รายงานเรื่องเต็มผลการทดลองที่สิ้นสุด ปีงบประมาณ 2557

---

1. **ชุดโครงการวิจัย** วิจัยและพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร
2. **โครงการวิจัย** การพัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์พืชและปัจจัยการผลิตทางการเกษตร

กิจกรรมที่ 1 พัฒนาระบบการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ย พืช ดิน น้ำ สารอินทรีย์ สารควบคุมการเจริญเติบโตพืช สารสกัด และวัตถุอันตรายทางการเกษตร

กิจกรรมย่อยที่ 1.1 พัฒนาเทคนิคระบบการตรวจวิเคราะห์และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ปุ๋ย

3. **การทดลองที่ 1.1.2** การพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total-P_2O_5) ในปุ๋ยเกล็ดและปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Phosphate Rock)

Technique Development of Total phosphate (Total-P_2O_5) analysis in crystal form fertilizer and produce from Phosphate Rock fertilizer

4. **คณะผู้ดำเนินงาน**

หัวหน้าการทดลอง นางสาวจริยา วงศ์ตรี

ผู้ร่วมงาน นางรัตนาภรณ์ คชวงศ์

นางสาวศุภากร ดวนใหญ่

นางสาวสมใจ ต่อเบอร์

5. **บทคัดย่อ**

ในการศึกษาอิทธิพลของระดับความร้อน (อุณหภูมิ) และระยะเวลาในการย่อยที่มีผลต่อปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ด และ ปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) การทดลองในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดใช้ปุ๋ยเชิงประกอบสูตร 0-52-34 ตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต ใช้ปุ๋ยSuperphosphate สูตร 0-20-0 และ ตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) โดยตรงสูตร 0-3-0 นำตัวอย่างปุ๋ยที่จะทำการทดลองมาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) เมื่อผ่านแล้วนำมาทดสอบการย่อยโดยระดับความร้อนและระยะเวลาต่างๆ ซึ่งกำหนดเป็นแต่ละทรีทเมนต์ ผลการทดลองพบว่า ปุ๋ยเกล็ดสูตร 0-52-34 ทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดคือช่วงทรีทเมนต์ D_{200},T_{10} - D_{200},T_{50} (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 10-50 นาที) ทำให้ผลวิเคราะห์มีความเที่ยง (precision) เมื่อพิจารณาจาก %RSD เป็นช่วงต่ำที่สุด 0.42-0.65% และมีความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) เมื่อพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) อยู่ในช่วง 98.59-99.66% และปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) โดยเฉลี่ยมีค่าสูงกว่าช่วงทรีทเมนต์อื่นอยู่ที่ 51.2-51.4 ในปุ๋ย Superphosphate สูตร 0-20-0 ผลการทดลองพบว่าทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดคือช่วงทรีทเมนต์ D_{150},T_{10} – D_{150},T_{60} (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 10-60 นาที) เป็นช่วงที่ผลวิเคราะห์มี %RSD ต่ำอยู่ที่ 0.45-0.79% ที่ทำให้ผลวิเคราะห์มีความเที่ยง (precision) ส่วนค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) ตั้งแต่ทรีทเมนต์ $D_{100}T_{10}$- $D_{300}T_{60}$ (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 100-300°c เป็นเวลา 10-60 นาที) ให้ผลอยู่ในช่วง 93.94-97.02% ยังไม่ผ่านเกณฑ์ เมื่อพิจารณาปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของตัวอย่างปุ๋ยSuperphosphate พบว่าทรีทเมนต์ที่มีค่าโดยเฉลี่ยสูงสุดเป็นช่วงทรีทเมนต์ $D_{150}T_{10}$- $D_{150}T_{60}$ (การ

ย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 10-60 นาที) ส่วนการทดลองในปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) สูตร 0-3-0 จากผลการวิเคราะห์ตัวอย่างพบว่าทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดคือช่วงทรีทเมนต์ $D_{150}T_{40}$- $D_{150}T_{60}$ (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 40-60 นาที) ทำให้ผลวิเคราะห์มีความเที่ยง (precision) เมื่อพิจารณาจาก %RSD อยู่ในช่วง 0.52-0.76% และมีความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) เมื่อพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) อยู่ในช่วง 98.14-101.32% และปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) โดยเฉลี่ยมีค่าสูงกว่าช่วงทรีทเมนต์อื่นอยู่ที่ 32.4-32.5%

Abstract

In the education influence of heat level (the temperature) and the period of time in digesting at affects Total Phosphate (T-P_2O_5) content on Crystal form fertilizer and the fertilizer that produce from Phosphate Rock. The experiment in crystal form fertilizer formula uses 0-52-34, fertilizer that produce from Phosphate Rock use Superphosphate fertilizer by formula 0-20-0 and Phosphate Rock fertilizer formula by 0-3-0 will to do the experiment comes to test the homogeneously (Homogeneity). When that pass-test already bring to test digesting by heat level and period of all time which treatment. The crystal form fertilizer by 0-52-34, meet that, the best result treatment is D_{200},T_{10}- D_{200},T_{50} (digesting sample by 200°C temperature for 10-50 minute) make analyse have the precision when considered from %RSD interval 0.42-0.65% and have accuracy when considered from %Recovery of Certified Reference Material (CRM) , stay during 98.59-99.66% and Total-Phosphate (T-P_2O_5) content on the high valuable average 51.2-51.4%. In the Superphosphate fertilizer fomula by 0-20-0, the experiment meet that, the best result is D_{150},T_{10}-D_{150},T_{60} (digesting sample by 150°C temperature for 10-60 minute) have the precision when considered from %RSD interval 0.45-0.79% , When considered from %Recovery of Certified Reference Material (CRM) stay during 93.94-97.02% that unacceptable overall treatment $D_{100}T_{10}$-$D_{300}T_{60}$ (digesting sample use 100-300°C temperature for 10-60 minute). When considered Total-P_2O_5 content of Superphosphate, meet that, which treatment high valuable is $D_{150}T_{10}$-$D_{150}T_{60}$ (digesting sample use 150°C temperature for 10-60 minute). The experiment part in Phosphate Rock fertilizer formula by 0-3-0 ,meets that, the best result treatment is $D_{150}T_{40}$-$D_{150}T_{60}$ (digesting sample by 150^0C temperature for 40-60 minute), make analyse have precision when considered from %RSD stay during 0.52-0.76% and have accurate justice (Accuracy) when considered from the value sends back (%Recovery) of Certified Reference Material (CRM) stay during 98.14-101.32% and Total phosphate content (T-P_2O_5) , on the high average valuable 32.4-32.5%.

