) and Official Methods of Analysis of Fertilizer 1987 (OMAF) to get the technique. accurate diagnosis accuracy by reference to international standards. The study period was Range and Linearity, Limit of Detection, Accuracy and Precision and analyzed the matter was considered in determining From checking out the Range and Linearity in the concentration range of 0-24 ppm R^2 values of concentration(ppm) and Response (ppm) is equal to 0.9994, indicating that this is a straight line to determine the R^2 concentrations of 0-16 ppm, the range of applications is equal

to 0.9993, the range of applications the method of soluble potash fertilizers. The accuracy and precision of the criteria established by the use of the Limit of detection (LOD) was found to have the lowest value of the potash dissolved in water can be measured at a 99% confidence is 0.64% and Analysis potash soluble and can be reported as not less than 0.92% of the value Accuracy assess differences by using % Relative Accuracy at low concentrations (0.92%), concentration medium (34.61%) and high concentration (60.39%) is % Recovery of 100.00%, 100.00% and 99.88%, respectively, when the difference between the actual values analyzed by t-test showed that the concentration of all that is. In the adoption of this method has acceptable accuracy. And to find the precision (Precision and Intermediate precision) at low concentration (0.92%),concentration medium (34.61%) and concentration (60.39%) was the HORRAT (Horwitz 'ratio) of the Precision is 0.41, 0.65 and 0.15 respectively and the HORRAT (Horwitz 'ratio) of Intermediate precision is 0.41, 0.41 and 0.28 respectively, for the Precision (Precision and Intermediate precision) of the method of soluble potash fertilizers. In the analysis of the concentrations found. The criteria set show that is an acceptable precision. Therefore, it is considered how potash soluble fertilizer such as standards for laboratory analysis in accordance with ISO / IEC 17025: 2005.

บทคัดย่อ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยซึ่งดัดแปลงจากวิธีการของ Method of Fertilizer Analysis AOAC Official Methods of Analysis (2005) และ Official Methods of Analysis of Fertilizer 1987 (OMAF) เพื่อให้ได้เทคนิควิธีการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง รวดเร็ว แม่นยำ สามารถอ้างอิงได้ตามมาตรฐานสากล โดยศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรง (Range and Linearity), ปริมาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (Limit of Detection), หาความถูกต้อง (Accuracy) และความแม่นยำ (Precision) และนำมาวิเคราะห์ค่าว่าอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนดหรือไม่ จากการตรวจสอบหาค่า Range และ Linearity ในช่วงความเข้มข้น 0-24 ppm ค่า R^2 ของความเข้มข้นของ concentration (ppm) กับ Response (ppm) มีค่าเท่ากับ 0.9994 แสดงว่าช่วงนี้มีความเป็นเส้นตรง ในการหาค่า R^2 ที่ความเข้มข้น 0-16 ppm ซึ่งเป็นช่วงการใช้งาน มีค่าเท่ากับ 0.9993 แสดงว่าช่วงการใช้งานของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี มีความแม่นและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ จากการหาค่า Limit of detection (LOD) พบว่ามีค่าต่ำสุดของการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำที่สามารถวัดได้อย่างเชื่อมั่น 99 % คือ 0.64% และค่าการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำที่สามารถนำมารายงานผลได้ต้องไม่ต่ำกว่า 0.92 % จากการหาค่า Accuracy ทำการประเมินความแตกต่างโดยการหาค่า % Relative Accuracy ที่ความ

เข้มข้นต่ำ(0.92%) ความเข้มข้นกลาง (34.61%) ความเข้มข้นสูง (60.39%) ได้ % Recovery เท่ากับ 100.00%, 100.00% และ 99.88% ตามลำดับ เมื่อนำความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์กับค่าจริงโดย t-test ในทุกความเข้มข้นพบว่าค่าที่ได้ อยู่ในช่วงการยอมรับแสดงว่าวิธีนี้มีความแม่นสามารถยอมรับได้ และทำการหาค่าความเที่ยง (Precision และ Intermediate precision) ที่ความเข้มข้นต่ำ(0.92%) ความเข้มข้นกลาง (34.61%) ความเข้มข้นสูง (60.39%) ได้ค่า HORRAT (Horwitz' ratio) ของ Precision เท่ากับ 0.41, 0.65 และ 0.15 ตามลำดับ และได้ค่า HORRAT (Horwitz' ratio) ของ Intermediate precision เท่ากับ 0.41, 0.41 และ 0.28 ตามลำดับ จากการหาค่าความเที่ยง (Precision และ Intermediate precision) ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีในทุกความเข้มข้นพบว่าค่าวิเคราะห์ที่ได้ อยู่ในเกณฑ์ที่กำหนดแสดงว่าวีนี้มีความเที่ยงที่สามารถยอมรับได้ ดังนั้นจึงถือว่าวิธีโพแทชที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยดังกล่าวนี้เป็นวิธีวิเคราะห์มาตรฐานสำหรับห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2005

คำนำ

การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุอาหารในปุ๋ยมีบทบาทสำคัญในการควบคุมคุณภาพของปุ๋ยที่ผลิต หรือนำเข้าเพื่อให้เกษตรกรมีความมั่นใจในคุณภาพปุ๋ยที่นำไปใช้ ดังนั้นผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุอาหารในปุ๋ยจะต้องมีความถูกต้อง แม่นยำ และรวดเร็ว ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ย สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 2 จึงมีความจำเป็นต้องพัฒนาเทคนิควิธีการวิเคราะห์เพื่อให้มั่นใจว่าได้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำ และรวดเร็ว เทคนิควิธีการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน เป็นวิธีที่นักวิชาการรุ่นก่อน ๆ ได้ปรับปรุงดัดแปลง และพัฒนามาจากวิธีวิเคราะห์ของ AOAC, 2000 และ OMAF, 1978 เพื่อให้มั่นใจในวิธีการวิเคราะห์ที่ใช้อยู่ว่ายังเหมาะสมกับสภาพการวิเคราะห์ในปัจจุบัน สร้างความเชื่อมั่นด้านการตรวจสอบควบคุมคุณภาพปุ๋ยทำให้ลดข้อโต้แย้งในการนำเข้า ส่งออก และการควบคุมตามกฎหมายพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 แก้ไขเพิ่มเติม โดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2550 ที่กรมวิชาการเกษตรรับผิดชอบ ดังนั้นห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ย สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 2 จึงจำเป็นต้องตรวจพิสูจน์ความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ ให้เป็นไปตามมาตรฐานสากล

วิธีดำเนินการ

เครื่องมือ/อุปกรณ์

1. เครื่อง Flame Photometer (Sherwood Model 410)
2. เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
3. เครื่องเขย่า
4. Volumetric Flask Class A ขนาด 250 และ 100 มิลลิลิตร