รหัสการทดลอง 03-06-54-04-01-01-34-57

6. คำนำ

ปุ๋ยเกล็ด คือ ปุ๋ยเคมีชนิดแข็งที่มีสภาพเป็นรูปผลึกของสารประกอบ ผลิตจากการนำแม่ปุ๋ยชนิดต่างๆ มาผสมกันให้ได้สูตรที่ต้องการเป็นปุ๋ยที่ละลายน้ำง่าย ผลิตขึ้นเพื่อใช้ฉีดพ่นให้ธาตุอาหารพืชทางใบ เนื่องจากรากพืชสัมผัสอยู่กับอนุภาคดินและสารละลายของดินโดยตรงรากจึงดูดธาตุอาหารได้ตลอดเวลาส่วนใบพืชอยู่ในอากาศจะมีโอกาสดูดธาตุอาหารได้เฉพาะจากสารละลายที่มาสัมผัสใบเท่านั้น การฉีดพ่นปุ๋ยทางใบให้แก่พืชเป็นการช่วยให้พืชได้รับธาตุอาหารได้มากขึ้นและเร็วขึ้น คุณสมบัติหรือลักษณะของปุ๋ยทางใบที่ดี หากเป็นปุ๋ยเกล็ดมีความสามารถละลายน้ำได้เร็วและละลายได้น้ำทั้งหมด (กรมพัฒนาที่ดิน, 2555) หินฟอสเฟต (Phosphate Rock) คือหินซึ่งมีแร่อะพาไทต์ (apatite) เป็นองค์ประกอบสำคัญมีปริมาณฟอสฟอรัสมากพอที่จะใช้เป็นปุ๋ยได้โดยตรงหรือทำปฏิกิริยาเคมีเพื่อเปลี่ยนเป็นปุ๋ยฟอสเฟตที่ละลายง่าย ในการละลายของหินฟอสเฟต ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของแร่ กล่าวคือเมื่อมีอนุมูลคาร์บอเนตเข้าแทนที่อนุมูลฟอสเฟตในโครงสร้างแร่อะพาไทต์มากขึ้นการละลายได้ตลอดจนความว่องไวต่อปฏิกิริยาหรืออัตราการปลดปล่อยฟอสฟอรัสออกมาก็สูงขึ้นและความว่องไวต่อปฏิกิริยาของปุ๋ย ก็สัมพันธ์กับประสิทธิผลการใช้ฟอสฟอรัสของพืชด้วย ดังนั้นอาจประเมินคุณค่าของปุ๋ยหินฟอสเฟตด้วยการทดสอบการละลาย (dissolution) โดยในห้องปฏิบัติการ ใช้น้ำยาสกัดคือแอมโมเนียมซิเตรทที่เป็นกลาง กรดซิทริก 2% หรือกรดฟอร์มิก 2% (ยงยุทธ และ คณะ, 2554) ปุ๋ยหินฟอสเฟต (Rock phosphate) คือแร่สำคัญที่มีฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบในปริมาณมากเรียกว่า (apatite) เกิดขึ้นจากการเย็นตัวและตกผลึกออกมาของ molten magma ซึ่งเป็นสารประกอบในรูปแคลเซียมไตรฟอสเฟต $[Ca_3(PO_4)_2]$ ที่มีสารประกอบชนิดอื่นๆเช่น $CaCl_2$ และ CaF_2 เจือปนอยู่ด้วยแร่อะพาไทต์เท่าที่ทราบกันอยู่เวลานี้มีอยู่ 5 ชนิดด้วยกันคือ Carbonate apatite ($(Ca_3(PO_4)_2)_3.CaCO_3$), Fluorapatite ($(Ca_3(PO_4)_2)_3.CaF_2$), Chloroapatite ($(Ca_3(PO_4)_2)_3.CaCl_2$), Hydroxyapatite($(Ca_3(PO_4)_2)_3.Ca(OH)_2$), Sulfateapatite($(Ca_3(PO_4)_2)_3.CaSO_4$) หินฟอสเฟตส่วนใหญ่ประกอบด้วยแคลเซียมไตรฟอสเฟต $[Ca_3(PO_4)_2]$ ที่มีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำองค์ประกอบของปุ๋ยหินฟอสเฟตที่พบในท้องตลาดไม่แน่นอนขึ้นอยู่กับแหล่งกำเนิดของแร่เป็นสำคัญ โดยทั่วๆ ไปจะมี P_2O_5 ระหว่าง 30 ถึง 40% สำหรับหินฟอสเฟตในรูป Fluorapatite ปริมาณฟลูออรีนที่มีในปุ๋ยหินฟอสเฟต นับว่ามีความสำคัญมากเกี่ยวกับความเป็นประโยชน์ ของธาตุฟอสฟอรัสต่อพืชกล่าวคือถ้าปุ๋ยหินฟอสเฟตมีฟลูออรีนมากขึ้นเท่าใดก็จะยิ่งทำให้ฟอสเฟตในตัวปุ๋ยมีความคงตัวและจะสลายตัวให้ฟอสเฟตไอออนยากยิ่งขึ้นเท่านั้น จึงทำให้ยากต่อการที่พืชจะนำเอาไปใช้ประโยชน์ได้ หากผสมปุ๋ยหินฟอสเฟตกับเกลือคาร์บอเนตจะทำให้ความเป็นประโยชน์ของฟอสฟอรัสในตัวปุ๋ยลดน้อยลง ได้มีผู้พบว่าถ้าต้องการให้หินฟอสเฟตปลดปล่อยฟอสฟอรัสออกมาให้เป็นประโยชน์ต่อพืชได้มากขึ้นหรือทำให้ละลายน้ำได้มากขึ้น จะต้องทำให้หินฟอสเฟตเกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพเสียก่อน โดยทำได้หลายวิธีแต่ที่นิยมปฏิบัติกันเพราะเป็นวิธีที่ถูกที่สุดคือการนำหินฟอสเฟตมาทำปฏิกิริยากับกรดอนินทรีย์ชนิดต่างๆ เช่น

กรดดินประสิว กรดเกลือ กรดฟอสฟอรัสและกรดกำมะถัน จากปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างกรดชนิดดังกล่าวหินฟอสเฟตซึ่งส่วนใหญ่ประกอบด้วยแคลเซียมไตรฟอสเฟต $[Ca_3(PO_4)_2]$ ที่ไม่ละลายน้ำก็จะเปลี่ยนรูปเป็นไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$) และโมโนแคลเซียมฟอสเฟต $[Ca(H_2PO_4)_2)]$ ตามลำดับ ซึ่งเกลือทั้งสองชนิดจะปลดปล่อยฟอสเฟตออกมาเป็นประโยชน์ต่อพืชได้ง่ายขึ้น (ภาควิชาปฐพี, 2544)

จากคุณสมบัติของปุ๋ยชนิดเกล็ดและปุ๋ยหินฟอสเฟตที่มีคุณสมบัติแตกต่างกัน โดยชนิดเกล็ดมีคุณสมบัติละลายง่าย ส่วนปุ๋ยหินฟอสเฟตมีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำหรือละลายยาก ดังนั้นในการวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส (P_2O_5) ของตัวอย่างปุ๋ยชนิดดังกล่าวในขั้นตอนการย่อยจึงเป็นขั้นตอนที่สำคัญเป็นอย่างมากเนื่องจากหากใช้ระดับความร้อนและระยะเวลาในการย่อยไม่เหมาะสมอาจมีผลต่อความถูกต้องของผลวิเคราะห์โดยในปุ๋ยเกล็ดอาจเกิดการสูญหายได้ (Loss) หากใช้ระดับความร้อนในการย่อยที่สูงเกินไปหรือใช้ระยะเวลาในการย่อยนานเกินไป ส่วนในปุ๋ยหินฟอสเฟตหากใช้ระดับความร้อนที่ไม่สูงเพียงพอและระยะเวลาในการย่อยสั้นเกินไป อาจทำให้ปริมาณฟอสฟอรัสละลายออกมาไม่หมด ทำให้ผลวิเคราะห์น้อยเกินจริง จากเหตุผลดังกล่าวจึงเป็นอิทธิพลของระดับความร้อนในการย่อยตัวอย่างปุ๋ยที่มีเนื้อสาร (matrix) แตกต่างกันหากผู้วิเคราะห์มีความชำนาญจะทราบถึงเทคนิคการวิเคราะห์ในขั้นตอนการย่อยแต่หากไม่ชำนาญจะมีความเสี่ยงอย่างมากต่อการวิเคราะห์ผิดพลาด ดังนั้นผู้วิจัยจึงต้องการพิสูจน์ถึงปัจจัยนี้ที่มีผลต่อการวิเคราะห์ในขั้นตอนการย่อย เพื่อนำข้อมูลมาใช้ในการพัฒนางานวิเคราะห์ให้มีความถูกต้อง โดยในงานวิจัยนี้ศึกษาในตัวอย่างที่มีเนื้อสารลักษณะ เกล็ด, ผลึก มีคุณสมบัติละลายง่ายเสี่ยงต่อการสูญหาย (loss) และ ในตัวอย่างปุ๋ยที่มีคุณสมบัติละลายยากโดยทดสอบในตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต ใช้ปุ๋ยซุปเปอร์ฟอสเฟต (Superphosphate : 0-20-0) และในปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock :0-3-0)

โดยในวิธีการเตรียมสารละลายตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมดนั้น ได้มีเอกสารตีพิมพ์วิธีการไว้หลากหลายวิธีดังนี้ Horwitz *et.al*., 2012. ได้เขียนวิธีการเตรียมสารละลายทดสอบ (Preparation of Test Solution) ของวิธีทดสอบฟอสฟอรัส (ทั้งหมด) ในปุ๋ย (Phosphorus (Total) in Fertilizers) ไว้ใน AOAC Official Method 957.02 ในการเตรียมตัวอย่างที่มีองค์ประกอบต่างๆไว้ดังนี้ (a) Materials containing small quantities of organic matter.(วัสดุที่ประกอบด้วยอินทรียวัตถุปริมาณเล็กน้อย) ชั่งตัวอย่าง 1 กรัม ละลายใน 30 ml HNO_3 และ 3-5 ml HCl จนกระทั่งเดือด organic matter ถูกทำลาย (30 นาที สำหรับของเหลวและสารแขวนลอย) (b) Fertilizers containing much Fe or Al phosphate, and basic slag See 2.017,10th Ed. (ปุ๋ยที่ประกอบด้วย เหล็ก, อะลูมิเนียมฟอสเฟตปริมาณมาก และเบสิกสแลก (กากถลุงที่เป็นเบส)) เตรียมตาม method 2.017,10th Ed. (c) Organic matter like cottonseed meal alone or in mixture . (อินทรียวัตถุที่เหมือนเมล็ดฝ้าย ธัญพืชบด เดี่ยวๆหรือแบบผสม) เตรียมโดยชั่งตัวอย่าง 1 กรัมระเหย

ตัวอย่างด้วยสารละลาย $Mg(NO_3)_2$ 5 ml , เผา และละลายใน HCl (d) Material or mixtures containing large amounts of organic matter . See2.017(d), 11th Ed. (วัสดุหรือส่วนผสมที่ประกอบด้วยอินทรียวัตถุขนาดใหญ่จำนวนมาก)เตรียมตาม method 2.017,10th Ed. (e) All fertilizers. (ปุ๋ยทุกชนิด) เตรียมโดยชั่งตัวอย่าง 1 กรัม ทำให้เดือดเบาๆ เป็นเวลา 30-45 นาทีด้วย 20-30 ml HNO_3 ใน flask ที่เหมาะสมเพื่อ oxidize วัสดุที่สามารถรวมตัวกับออกซิเจน (oxidizable) ได้ง่ายทั้งหมด ทิ้งให้เย็นแล้วเติม $HClO_4$ 10-20 ml 70-72% นำไปต้มต่ออย่างเบาๆ จนกระทั่งสารละลายไม่มีสี หรือมีควัน ขาวขุ่นเกิดขึ้นใน flask ไม่ต้มจนแห้ง (กับตัวอย่างที่ประกอบด้วยอินทรียวัตถุขนาดใหญ่เพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นเพื่อให้เกิดควันขาวประมาณ 170°C ≥1 ชั่วโมงทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเติมน้ำ 50 ml และนำไปต้มต่ออีกเล็กน้อย