5. Pipette Class A ขนาด 2, 3, 4, 5 และ 10 มิลลิลิตร
6. กรวยแก้ว
7. กระดาษกรองเบอร์ 42

สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมความเข้มข้น 1,000 ppm ยี่ห้อ MERCK
2. Calcium carbonate ($CaCO_3$), AR Grade
3. Hydrochloric acid 36-38% (HCl), AR Grade
4. Potassium cholride (CRM- BCR 113)
5. Potassium dihydrogen phosphate (SRM No.200b NIST)

วิธีการ

1. การหาค่า Range ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

1.1 ชั่ง sample blank ใส่ลงใน Volumetric flask 250 มิลลิลิตร

1.2 เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม (Standard K Solution) 7 ระดับความเข้มข้นคือ 0, 4, 8, 12, 16, 20 และ 24 ppm เติมน้ำกลั่นประมาณ 100 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่าให้เข้ากันประมาณ 1 ชั่วโมง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน กรณีที่สารละลายมีตะกอน กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 5

1.3 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

1.4 นำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นของตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม (Standard K Solution) (ppm) กับค่าความเข้มของแสงที่อ่านจากเครื่อง Flame Photometer (Conc. In ppm)

1.5 พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรงคำนวณหาสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of Determination : R^2) : $R^2 \geq 0.995$

2. การหาค่า Linearity ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

2.1 ชั่ง sample blank ใส่ลงใน Volumetric flask 250 มิลลิลิตร

2.2 เติมสารมาตรฐานโพแทสเซียม (Standard K Solution) 7 ระดับความเข้มข้นคือ 0, 4, 8, 12, 16, 20 และ 24 ppm เติมน้ำกลั่นประมาณ 100 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่า ให้เข้ากันประมาณ 1 ชั่วโมง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน กรณีที่สารละลายมีตะกอน กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 5

2.3 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

2.4 นำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นของตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐาน โพแทสเซียม (Standard K Solution) (ppm) กับค่าความเข้มของแสงที่อ่านจากเครื่อง Flame Photometer (Conc. In ppm)

2.5 พิจารณาช่วงที่เป็นเส้นตรงคำนวณหาสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of Determination : R^2) : $R^2 \geq 0.995$

3. การหาค่า Limit of Detection (LOD)ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

3.1 ชั่ง sample blank 1.xxxx กรัม จำนวน 10 ซ้ำ เติมน้ำกลั่นประมาณ 100 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่า ให้เข้ากันประมาณ 1 ชั่วโมง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน กรณีที่สารละลายมีตะกอนกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42

3.2 ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

3.3 บันทึกข้อมูล และคำนวณหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$$LOD = \overline{X} + 3\,SD$$

$$LOQ = \overline{X} + 10\,SD$$

4. **การหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี**

4.1 ชั่ง CRM ในช่วงที่ทำการทดลอง ที่ 3 ระดับความเข้มข้น ดังนี้

4.1.1 ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.92 % โดยใช้ CRM Potassium Cholride : 0-0-60 (BCR 113) ชั่งให้ได้น้ำหนัก 3.8098 กรัม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายน้ำ ปรับปริมาตร ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี 10 ซ้ำ บันทึกข้อมูล

4.1.2 ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34 % โดยใช้ CRM Potassium dihydrogen phosphate : 0-52-34 (SRM No.2006 NIST) จำนวน 10 ซ้ำตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี10 ซ้ำ บันทึกข้อมูล

4.1.3 ที่ระดับความเข้มข้นสูง 60 % โดยใช้ CRM Potassium Cholride : 0-0-60 (BCR 113) จำนวน 10 ซ้ำตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี บันทึกข้อมูล

4.2 นำผลวิเคราะห์ที่ได้ไปคำนวณหา %Recovery

4.3 เกณฑ์การยอมรับ % Recovery หรือ %Recovery (AOAC Peer-Verified method, Nov. 1998)

- ปริมาณตัวอย่างตั้งแต่ 0.1-1.0% ค่า % Recovery ต้องมีค่าอยู่ระหว่าง 95-105%
- ปริมาณตัวอย่างตั้งแต่ 1.0-10.0% ค่า % Recovery ต้องมีค่าอยู่ระหว่าง 97-103%
- ปริมาณตัวอย่างตั้งแต่ 10.0-100% ค่า % Recovery ต้องมีค่าอยู่ระหว่าง 98-102%

5. การหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

5.1 นำข้อมูลผลวิเคราะห์ปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีของ CRM จากข้อ 4 นำไปประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT คือ อัตราส่วนระหว่าง %RSD ที่คำนวณได้จากผลการทดลอง ($\%RSD_{lab}$) กับค่า %RSD ที่คำนวณจาก Horwitz' s equation ($\%RSD_{expected}$) โดยคำนวณแบบ Repeatability ตามขั้นตอนดังนี้

- คำนวณ %RSD ของผลการวิเคราะห์ CRM จาก %RSD = (SD/X) x 100
- คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก Horwitz' s equation = $0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$
- คำนวณค่า HORRAT = $\frac{\%RSD_{lab}}{\%RSD_{expected}}$

5.2 เกณฑ์การยอมรับ ใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

6. การหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีในสารตัวเติม (Matrix Effect)

6.1 ทดสอบหา Accuracy ของวิธีวิเคราะห์ปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีในสารตัวเติมที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (0.92%)

6.1.1 ชั่ง Potassium Cholride : 0-0-60 (CRM- BCR 113)ชั่งให้ได้น้ำหนัก 3.8098 กรัม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายน้ำ ปรับปริมาตรจะได้ความเข้มข้น(0.92%)

6.1.2 ชั่ง sample blank ที่มีลักษณะของเนื้อสาร (matrix) แตกต่างกัน 1.xxxx กรัม ใส่ลงใน Volumetric Flask 250 มิลลิลิตร เติมสารตัวเติมที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (0.92%)ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีจำนวน 10 ซ้ำ บันทึกข้อมูล

6.1.3 นำผลการวิเคราะห์ที่ได้ไปคำนวณหาค่า %Recovery จากสูตร

$$\%\ \text{Recovery} = \frac{\text{ค่าเฉลี่ย (\%water soluble } K_2O \text{ ใน sample blank ที่เติม CRM) - ค่าเฉลี่ย (\%water soluble } K_2O \text{ใน sample blank)x100}}{\%\ \text{water soluble } K_2O \text{ ของ CRM ที่เติมลงใน sample blank}}$$

6.1.4 เกณฑ์การยอมรับ % Recovery (AOAC Peer- Verified Method, Nov.1998)

- ปริมาณตัวอย่างตั้งแต่ 0.1-1.0% ค่า % Recovery ต้องมีค่าอยู่ระหว่าง 95-105%
- ปริมาณตัวอย่างตั้งแต่ 1.0-10.0% ค่า % Recovery ต้องมีค่าอยู่ระหว่าง 97-103%
- ปริมาณตัวอย่างตั้งแต่ 10.0-100% ค่า % Recovery ต้องมีค่าอยู่ระหว่าง 98-102%

7. การหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีในสารตัวเติม (Matrix Effect)

7.1 นำข้อมูลเดียวกันกับข้อ 6 ไปคำนวณหาค่า Precision Horwitz' ratio หรือ HORRAT โดยคำนวณแบบ Repeatability

7.2 เกณฑ์การยอมรับ ใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

8. การหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีแบบ Intermediate Precision

8.1 ทำการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีใน sample blank + CRM/ SRM ที่ 3 ระดับความเข้มข้น

8.1.1 ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.92% โดยใช้ Potassium Cholride: 0-0-60 (CRM- BCR 113)ชั่งให้ได้น้ำหนัก 3.8098 กรัม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายน้ำปรับปริมาตรวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

8.1.2 ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34 % โดยใช้ CRM Potassium Dihydrogen phosphate : 0-52-34 (SRM No.2006 NIST) วิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

8.1.3 ที่ระดับความเข้มข้นสูง 60 %โดยใช้ CRM Potassium Cholride :0-0-60 (CRM- BCR 113) วิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี บันทึกข้อมูล

8.2 ทำการวิเคราะห์วันละ 1 ซ้ำ เป็นเวลา 10 วัน

8.3 นำผลที่ได้จาการวิเคราะห์ไปประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT

8.4 เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ระยะเวลาและสถานที่ดำเนินการ

ระยะเวลา เดือนตุลาคม 2555 - กันยายน 2557 ระยะเวลา 2 ปี

สถานที่ดำเนินการ ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต
สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตร เขตที่ 2
พิษณุโลก กรมวิชาการเกษตร

ผลการดำเนินงานและวิจารณ์ผล

1. การหาค่า Range และ Linearity ของวิธีวิเคราะห์

1.1 การหา Range (Working range)

ทดสอบ sample blank (ที่ 7 ระดับความเข้มข้น คือ 0, 4, 8, 12, 16, 20 และ 24 ppm ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ เพื่อนำไปหาค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 1

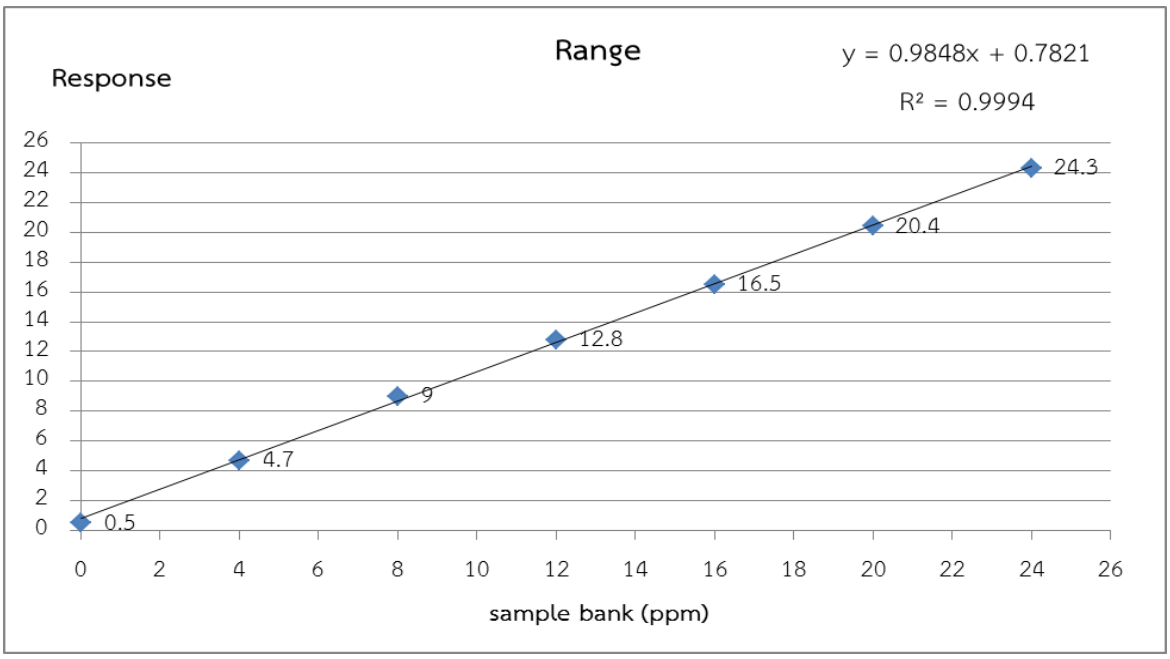
ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีของ sample blank โดยการ Spike Standard K ที่ 7 ระดับความเข้มข้น

ความเข้มข้น (ppm)	ซ้ำที่ 1		ซ้ำที่ 2		ซ้ำที่ 3		ค่าเฉลี่ย $\overline{X}$
	Weight	Response	Weight	Response	Weight	Response	
0	1.0064	0.6	1.0018	0.5	1.0005	0.5	0.5
4	1.0064	4.5	1.0041	4.8	1.0020	4.7	4.7
8	1.0066	9.0	1.0026	8.9	1.0048	9.1	9.0
12	1.0060	12.7	1.0027	13.1	1.0024	12.7	12.8
16	1.0043	16.4	1.0042	16.6	1.0026	16.5	16.5
20	1.0064	20.6	1.0024	20.3	1.0035	20.3	20.4
24	1.0027	24.3	1.0043	24.4	1.0001	24.3	24.3

Standard	concentration(ppm)	0	3	6	9	12	15	20	25
	Response(ppm)	0.0	3.1	6.0	9.0	11.8	15.6	20.5	24.6

<u>หมายเหตุ</u> Sample blank คือ ปุ๋ยสูตร 16-20-0 ลักษณะเป็นเม็ดสีน้ำตาล นำไปบดและนำมาเตรียมเป็นสารละลายตามขั้นตอนการเตรียมสารละลายตัวอย่างของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

จากข้อมูล ตารางที่ 1 นำมา Plot กราฟระหว่างความเข้มข้นของ sample blank Concentration, ppm) (แกน x) กับค่าเฉลี่ยของแต่ละความเข้มข้น (Response, ppm) (แกน y) พบว่าช่วงการทำงาน (Response, ppm) ของความเข้มข้นที่จุด 0, 3, 6, 9, 12,15,20 และ 25 ppm มีลักษณะเป็นเส้นตรง ดังรูปที่ 1



รูปที่ 1 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) ของความเข้มข้น K (Concetration, ppm) (แกน X) และ (Response, ppm) (แกน y) ที่ระดับความเข้มข้น 0 - 24 ppm

1.2 การหา Linearity (ความเป็นเส้นตรง)

ทดสอบ sample blank ที่ 9 ระดับความเข้มข้น คือ 0, 2, 4, 6, 8, 10,12,14 และ 16 ppm ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ เพื่อนำไปหาค่า R^2 ของ Range ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 การหา Linearity โดยการทดสอบ sample blank ด้วยการ Spike Standard K ที่ 9 ระดับความเข้มข้น ๆ ละ 3 ซ้ำ