OMAF, 1987. ได้เขียนวิธีการเตรียมสารละลายตัวอย่างของวิธีทดสอบฟอสฟอรัส (Phosphoric acid) ในปุ๋ยที่ประกอบด้วยฟอสเฟต (Phosphate) และหินฟอสเฟต (phosphate rock) ; โดยเฉพาะในตัวอย่างที่มีปริมาณฟอสฟอรัสสูง วิธีการเตรียมตามข้อ 4.2.1.C (OMAF, 1987) a.Total Phosphoric Acid 1) Inorganic fertilizers: (ปุ๋ยอนินทรีย์) โดยการชั่งตัวอย่าง 2.5-5 กรัม แล้วเติม HCl 30 ml และ HNO_3 ประมาณ 10 ml แล้วนำไปต้มให้เดือดประมาณ 30 นาที ทิ้งให้เย็น Dilute ให้เป็น 250-500 ml ด้วยน้ำ แล้วกรองจนกระดาษกรองแห้ง ในกรณีของตัวอย่างปุ๋ยที่มี magnesium phosphate รวมอยู่ด้วยให้ชั่งตัวอย่าง 2-5 กรัมทำให้ชื้นด้วยน้ำเล็กน้อยแล้วเติม H_2SO_4 20-50 ml และให้ความร้อนเพื่อให้การย่อยสลาย (decompose) สมบูรณ์ปล่อยให้ค่อนข้างเย็น เติมน้ำและเขย่าแรงๆ นำไป digest ต่อเพื่อให้กากตะกอนส่วนตกค้างละลาย ทิ้งให้เย็นปรับปริมาตรด้วยน้ำให้เป็น 500 ml 2) Organic fertilizers: or fertilizers containing organic matter: (ปุ๋ยอินทรีย์) ขั้นตอนการเตรียมโดยชั่งตัวอย่าง 2 กรัม แล้วทำให้ย่อยสลาย (decompose) แล้วนำมา Dilute ให้เป็น 250 ml ด้วยน้ำแล้วทำการกรองจนกระดาษกรองแห้ง

FAMIC, 2013. ได้เขียนวิธีการเตรียมสารละลายของการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total-P_2O_5) ไว้ในข้อ 4.2.1 วิธีนี้ใช้กับปุ๋ยที่มีอินทรียวัตถุเป็นส่วนประกอบ เตรียมตัวอย่างวิเคราะห์โดยการเติม Sulfuric Acid, Potassium sulfate and copper (II) sulfate pentahydrate ก่อนเข้าสู่ขบวนการวิเคราะห์โดย Kjeldahl method or incineration-hydrochloric acid นำไปต้มให้ร้อนเพื่อ convert Total Phosphorus ให้เป็น Phosphate ion และวัดการดูดกลืนแสงของ Phosphovanadomolybdate salt form โดยการทำปฏิกิริยากันประกอบด้วย ammonium vanadate(V), hexaamonium heptamolybdate และ Nitric acid เพื่อให้ได้มาของ Total-P_2O_5 โดยในการเตรียมสารละลายตัวอย่างตาม Kjeldahl method เขียนขั้นตอนไว้ดังนี้ ปริมาณตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ 0.5-5 กรัม โดยนำ 1 มิลลิกรัมใส่ใน digestion flask ขนาด 300 ml เติม catalyst 5-10 กรัม และเร่งให้เกิดปฏิกิริยาโดยเติม sulfuric 20-40 ml เขย่าให้เข้ากันและให้ความร้อนอ่อนๆ จนไม่มีฟองให้ความร้อนต่อจนกระทั่งเกิดเป็นควันขาวของ Sulfuric Acid จุดไฟต่อจนกระทั่งอินทรียวัตถุถูกย่อยอย่างสมบูรณ์ (หลังจากการเปลี่ยนแปลงสีของสารละลายตัวอย่างสิ้นสุดลง ให้ความร้อนต่ออย่างน้อย 2 ชั่วโมง) ทิ้งให้เย็นเติมน้ำเล็กน้อยเขย่าให้เข้ากัน ถ่ายใส่ volumetric flask ขนาด 250-500 ml และเติมน้ำเขย่าให้เข้ากันอีก ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นเติมน้ำแล้วปรับปริมาตร กรองด้วย Type 3 filter paper

โดยวิธีที่กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี (กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี, 2551) ใช้ในปัจจุบันเป็น Inhouse method based on AOAC โดยใช้กรดผสม HNO_3: $HClO_4$ อัตราส่วน 1:1 ในการย่อยอุณหภูมิและระยะเวลาไม่สามารถระบุเป็นตัวเลขที่แน่นอนได้โดยใช้ Competency ประสบการณ์จากการทำงานในการพิจารณาโดยพิจารณาลักษณะความหนืด สีและปริมาณของตัวอย่างที่ย่อย ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงทำการทดลอง เพื่อศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการย่อยตัวอย่าง ที่มีผลต่อการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด(Total–P_2O_5) ในปุ๋ยเกล็ดและปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต(Phosphate Rock) ที่ทำให้ผลวิเคราะห์ตัวอย่างมีความเที่ยง (precision) และถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) โดยการวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material : CRM) ควบคู่กับการวิเคราะห์ตัวอย่าง พิจารณาค่าความเที่ยงหรือการกระจายของผลวิเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้ ใช้สถิติทดสอบคือค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative standard deviation : RSD) (นีระนารถ และ วรรณภา, 2555) ส่วนความถูกต้องแม่นยำประเมินจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (AOAC. 2002)

7. วิธีดำเนินการ

-วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

1. วัสดุอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total- P_2O_5) อ้างอิงตามคู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี (กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี, 2551) ของกรมวิชาการเกษตร
2. ตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดสูตร 0-52-34 (Potassium DihydrogenPhosphate (KH_2PO_4)), ตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต สูตร 0-20-0:Superphosphate และตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต สูตร 0-3-0:Phosphate Rock
3. วัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material : CRM)
   3.1 Potassium Dihydrogen Phosphate (KH_2PO_4) SRM 200a สูตร 0-52-34 Certified value P_2O_5 = 52.10%
   3.2 Super Phosphate BCR 033 สูตร 0-20-0 Certified value P_2O_5 = 19.34%
   3.3 a natural Moroccan phosphate rock CRM 032 , Certified value P_2O_5 = 32.98%
4. เตาให้ความร้อน (Hot plate) ที่สามารถระบุอุณหภูมิเป็นตัวเลขแน่นอนได้

-วิธีการ

1. ศึกษาอิทธิพลของระดับความร้อนและระยะเวลาของการย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ด ที่มีผลต่อปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total-P_2O_5)

1.1 จัดหาวัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material : CRM) : ที่มีเนื้อสาร (Matrix) ลักษณะเกล็ด, ผลึก สูตร 0–52–34 :Potassium Dihydrogen Phosphate (KH_2PO_4) SRM200a Certified value P_2O_5 = 52.10%

1.2 จัดหาตัวอย่างปุ๋ยที่มีเนื้อสาร (Matrix) ลักษณะเกล็ด, ผลึก สูตร 0–52–34 (Potassium DihydrogenPhosphate (KH_2PO_4)) ปริมาณ 500 กรัม นำมาบดให้ละเอียดแบ่งบรรจุใส่ขวด จำนวน 10 ขวดๆ ละประมาณ 40 กรัม

1.3 นำมาวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส (กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี, 2551) โดยวิเคราะห์ในรูปของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ตาม Spectrophotometric molybdovanadophosphate method, Inhouse method based on AOAC, 19thed, 2012 part 958.01 และ วิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียม ในรูปของโพแทชที่ละลายน้ำ (Water soluble-K_2O) โดย Flame photometric method Inhouse method based on OMAF, 1987, part 4.1.2 และ 4.3.3 วิเคราะห์ขวดละ 2 ซ้ำจำนวน 10 ขวดตามที่ได้เตรียมไว้

1.4 นำผลวิเคราะห์ของปริมาณฟอสฟอรัส และ ปริมาณโพแทสเซียม จากข้อ 1.4 มาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างที่เตรียมทั้ง 10 ขวด โดยการวิเคราะห์ค่าความแปรปรวน (Analysis of Variance: ANOVA) ซึ่งเป็นสถิติที่ใช้ทดสอบค่าเฉลี่ยของประชากรที่ ≥3 ประชากร (อุมาพร และ จันทรัตน์, 2550) โดยวางแผนแบบสุ่มสมบูรณ์ (Completely Randomized Design : CRD) การวาง แผนการทดลองแบบนี้เมื่อหน่วยการทดลองมีความสม่ำเสมอหรือคล้ายคลึงกัน หน่วยทดลองแต่ละหน่วยมีโอกาสได้รับทรีทเมนต์เท่าๆกัน เหมาะที่จะนำมาใช้ในห้องทดลองเนื่องจากอิทธิพลจากสิ่งแวดล้อมสามารถควบคุมได้ง่าย (สายชล, 2546) ประเมินผลว่าตัวอย่างที่เตรียมมีความเป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่โดยพิจารณาจากค่า F experiment ต้องมีค่า < F critical

1.5 นำตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันแล้วมาทดสอบการย่อย (Digest) ที่ระดับความร้อนและระยะเวลาแตกต่างกันกำหนดเป็นทรีทเมนต์ดังนี้

ตารางที่ 1 แสดงทรีทเมนต์และความหมายของสัญลักษณ์ต่างๆในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ด (0-52-34)

ทรีทเมนต์		ทรีทเมนต์		ทรีทเมนต์	
$D_{50,}T_{10}$	อุณหภูมิ 50°C 10 นาที	$D_{150,}T_{10}$	อุณหภูมิ150°C10 นาที	$D_{250,}T_{10}$	อุณหภูมิ250°C10 นาที
$D_{50,}T_{20}$	อุณหภูมิ 50°C 20 นาที	$D_{150,}T_{20}$	อุณหภูมิ150°C20 นาที	$D_{250,}T_{20}$	อุณหภูมิ250°C20 นาที
$D_{50,}T_{30}$	อุณหภูมิ 50°C 30 นาที	$D_{150,}T_{30}$	อุณหภูมิ150°C30 นาที	$D_{250,}T_{30}$	อุณหภูมิ250°C30 นาที
$D_{50,}T_{40}$	อุณหภูมิ 50°C 40 นาที	$D_{150,}T_{40}$	อุณหภูมิ150°C40 นาที	$D_{250,}T_{40}$	อุณหภูมิ250°C40 นาที
$D_{50,}T_{50}$	อุณหภูมิ 50°C 50 นาที	$D_{150,}T_{50}$	อุณหภูมิ150°C50 นาที	$D_{250,}T_{50}$	อุณหภูมิ250°C50 นาที
$D_{50,}T_{60}$	อุณหภูมิ 50°C 60 นาที	$D_{150,}T_{60}$	อุณหภูมิ150°C60 นาที	$D_{250,}T_{60}$	อุณหภูมิ250°C60 นาที
$D_{100,}T_{10}$	อุณหภูมิ100°C10 นาที	$D_{200,}T_{10}$	อุณหภูมิ200°C10 นาที	$D_{300,}T_{10}$	อุณหภูมิ300°C10 นาที
$D_{100,}T_{20}$	อุณหภูมิ100°C20 นาที	$D_{200,}T_{20}$	อุณหภูมิ200°C20 นาที	$D_{300,}T_{20}$	อุณหภูมิ300°C20 นาที
$D_{100,}T_{30}$	อุณหภูมิ100°C30 นาที	$D_{200,}T_{30}$	อุณหภูมิ200°C30 นาที	$D_{300,}T_{30}$	อุณหภูมิ300°C30 นาที
$D_{100,}T_{40}$	อุณหภูมิ100°C40 นาที	$D_{200,}T_{40}$	อุณหภูมิ200°C40 นาที	$D_{300,}T_{40}$	อุณหภูมิ300°C40 นาที
$D_{100,}T_{50}$	อุณหภูมิ100°C50 นาที	$D_{200,}T_{50}$	อุณหภูมิ200°C50 นาที	$D_{300,}T_{50}$	อุณหภูมิ300°C50 นาที
$D_{100,}T_{60}$	อุณหภูมิ100°C60 นาที	$D_{200,}T_{60}$	อุณหภูมิ200°C60 นาที	$D_{300,}T_{60}$	อุณหภูมิ300°C60 นาที