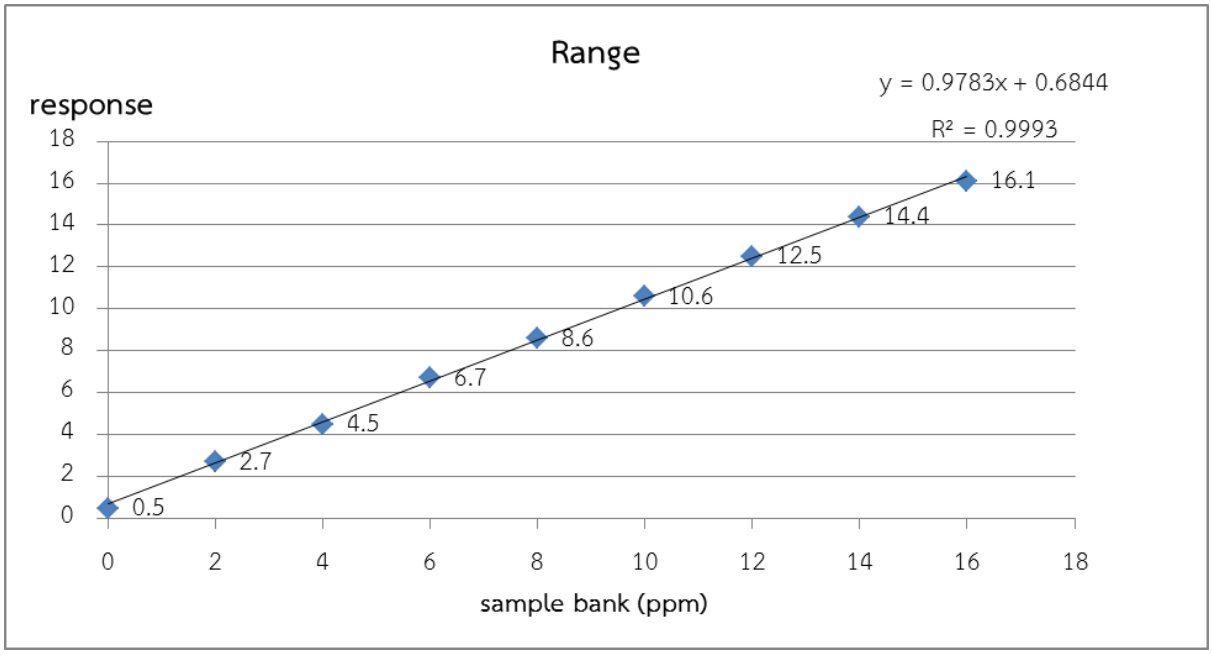
concentration (ppm)	ซ้ำที่ 1		ซ้ำที่ 2		ซ้ำที่ 3		ค่าเฉลี่ย $\overline{X}$
	Weight(g)	Response	Weight(g)	Response	Weight(g)	Response	
0	1.0052	0.5	1.0074	0.5	1.0052	0.5	0.5
2	1.0055	2.7	1.0009	2.7	1.0021	2.7	2.7
4	1.0053	4.3	1.0012	4.7	1.0034	4.6	4.5
6	1.0040	6.8	1.0041	6.8	1.0025	6.6	6.7
8	1.0080	8.7	1.0064	8.7	1.0029	8.5	8.6
10	1.0048	10.8	1.0021	10.7	1.0031	10.4	10.6
12	1.0024	12.6	1.0004	12.6	1.0044	12.4	12.5

14	1.0029	14.4	1.0029	14.5	1.0015	14.3	14.4
16	1.0009	16.1	1.0067	16.1	1.0022	16.0	16.1

Standard	concentration(ppm)	0	2	4	6	8	10	12	14	16
	Response(ppm)	0	2.1	4.1	6.2	8.1	10.3	12	13.9	15.6

<u>หมายเหตุ</u> Sample blank คือ ปุ๋ยสูตร 16-20-0 ลักษณะเป็นเม็ดสีน้ำตาล นำไปบดและนำมาเตรียมเป็นสารละลายตามขั้นตอนการเตรียมสารละลายตัวอย่างของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

จากข้อมูล ตารางที่ 2 นำมา Plot กราฟ ระหว่าง ความเข้มข้น(Concetration, ppm) (แกน X) กับค่าเฉลี่ย (Response, ppm) (แกน Y) คำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) ซึ่งต้องมีค่าไม่น้อยกว่า 0.995 จากผลการทดลอง พบว่ามีค่าเท่ากับ 0.9993 นั่นแสดงว่าช่วงการทำงานของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในช่วงความเข้มข้นดังกล่าวมีความเป็นเส้นตรงอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ ดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) ของความเข้มข้น K (ppm) ที่ระดับความเข้มข้น 0 - 16 ppm

2. การหาค่า Limit of Detection (LOD) ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ในปุ๋ยเคมี

วิเคราะห์ sample blank 10 ซ้ำ คำนวณหาค่า $\overline{X}$ และ SD ของ % water soluble K_2O ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ผลวิเคราะห์ sample blank (16-20-0) จำนวน 10 ซ้ำ เพื่อหาค่า LOD และ LOQ

No.	Weight (g)	Response (ppm)
1	1.0025	0.6
2	1.0027	0.5
3	1.0055	0.6
4	1.0061	0.5
No.	Weight (g)	Response (ppm)
5	1.0015	0.5
6	1.0051	0.5
No.	Weight (g)	Response (ppm)
7	1.0032	0.5
8	1.0064	0.5
9	1.0060	0.5
10	1.0050	0.5
$\overline{X}$		0.52
SD		0.04

จากข้อมูลตารางที่ 3 นำมาหาค่า LOD และ LOQ จากสูตร

เพราะฉะนั้นค่า LOD = $\overline{X}$ + 3SD = 0.64 %

LOQ = $\overline{X}$ + 10SD = 0.92%

สรุปได้ว่า % water soluble K_2O ของสารที่ต้องการวัดที่ต่ำสุดที่สามารถวัดได้อย่างเชื่อมั่นได้ 99 % คือ ที่ 0.64% และ % water soluble K_2O ที่สามารถนำมารายงานผลได้ต้องไม่ต่ำกว่า 0.92 %

4. การหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในปุ๋ยเคมี

4.1 การหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (0.92 %)

เตรียมโดยใช้ Potassium chloride : 0-0-60(BCR 113) ชั่งให้ได้น้ำหนัก 3.8098 กรัม ใส่ใน Volumetric flask ขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายน้ำ ปรับปริมาตร ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี ให้ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 4 แล้วนำมาคำนวณหา % Recovery และ เปรียบเทียบค่าจากการวิเคราะห์กับค่าจริงโดยใช้ t-test

ตารางที่ 4 การหาค่า Accuracy ของผลวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีที่ระดับความเข้มข้นต่ำ(0.92%)