1.6 โดยทำการทดสอบทรีทเมนต์ละ 10 ซ้ำ พร้อม CRM 1 ซ้ำ

1.7 นำแต่ละทรีทเมนต์มาวิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) และตรวจสอบ outlier (ค่าที่สงสัย) โดย Grubb 's test (อุมาพร และ จันทรัตน์, 2550)

ตั้งสมมติฐาน H_0: ค่าที่สงสัย มาจากประชากรเดียวกัน

H_1: ค่าที่สงสัย > ข้อมูลอื่นๆ, ค่าที่สงสัย < ข้อมูลอื่นๆ

สูตรคำนวณ $G_{cal} = \frac{|\text{ค่าที่สงสัย} - \text{ค่าเฉลี่ย}|}{s}$

เมื่อ $\alpha = 0.05$ หรือระดับความเชื่อมั่น 95% , n = จำนวนข้อมูล

$G_{crit} = G_{\alpha,n}$: ถ้า $G_{cal} < G_{crit}$ ยอมรับ H_0 ค่าที่สงสัยมาจากประชากรเดียวกัน

: ถ้า $G_{cal} > G_{crit}$ ปฏิเสธ H_0 ตัดค่าที่สงสัยทิ้ง

แล้วหาค่าการกระจายโดยใช้สถิติทดสอบคือค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative standard deviation : RSD) (นีระนารถ และ อุมาพร, 2555)

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

1.8 นำผลวิเคราะห์ CRM มาหาค่าความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) โดยพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery)

$$\%Recovery = \frac{\text{ค่าวิเคราะห์ } crm}{\text{ค่าจากใบ } certificate} \times 100$$

เกณฑ์ : 98-102 : AOAC peer-verification (AOAC,2002)

1.9 นำสถิติจากข้อ 1.5 และ 1.6 มาพล็อทกราฟพิจารณาแนวโน้ม (Trend)

1.10 สรุปและรายงานผล

2. ศึกษาอิทธิพลของระดับความร้อนและระยะเวลาของการย่อยตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟตที่มีผลต่อปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total-P_2O_5)

2.1 จัดหาวัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material : CRM) : ใช้ สูตร 0-20-0 : Super Phosphate BCR 033 Certified value P_2O_5 = 19.34%

2.2 จัดหาตัวอย่างปุ๋ย สูตร 0-20-0 : Super Phosphate ที่ผลิตจากหินฟอสเฟต ปริมาณ 500 กรัม นำมาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) โดยการนำตัวอย่างมาบรรจุใส่ขวด จำนวน 10 ขวดๆละประมาณ 40 กรัม

2.3 นำมาวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส (กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี, 2551) โดยวิเคราะห์ในรูปของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%Total-P_2O_5) ตาม Spectrophotometric molybdovanadophosphate method , Inhouse method based on AOAC, 19thed, 2012 part 958.01

2.4 นำผลมาวิเคราะห์ความแปรปรวน (Analysis of Variance: ANOVA) โดยวางแผนแบบสุ่มสมบูรณ์ (Completely Randomized Design : CRD)

2.5 นำตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันแล้วมาทดสอบการย่อย (Digest) ที่ระดับความร้อนและระยะเวลาแตกต่างกันกำหนดเป็นทรีทเมนต์ดังนี้

ตารางที่ 2 แสดงทรีทเมนต์และความหมายของสัญลักษณ์ต่างๆในตัวอย่างปุ๋ยSuperphosphate (0-20-0)

ทรีทเมนต์		ทรีทเมนต์		ทรีทเมนต์	
$D_{100,}T_{10}$	อุณหภูมิ100°C10 นาที	$D_{200,}T_{10}$	อุณหภูมิ200°C10 นาที	$D_{300,}T_{10}$	อุณหภูมิ300°C10 นาที
$D_{100,}T_{20}$	อุณหภูมิ100°C20 นาที	$D_{200,}T_{20}$	อุณหภูมิ200°C20 นาที	$D_{300,}T_{20}$	อุณหภูมิ300°C20 นาที
$D_{100,}T_{30}$	อุณหภูมิ100°C30 นาที	$D_{200,}T_{30}$	อุณหภูมิ200°C30 นาที	$D_{300,}T_{30}$	อุณหภูมิ300°C30 นาที
$D_{100,}T_{40}$	อุณหภูมิ100°C40 นาที	$D_{200,}T_{40}$	อุณหภูมิ200°C40 นาที	$D_{300,}T_{40}$	อุณหภูมิ300°C40 นาที
$D_{100,}T_{50}$	อุณหภูมิ100°C50 นาที	$D_{200,}T_{50}$	อุณหภูมิ200°C50 นาที	$D_{300,}T_{50}$	อุณหภูมิ300°C50 นาที
$D_{100,}T_{60}$	อุณหภูมิ100°C60 นาที	$D_{200,}T_{60}$	อุณหภูมิ200°C60 นาที	$D_{300,}T_{60}$	อุณหภูมิ300°C60 นาที
$D_{150,}T_{10}$	อุณหภูมิ150°C10 นาที	$D_{250,}T_{10}$	อุณหภูมิ250°C10 นาที		
$D_{150,}T_{20}$	อุณหภูมิ150°C20 นาที	$D_{250,}T_{20}$	อุณหภูมิ250°C20 นาที		
$D_{150,}T_{30}$	อุณหภูมิ150°C30 นาที	$D_{250,}T_{30}$	อุณหภูมิ250°C30 นาที		
$D_{150,}T_{40}$	อุณหภูมิ150°C40 นาที	$D_{250,}T_{40}$	อุณหภูมิ250°C40 นาที		
$D_{150,}T_{50}$	อุณหภูมิ150°C50 นาที	$D_{250,}T_{50}$	อุณหภูมิ250°C50 นาที		
$D_{150,}T_{60}$	อุณหภูมิ150°C60 นาที	$D_{250,}T_{60}$	อุณหภูมิ250°C60 นาที		