ซ้ำที่	Weigt(g)	Dilution	Conc.ln ppm	% water soluble K_2O
1	1.0460	10	3.2	0.92
2	1.0500	10	3.2	0.92
3	1.0660	10	3.2	0.90
ซ้ำที่	Weigt(g)	Dilution	Conc.ln ppm	% water soluble K_2O
4	1.0570	10	3.2	0.91
5	1.0870	10	3.3	0.91
6	1.1310	10	3.4	0.91
7	1.1070	10	3.4	0.92
8	1.0740	10	3.3	0.93
9	1.1190	10	3.4	0.92

10	1.0710	10	3.3	0.93
$\overline{X}$				0.92
SD				0.01
% Recovery				100

Standard	concentration(ppm)	0	3	6	9	12	15
	Response(ppm)	0	3.1	6.2	9.1	11.8	14.7

จากตารางที่ 4

1. คำนวณหา % Response (ppm) จากสูตร

% Response = ค่าที่วิเคราะห์ได้ x 100

ค่าจริง

= 0.92 x 100

0.92

= 100 %

เกณฑ์การยอมรับ 97-103% แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. เปรียบเทียบค่าจากการวิเคราะห์กับค่าจริงโดยใช้ t-test

$$t = \frac{\overline{x} - \mu}{sd / \sqrt{n}}$$

เมื่อ $\overline{x}$ = ค่าเฉลี่ยผลวิเคราะห์ของชุดทดสอบ

μ = ค่าอ้างอิง

n = จำนวนซ้ำ

sd = standard deviation ของชุดทดสอบ

ดังนั้น t = $\frac{0.92 - 0.92}{0.01/\sqrt{10}}$

= 0.00

t_{cri} = 2.26 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

เพราะฉะนั้น $t_{cal} < t_{cri}$ แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

4.2 หาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในปุ๋ยเคมีที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34.61% (Potassium dihydrogen phosphate) ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 การหาค่า Accuracy ของผลวิเคราะห์ โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีที่ระดับความเข้มข้นกลาง (34.61 %)

ซ้ำที่	Weight(g)	Dilution	Conc.ln ppm	% water soluble K_2O
1	0.2011	50	4.6	34.44
2	0.2082	50	4.8	34.71
3	0.2070	50	4.7	34.19
4	0.2037	50	4.7	34.74
5	0.2023	50	4.6	34.24
6	0.2130	50	4.9	34.64
7	0.2070	50	4.8	34.92
8	0.2173	50	5.1	35.34
9	0.2106	50	4.8	34.32
ซ้ำที่	Weight(g)	Dilution	Conc.ln ppm	% water soluble K_2O
10	0.2263	50	5.2	34.60
X				34.61
SD				0.35
% Recovery				100

Standard	concentration(ppm)	0	3	6	9	12	15

	Response(ppm)	0.0	3.1	6.0	9.0	11.6	14.4

จากตารางที่ 5

1. คำนวณหาค่า % Recovery

$$\% \text{ Recovery} = \frac{34.61}{34.61} \times 100$$

$$= 100\ \%$$

เกณฑ์การยอมรับ 98 - 102% แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. เปรียบเทียบค่าจากการวิเคราะห์กับค่าจริงโดยใช้ t-test

ดังนั้น $t = \frac{34.61 - 34.61}{0.35/\sqrt{10}}$

$= 0$

$t_{cri} = 2.26$ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

เพราะฉะนั้น $t_{cal} < t_{cri}$ แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

4.3 หาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ที่ระดับความเข้มข้นสูง 60.39 % (Potassium chloride - BCR 113) ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 การหาค่า Accuracy ของผลวิเคราะห์ โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ที่ระดับความเข้มข้นสูง (60.39 %)

ซ้ำที่	Weigt(g)	Dilution	Conc.ln ppm	% water soluble K_2O
1	0.2078	50	8.3	60.14
2	0.2046	50	8.2	60.35
3	0.2027	50	8.1	60.17

4	0.2019	50	8.1	60.40
5	0.2099	50	8.4	60.26
6	0.2046	50	8.2	60.34
7	0.2066	50	8.3	60.49
8	0.2067	50	8.3	60.46
9	0.2152	50	8.6	60.17
10	0.2119	50	8.5	60.40
X				60.32
SD				0.13
% Recovery				99.88

Standard	concentration(ppm)	0	3	6	9	12	15
	Response(ppm)	0.0	3.1	6.0	9.0	11.7	14.6

จากตารางที่ 6

1. คำนวณหาค่า % Recovery

$$\% \text{ Recovery} = \frac{60.14}{60.39} \times 100$$

$$= 99.88\ \%$$

เกณฑ์การยอมรับ 98-102% แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. เปรียบเทียบค่าจากการวิเคราะห์กับค่าจริงโดยใช้ t-test

ดังนั้น $t = \frac{60.39 - 60.32}{0.13/\sqrt{10}}$

$= 1.70$

$t_{cri} = 2.26$ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

เพราะฉะนั้น $t_{cal} < t_{cri}$ แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

5. การหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ในปุ๋ยเคมี

นำข้อมูลผลการวิเคราะห์ในข้อ 4.1-4.3 มาประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT ให้ผลดังนี้

5.1 หา Precision ของวิธีวิเคราะห์ โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.92 % ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 4

1. คำนวณ %RSD จาก

$$\%RSD = \frac{sd}{\bar{x}} \times 100$$

$= \frac{0.01 \times 100}{0.92}$

$= 1.09$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.009)}$ เมื่อ c = 0.92/100 = 0.009

$= 2.68$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT $= \%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

$= 1.09/2.68$

$= 0.41$

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2

- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

5.2 หา Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34.61% ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 5

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.35 \times 100}{34.61}$$

$$= 1.01$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.346)}$ เมื่อ c = 34.61/100 = 0.346

$= 1.55$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

$$HORRAT = \%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$$

$$= 1.01/1.55$$

$$= 0.65$$

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2

- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

5.3 หา Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ที่ระดับความเข้มข้นสูง 60.39% ผลวิเคราะห์ ดังตารางที่ 6

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.13 \times 100}{60.32}$$

$$= 0.22$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation = $0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

= $0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.603)}$ เมื่อ c = 60.32/100 = 0.603

= 1.42

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT = $\%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

= 0.22/1.42

= 0.15

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

6. การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในปุ๋ยเคมี

6.1 หา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.92% ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 7

ตารางที่ 7 การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.92%

ว/ด/ป	ซ้ำที่	Weight of 0.92% K_2O (g)	Dilution	Response(ppm)	% water soluble
9 เม.ย.2557	1	1.026	10	3.1	0.91
20 พ.ค.2557	2	1.026	10	3.1	0.91
27 พ.ค.2557	3	1.102	10	3.3	0.90
28 พ.ค.2557	4	1.106	10	3.3	0.90
13 ส.ค.2557	5	1.049	10	3.2	0.92
19 ส.ค.2557	6	1.131	10	3.4	0.91
27 ส.ค.2557	7	1.101	10	3.3	0.90
29 ส.ค.2557	8	1.106	10	3.3	0.90