2.6 โดยทำการทดสอบทรีทเมนต์ละ 10 ซ้ำ พร้อม CRM 1 ซ้ำ

2.7 นำแต่ละทรีทเมนต์มาวิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) และตรวจสอบ outlier (ค่าที่สงสัย) โดย Grubb's test แล้วหาค่าการกระจายโดยใช้สถิติทดสอบคือค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative standard deviation : RSD)

2.8 นำผลวิเคราะห์ CRM มาหาค่าความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) โดยพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery)

2.9 นำสถิติจากข้อ 2.5 และ 2.6 มาพล็อทกราฟพิจารณาแนวโน้ม (Trend)

2.10 สรุปและรายงานผล

3. ศึกษาอิทธิพลของระดับความร้อนและระยะเวลาของการย่อยตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) ที่มีผลต่อปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total-P_2O_5)

3.1 จัดหาวัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material : CRM) : ใช้ สูตร 0-3-0 : a natural Moroccan phosphate rock CRM 032 , Certified value P_2O_5 = 32.98%

3.2 จัดหาตัวอย่างปุ๋ย สูตร 0-3-0 : Phosphate Rock ปริมาณ 500 กรัม นำมาทดสอบความเป็น

เนื้อเดียวกัน (Homogeneity) โดยการนำตัวอย่างมาบรรจุใส่ขวด จำนวน 10 ขวดๆละ ประมาณ 40 กรัม

3.3 นำมาวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส (กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี, 2551) โดยวิเคราะห์ในรูปของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%Total-P_2O_5) ตาม Spectrophotometric molybdovanadophosphate method , Inhouse method based on AOAC, 19thed, 2012 part 958.01

3.4 นำผลมาวิเคราะห์ความแปรปรวน (Analysis of Variance: ANOVA) โดยวางแผนแบบสุ่มสมบูรณ์ (Completely Randomized Design : CRD)

3.5 นำตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันแล้วมาทดสอบการย่อย (Digest) ที่ระดับความร้อนและระยะเวลาแตกต่างกันกำหนดเป็นทรีทเมนต์เหมือนตารางที่ 2

3.6 โดยทำการทดสอบทรีทเมนต์ละ 10 ซ้ำ และพร้อม CRM 1 ซ้ำ

3.7 นำแต่ละทรีทเมนต์มาวิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) และตรวจสอบ outlier (ค่าที่สงสัย) โดย Grubb 's test แล้วหาค่าการกระจายโดยใช้สถิติทดสอบคือค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative standard deviation : RSD)

3.8 นำผลวิเคราะห์ CRM มาหาค่าความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) โดยพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery)

3.9 นำสถิติจากข้อ 3.5 และ 3.6 มาพล็อทกราฟพิจารณาแนวโน้ม (Trend)

3.10 สรุปและรายงานผล

-เวลาและสถานที่

ระยะเวลาเริ่มต้นตุลาคม 2556- สิ้นสุดกันยายน 2557 ณ กลุ่มงานวิจัยระบบตรวจสอบคุณภาพปุ๋ย กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

ผลการทดลอง

1. ศึกษาอิทธิพลของระดับความร้อนและระยะเวลาของการย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดสูตร 0-52-34 ที่มีผลต่อปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5)

นำตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดมาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยปุ๋ยเกล็ดสูตร 0-52-34 (Potassium Dihydrogen Phosphate (KH_2PO_4)) ประกอบด้วยธาตุอาหารพืชคือธาตุฟอสฟอรัส และโพแทสเซียม ในการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันจะต้องวิเคราะห์ความแปรปรวนของปริมาณฟอสฟอรัส (%P_2O_5) และโพแทสเซียม (%K_2O) ให้ครบตามสูตร ผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ของตัวอย่างทั้ง 10 ขวด ได้ข้อมูลดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 แสดงค่าวิเคราะห์ความแปรปรวนของปริมาณฟอสฟอรัส (%P_2O_5) และ โพแทสเซียม (%K_2O) ในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ด จำนวน 10 ขวด

ลำดับ	%T-P_2O_5	ลำดับ	%T-P_2O_5	ลำดับ	%WK_2O	ลำดับ	%WK_2O

1	51.9	6	51.7	1	34.6	6	34.4
2	51.7	7	51.6	2	34.6	7	34.8
3	51.8	8	51.8	3	34.6	8	34.4
4	51.8	9	51.8	4	34.6	9	34.7
5	51.8	10	51.9	5	34.8	10	34.5
เฉลี่ย	51.8			เฉลี่ย	34.6		
F-cal	2.72 (ns)			F-cal	1.53 (ns)		
F-crit (0.05)	3.02			F-crit (0.05)	3.02		
%CV	0.14			%CV	0.48		

หมายเหตุ: ns หมายถึง มีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ (nonsignificant)

* หมายถึง มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ(significant) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

** หมายถึง มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญยิ่งทางสถิติ (highly significant) ที่ระดับความเชื่อมั่น 99%

ค่าเฉลี่ยในแนวตั้งเดียวกันที่ตามด้วยตัวอักษรเหมือนกันไม่มีความแตกต่างกันที่ ระดับความเชื่อมั่น 95% โดย DMRT

พบว่าค่าเฉลี่ยของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ของทั้ง 10 ขวดความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ (nonsignificant) หรือไม่แตกต่างกันนั่นเอง โดยมีค่า F_{cal} (2.72) < $F_{crit\ (0.05)}$ (3.02), CV = 0.14% ส่วนปริมาณโพแทชที่ละลายน้ำ(%W-K_2O) พบว่าค่าเฉลี่ยในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดทั้ง 10 ขวด มีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ (nonsignificant) หรือไม่แตกต่างกันนั่นเอง โดยมีค่า F_{cal} (1.53) < $F_{crit\ (0.05)}$ (3.02), CV =0.48% สรุปคือตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดที่เตรียมทั้ง 10 ขวด มีความเป็นเนื้อเดียวกัน สามารถนำมาใช้ในการทดสอบได้