2 ก.ย.2557	9	1.105	10	3.3	0.90
3 ก.ย.2557	10	1.069	10	3.2	0.90
4 ก.ย.2557	11	1.12	10	3.3	0.89
X					0.90
SD					0.01

จากตารางที่ 7

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.01 \times 100}{0.90}$$

$$= 1.11$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.009)}$ เมื่อ $c = 0.90/100 = 0.009$

$= 2.68$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT $= \%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

$= 1.11/2.68$

$= 0.41$

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) $<$ 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) $\leq$ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

6.2 หา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34.61% ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 8

ตารางที่ 8 การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34.61%

ว/ด/ป	ซ้ำที่	Weight of 0.34.61% K_2O (g)	Dilution	Response(ppm)	% water soluble
20 พ.ค.2557	1	0.222	50	5.1	34.59
27 พ.ค.2557	2	0.239	50	5.5	34.65
28 พ.ค.2557	3	0.204	50	4.7	34.69
13 ส.ค.2557	4	0.253	50	5.8	34.52
19 ส.ค.2557	5	0.276	50	6.3	34.37
27 ส.ค.2557	6	0.23	50	5.3	34.70
29 ส.ค.2557	7	0.235	50	5.4	34.60
2 ก.ย.2557	8	0.251	50	5.8	34.79
3 ก.ย.2557	9	0.227	50	5.2	34.49
4 ก.ย.2557	10	0.252	50	5.7	34.06
X					34.55
SD					0.21

จากตารางที่ 8

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.21 \times 100}{34.55}$$

$$= 0.61$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.345)}$ เมื่อ c = 34.55/100 = 0.345

$= 1.55$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT = $\%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

= 0.61/1.55

= 0.39

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

6.3 หา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ที่ระดับความเข้มข้นสูง 60.39% ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 9

ตารางที่ 9 การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำที่ระดับความเข้มข้นสูง 60.39%

ว/ด/ป	ซ้ำที่	Weight of 60.39% K_2O (g)	Dilution	Response(ppm)	% water soluble
9 เม.ย.2557	1	0.2308	50	9.3	60.67
20 พ.ค.2557	2	0.207	50	8.3	60.38
27 พ.ค.2557	3	0.202	50	8.1	60.38
28 พ.ค.2557	4	0.231	50	9.3	60.62
13 ส.ค.2557	5	0.252	50	10.1	60.35
19 ส.ค.2557	6	0.232	50	9.3	60.36
27 ส.ค.2557	7	0.241	50	9.7	60.60
29 ส.ค.2557	8	0.229	50	9.1	59.84
2 ก.ย.2557	9	0.225	50	9	60.23

3 ก.ย.2557	10	0.203	50	8.1	60.08
X					60.35
SD					0.26

จากตารางที่ 9

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.26 \times 100}{60.35}$$

$$= 0.43$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.603)}$ เมื่อ c = 60.35/100 = 0.603

$= 1.42$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT $= \%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

$= 0.43/1.42$

$= 0.30$

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

7. การหาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ในสารตัวเติม (Matrix Effect)

7.1 หาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ในสารตัวเติม ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.92%

โดยใช้ Potassium Cholridde :0-0-60 (BCR 113) ชั่งให้ได้น้ำหนัก 3.8098 กรัม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายน้ำ ปรับปริมาตร ชั่ง sample blank ที่มีลักษณะของเนื้อสาร (matrix) แตกต่างกัน 1.xxxx กรัมใส่ลงใน Volumetric Flask 250 มิลลิลิตร เติมสารตัวเติมที่ระดับความเข้มข้นต่ำ

(0.92%)ดำเนินการวิเคราะห์ตามวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีจำนวน10 ซ้ำ บันทึกข้อมูล ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 10 และ 11

ตารางที่ 10 ผลการวิเคราะห์ Sample blank เพื่อวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในปุ๋ยมีสารตัวเติม (Filler)

ซ้ำที่	Weight (g)	Response (ppm)	% water soluble K_2O
1	1.0025	0.6	0.36
2	1.0027	0.5	0.30
3	1.0055	0.6	0.36
4	1.0061	0.5	0.30
5	1.0015	0.5	0.30
6	1.0051	0.5	0.30
7	1.0032	0.5	0.30
8	1.0064	0.5	0.30
9	1.0060	0.5	0.30
ซ้ำที่	Weight (g)	Response (ppm)	% water soluble K_2O
10	1.0050	0.5	0.30
X			0.31
SD			0.03

Standard	concentration(ppm)	0	3	6	9	12	15
	Response(ppm)	0.0	3.1	6.2	9.0	12.0	14.8

ตารางที่ 11 ผลการวิเคราะห์ Sample blank ที่เติม 0.92 %K_2O เพื่อวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในปุ๋ยมีสารตัวเติม (Filler)

ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 0.92% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
1	1.0740	1.0600	10	3.3	0.93
2	1.0260	1.0650	10	3.3	0.93
3	1.0590	1.0360	10	3.1	0.90
4	1.0770	1.0390	10	3.2	0.92
5	1.0430	1.0130	10	3.1	0.92
6	1.0130	1.0350	10	3.1	0.90
7	1.0150	1.0690	10	3.2	0.90
8	1.0720	1.0190	10	3.1	0.92
9	1.0430	1.0090	10	3.1	0.92
ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 0.92% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
10	1.0560	1.0460	10	3.2	0.92
X					0.92
SD					0.01
%Recovery					100

Standard	concentration(ppm)	0	3	6	9	12	15
	Response(ppm)	0.0	3.2	6.3	9.2	12.1	15.0

จากตารางที่ 11

1. คำนวณหาค่า % Recovery จากสูตร

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

$$= \frac{0.92}{0.92} \times 100$$

$$= 100\%$$

เกณฑ์การยอมรับ 97-103% แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. เปรียบเทียบค่าจากการวิเคราะห์กับค่าจริงโดยใช้ t-test

$$t = \frac{\overline{x} - \mu}{sd / \sqrt{n}}$$

เมื่อ $\overline{x}$ = ค่าเฉลี่ยผลวิเคราะห์ของชุดทดสอบ

μ = ค่าอ้างอิง

n = จำนวนซ้ำ

sd = standard deviation ของชุดทดสอบ

ดังนั้น $t = \frac{0.92 - 0.92}{0.010/\sqrt{10}}$

$= 0.00$

t_{cri} = 2.26 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

เพราะฉะนั้น $t_{cal} < t_{cri}$ แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

7.2 หาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในสารตัวเติม ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34.61% (Potassium dihydrogen phosphate) ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 12

ตารางที่ 12 ผลการวิเคราะห์ Sample blank (โดโลไมท์)ที่เติม 34.61% K_2O (Potassium dihydrogen phosphate) เพื่อวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในปุ๋ยมีสารตัวเติม (Filler)

ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 34.61% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
1	1.0416	0.2036	50	4.7	34.76
2	1.0312	0.2018	50	4.6	34.32
3	1.0419	0.2006	50	4.6	34.53
4	1.0432	0.2058	50	4.7	34.39
5	1.0435	0.2031	50	4.6	34.1
6	1.0408	0.2074	50	4.8	34.85
7	1.0382	0.2087	50	4.8	34.63
8	1.0456	0.2059	50	4.7	34.37
9	1.0397	0.2031	50	4.6	34.1
10	1.0364	0.2026	50	4.7	34.93
ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 34.61% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
X					34.50
SD					0.29
%Recovery					99.68

Standard	concentration(ppm)	0	3	6	9	12	15
	Response(ppm)	0.0	3.0	5.9	9.0	11.8	14.8

จากตารางที่ 12

1. คำนวณหาค่า % Relative accuracy

$$\% \text{ Relative accuracy} = \frac{34.5}{34.61} \times 100$$

$$= 99.68\%$$

เกณฑ์การยอมรับ 98-102% แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. เปรียบเทียบค่าจากการวิเคราะห์กับค่าจริงโดยใช้ t-test

ดังนั้น

$$t = \frac{34.5 - 34.61}{0.29/\sqrt{10}}$$

$$= 1.22$$

t_{cri} = 2.26 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

7.3 หาค่า Accuracy ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในสารตัวเติม ที่ระดับความเข้มข้นสูง 60.39 % (Potassium chloride - BCR 113) ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 13

ตารางที่ 13 ผลการวิเคราะห์ Sample blankที่เติม Potassium chloride (BCR 113) 60.39% เพื่อวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ในปุ๋ยมีสารตัวเติม (Filler)

ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 60.39% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
1	1.1138	0.2053	50	8.3	60.8
2	1.1250	0.2046	50	8.2	60.4
3	1.0942	0.2126	50	8.5	60.2
4	1.0007	0.2250	50	9	60.2

ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 60.39% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
5	1.0605	0.2173	50	8.7	60.3
6	1.0122	0.2128	50	8.6	60.9
7	1.0064	0.2077	50	8.4	60.9
8	1.0191	0.2068	50	8.2	59.7
9	1.0133	0.2046	50	8.2	60.4
10	1.0161	0.2122	50	8.5	60.3
X					60.41
SD					0.37
%Recovery					100.03

Standard	concentration(ppm)	0	3	6	9	12	15
	Response(ppm)	0.1	3.1	6.1	9.1	12.1	15.0

จากตารางที่ 13

1. คำนวณหาค่า % Recovery

$$\% \text{ Recovery} = \frac{60.41}{60.39} \times 100$$

$$= 100.31\%$$

เกณฑ์การยอมรับ 98 - 102% แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

2. เปรียบเทียบค่าจากการวิเคราะห์กับค่าจริงโดยใช้ t-test

ดังนั้น

$$t = \frac{60.41 - 60.39}{0.37/\sqrt{10}}$$

= 0.17

t_{cri} = 2.26 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

8. การหาค่า Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ในสารตัวเติม (Matrix Effect)

นำข้อมูลผลการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) สารตัวเติมจากข้อ 7.1-7.3 มาประเมินค่า Precision โดยใช้ Horwitz' ratio หรือ HORRAT ให้ผลดังนี้

8.1 หา Precision ของวิธีวิเคราะห์ โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในสารตัวเติม ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.92% ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 11

1. คำนวณ %RSD จาก

$$\%RSD = \frac{sd}{\bar{x}} \times 100$$

$$= \frac{0.01 \times 100}{0.92}$$

= 1.08

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation = $0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

= $0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.009)}$ เมื่อ c =0.92/100 = 0.0092

= 2.67

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT = $\%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

= 1.08/2.67

= 0.40

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

8.2 หา Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ (water soluble K_2O) ในสารตัวเติม ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34.61% ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 12

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.29 \times 100}{34.50}$$

$$= 0.84$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.345)}$ เมื่อ c = 34.50/100 = 0.345

$= 1.55$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT $= \%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

$= 0.84/1.55$

$= 0.54$

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

8.3 หา Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ(water soluble K_2O) ในสารตัวเติม ที่ระดับความเข้มข้นสูง 60.39% ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 13

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.37 \times 100}{60.41}$$

$$= 0.61$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.604)}$ เมื่อ c = 60.41/100 = 0.604

$= 1.42$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT = $\%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

= 0.61/1.42

= 0.43

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

9.การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในสารตัวเติม (Matrix Effect)

9.1 หา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.92% ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 14

ตารางที่ 14 การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ 0.92%

ว/ด/ป	ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 0.92% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
13 ส.ค.2557	1	1.034	1.047	10	3.2	0.92
19 ส.ค.2557	2	1.036	1.132	10	3.4	0.91
27 ส.ค.2557	3	1.116	1.119	10	3.3	0.89
ว/ด/ป	ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 0.92% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
29 ส.ค.2557	4	1.157	1.082	10	3.2	0.90
2 ก.ย.2557	5	1.021	1.104	10	3.3	0.89
3 ก.ย.2557	6	1.069	1.142	10	3.5	0.89
4 ก.ย.2557	7	1.17	1.136	10	3.3	0.89

10 ก.ย.2557	8	1.06	1.093	10	3.2	0.88
17 ก.ย.2557	9	1.091	1.057	10	3.1	0.90
24 ก.ย.2557	10	1.075	1.07	10	3.2	0.91
X						0.90
SD						0.01

จากตารางที่ 14

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.01 \times 100}{0.90}$$

$$= 1.11$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.009)}$ เมื่อ $c = 0.90/100 = 0.009$

$= 2.68$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT $= \%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

$= 1.11/2.68$

$= 0.41$

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) $<$ 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) $\leq$ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

9.2 หา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34.61% ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 15

ตารางที่ 15 การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ ที่ระดับความเข้มข้นกลาง 34.61%

ว/ด/ป	ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 34.61% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
20 พ.ค.2557	1	1.149	0.218	10	5.0	34.54
27 พ.ค.2557	2	1.088	0.230	10	5.3	34.70
28 พ.ค.2557	3	1.091	0.232	10	5.3	34.40
13 ส.ค.2557	4	1.049	0.229	10	5.3	34.85
19 ส.ค.2557	5	1.076	0.220	10	5.0	34.22
27 ส.ค.2557	6	1.105	0.211	10	4.9	34.97
29 ส.ค.2557	7	1.09	0.227	10	5.2	34.49
2 ก.ย.2557	8	1.09	0.266	10	6.1	34.53
3 ก.ย.2557	9	1.082	0.212	10	4.9	34.80
4 ก.ย.2557	10	1.143	0.209	10	4.8	34.58
X						34.61
SD						0.22

จากตารางที่ 15

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.22 \times 100}{34.61}$$

$$= 0.63$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.346)}$ เมื่อ c = 34.61/100 = 0.346

$= 1.54$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT $= \%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

$= 63/1.54$

$= 0.41$

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

9.3 หา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ ที่ระดับความเข้มข้นสูง 60.39 % ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 16

ตารางที่ 16 การหา Intermediate Precision ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำ ที่ระดับความเข้มข้นสูง 60.39%

ว/ด/ป	ซ้ำที่	Weight of sample blank (g)	Weight of 60.39% K_2O (g)	Dilution	Response (ppm)	% water soluble K_2O
20 พ.ค.2557	1	1.049	0.205	10	8.2	60.23
27 พ.ค.2557	2	1.023	0.233	10	9.4	60.75
28 พ.ค.2557	3	1.094	0.214	10	8.6	60.51
13 ส.ค.2557	4	1.066	0.255	10	9.0	60.23
19 ส.ค.2557	5	1.094	0.230	10	9.2	60.23
27 ส.ค.2557	6	1.057	0.23	10	9.2	60.23
28 ส.ค.2557	7	1.127	0.224	10	9.0	60.50
2 ก.ย.2557	8	1.058	0.229	10	9.2	60.49
3 ก.ย.2557	9	1.099	0.256	10	10.2	59.99

4 ก.ย.2557	10	1.061	0.221	10	8.8	59.96
X						60.31
SD						0.25

จากตารางที่ 16

1. คำนวณ %RSD

$$\%RSD = \frac{0.25 \times 100}{60.31}$$

$$= 0.41$$

2. คำนวณ $\%RSD_{expected}$ จาก

Horwitz' equation $= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log c)}$

$= 0.66 \times 2^{(1-0.5\log 0.603)}$ เมื่อ c = 60.31/100 = 0.603

$= 1.42$

3. คำนวณค่า HORRAT จาก

HORRAT $= \%RSD_{lab} / \%RSD_{expected}$

$= 0.41/1.42$

$= 0.28$

เกณฑ์การยอมรับใช้ HORRAT (Horwitz' ratio)

- AOAC : HORRAT (Horwitz' ratio) < 2
- EU, Codex : HORRAT (Horwitz' ratio) ≤ 2

ดังนั้น แสดงว่า ผ่านเกณฑ์การยอมรับ

สรุปผลการดำเนินงาน

1.จากการหาค่า Accuracy (ความแม่น) ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี ประเมินความแตกต่างโดยการหาค่า %Relative Accuracy ที่ความเข้มข้นต่างๆดังตารางนี้

ระดับความเข้มข้น	%Recovery	เกณฑ์การยอมรับ (%)	ผลการประเมิน	T-test	เกณฑ์การยอมรับ	ผลการประเมิน

ต่ำ (0.92 %)	100.00	97-103	ผ่าน	0.00	tcal < tcri tcal < 2.26	ผ่าน
กลาง (34.61%)	100.00	98-102	ผ่าน	0.00	tcal < tcri tcal < 2.26	ผ่าน
สูง (60.39%)	99.88	98-102	ผ่าน	1.70	tcal < tcri tcal < 2.26	ผ่าน

จากการหาค่าความแม่น ประเมินความแตกต่างโดยการหา %Relative Accuracy และหาความแตกต่างระหว่างค่าที่วิเคราะห์กับค่าจริงโดย t-test ในทุกความเข้มข้นพบว่าค่าที่ได้ อยู่ในช่วงการยอมรับแสดงว่าวิธีนี้มีความแม่นสามารถยอมรับได้

2.จากการหาค่าความเที่ยง (Precision และ Intermediate precision) ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

2.1 การหาความเที่ยง (Precision)

ระดับความเข้มข้น	% RSD	%RSD expected	HORRAT	เกณฑ์การยอมรับ	ผลการประเมิน
ต่ำ (0.92 %)	1.09	2.68	0.41	< 2 หรือ ≤ 2	ผ่าน
กลาง (34.61%)	1.01	1.55	0.65	< 2 หรือ ≤ 2	ผ่าน
สูง (60.39%)	0.22	1.42	0.15	< 2 หรือ ≤ 2	ผ่าน

2.2 การหาความเที่ยง (Intermediate Precision)

ระดับความเข้มข้น	% RSD	%RSD expected	HORRAT	เกณฑ์การยอมรับ	ผลการประเมิน
ต่ำ (0.92 %)	1.11	2.68	0.41	< 2 หรือ ≤ 2	ผ่าน
กลาง (34.61%)	0.63	1.54	0.41	< 2 หรือ ≤ 2	ผ่าน

สูง (60.39%)	0.41	1.42	0.28	< 2 หรือ ≤ 2	ผ่าน

จากการหาค่าความเที่ยง (Precision และ Intermediate precision) ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี ในทุกความเข้มข้นพบว่าค่าวิเคราะห์ที่ได้ อยู่ในเกณฑ์ที่กำหนดแสดงว่าวีนี้มีความเที่ยงที่สามารถยอมรับได้

3. การหาค่า Range และ Linearity ของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีในปุ๋ย ช่วงความเข้มข้น 0-24 ppm ค่า R^2 ของความเข้มข้นของ concentration (ppm) กับ Response (ppm) มีค่า 0.9994 แสดงว่าช่วงนี้มีความเป็นเส้นตรง ในการหาค่า R^2 ที่ความเข้มข้น 0-16 ppm ซึ่งเป็นช่วงการใช้งาน มีค่าเท่ากับ 0.9993 แสดงว่าช่วงการใช้งานของวิธีวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี มีความแม่นและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้

4. จากการหาค่า Limit of detection (LOD) พบว่ามีค่าต่ำสุดของการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำที่สามารถวัดได้อย่างเชื่อมั่น 99 % คือ 0.64% และค่าการวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำที่สามารถนำมารายงานผลได้ต้องไม่ต่ำกว่า 0.92 %

6. การนำไปใช้ประโยชน์

1. ผลจากงานวิจัยสามารถนำไปขยายผลต่อโดยนำไปใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์โพแทชที่ละลายน้ำได้ในปุ๋ยเคมีของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพปุ๋ย สำนักวิจัยและพัฒนาการเกษตรเขตที่ 2

2. ผลจากงานวิจัยสามารถนำไปขยายผลและพัฒนาปรับใช้ในการควบคุมคุณภาพปุ๋ยเคมีให้มีผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำตามมาตรฐานสากล เพื่อนำไปสู่การขอรับรองห้องปฏิบัติการตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025 ต่อไป

เอกสารอ้างอิง

กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี.2551.คู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี.สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ ถนนพหลโยธิน เขตจตุจักร กรุงเทพฯ.66 หน้า

แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. 2534. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์. 40 หน้า

Official Method of Analysis of Fertilizers. 1987. The National Institute of Agriculture Sciences. Ministry of Agriculture, Forestry, and Fisheries, Japan 130 p.

Official Methods of Analysis of AOAC International. 2000. AOAC International Gaithersburg, MD, USA, Official Method 938.02. 17 th Ed. p. 21-24