เมื่อนำตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันแล้วมาทดสอบการย่อย (Digest) ที่ระดับความร้อนและระยะเวลาแตกต่างกัน ตามทรีทเมนต์สรุปผลได้เป็นตารางที่ 4

ตารางที่ 4 แสดงค่าทางสถิติของผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ด (0-52-34) ที่ย่อยแบบทรีทเมนต์ต่างๆ

Treatment	Mean	SD	%RSD	CRM	%Recovery
$D_{50,}T_{10}$	49.9	1.28	2.57	47.29	90.77
$D_{50,}T_{20}$	49.7	0.74	1.50	47.70	91.55
$D_{50,}T_{30}$	49.8	0.76	1.53	49.83	95.64
$D_{50,}T_{40}$	51.0	0.61	1.20	50.39	96.72
$D_{50,}T_{50}$	51.0	0.58	1.14	50.85	97.59

$D_{50,}T_{60}$	50.7	0.74	1.45	51.08	98.04
$D_{100,}T_{10}$	51.3	0.30	0.59	50.97	97.84
$D_{100,}T_{20}$	51.1	0.46	0.90	48.89	93.84
$D_{100,}T_{30}$	51.2	0.39	0.77	51.19	98.26
$D_{100,}T_{40}$	49.1	0.64	1.31	50.78	97.47
$D_{100,}T_{50}$	49.0	1.17	2.38	48.70	93.48
$D_{100,}T_{60}$	48.5	0.85	1.76	51.14	98.16
$D_{150,}T_{10}$	49.3	1.54	3.13	50.94	97.78
$D_{150,}T_{20}$	49.2	1.63	3.31	51.29	98.45
$D_{150,}T_{30}$	49.5	0.80	1.62	51.43	98.71
$D_{150,}T_{40}$	50.9	0.32	0.63	51.41	98.68
$D_{150,}T_{50}$	51.3	0.76	1.49	51.38	98.62
$D_{150,}T_{60}$	51.2	0.20	0.38	51.43	98.71
D_{200},T_{10}	51.3	0.22	0.42	51.36	98.59
D_{200},T_{20}	51.3	0.14	0.27	51.63	99.11
D_{200},T_{30}	51.2	0.11	0.21	51.92	99.66
D_{200},T_{40}	51.3	0.24	0.48	51.92	99.65
D_{200},T_{50}	51.4	0.33	0.65	51.60	99.05
D_{200},T_{60}	51.1	0.27	0.52	51.84	99.50
D_{250},T_{10}	51.0	0.30	0.59	51.74	99.30
D_{250},T_{20}	50.8	0.71	1.40	51.04	97.97
D_{250},T_{30}	51.0	0.89	1.75	51.49	98.83
D_{250},T_{40}	50.9	1.08	2.12	50.44	96.81
D_{250},T_{50}	51.1	0.16	0.31	51.59	99.02
D_{250},T_{60}	51.2	0.32	0.63	51.39	98.63
D_{300},T_{10}	51.2	0.71	1.39	52.34	100.47
D_{300},T_{20}	51.2	0.71	1.83	52.23	100.24
D_{300},T_{30}	51.2	0.13	0.26	51.82	99.47

D_{300},T_{40}	51.5	0.87	1.70	48.73	93.52
D_{300},T_{50}	51.2	0.18	0.36	52.57	100.90
D_{300},T_{60}	51.3	0.33	0.64	50.88	97.65

ประเมินผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของแต่ละทรีทเมนต์ โดยหาค่าการกระจายหรือความเที่ยง (Precision) ของผลวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยใช้สถิติทดสอบคือค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative standard deviation : RSD) หาก %RSD สูงแสดงว่าผลวิเคราะห์มีค่าการกระจายสูง มีความเที่ยง (Precision) ต่ำ และประเมินความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) จากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM)

ผลการทดลองจากตารางที่ 4 พบว่าการย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดด้วยอุณหภูมิ 50°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50 และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 1.14-2.57% และ %Recovery อยู่ในช่วง 90.77-98.04%, การย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดด้วยอุณหภูมิ 100°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.59-2.38% และ %Recovery อยู่ในช่วง 93.48-98.26%, การย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดด้วยอุณหภูมิ 150°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.38-3.31% และ %Recovery อยู่ในช่วง 97.78-98.71%, การย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดด้วยอุณหภูมิ 200°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.21-0.65% และ %Recovery อยู่ในช่วง 98.59-99.66%, การย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดด้วยอุณหภูมิ 250°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.31-2.12% และ %Recovery อยู่ในช่วง 96.81-99.30%, การย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดด้วยอุณหภูมิ 300°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.26-1.83% และ %Recovery อยู่ในช่วง 93.52-100.90%

2. ศึกษาอิทธิพลของระดับความร้อนและระยะเวลาของการย่อยตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) สูตร 0-20-0 (Superphsphate) ที่มีผลต่อปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5)

นำตัวอย่างปุ๋ย Superphosphate (0-20-0) มาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน วิเคราะห์ความแปรปรวนของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ของตัวอย่างทั้ง 10 ขวดผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ได้ข้อมูลดังตารางที่ 5 พบว่าค่าเฉลี่ยของปริมาณฟอสฟอรัส (%P_2O_5) ของทั้ง 10 ขวดมีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ (nonsignificant) หรือไม่แตกต่างกันนั่นเองโดยมีค่า $F_{cal}(0.37) < F_{crit\ (0.05)}$ (3.02), CV=1.3% สรุปคือตัวอย่างปุ๋ย Superphosphate ที่เตรียมทั้ง 10 ขวด มีความเป็นเนื้อเดียวกันสามารถนำมาใช้ในการทดสอบได้

ตารางที่ 5 แสดงค่าวิเคราะห์ความแปรปรวนของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ย Superphosphate (0-20-0) จำนวน 10 ขวด

ลำดับ	%T-P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5
1	22.9	6	23.1
2	23.2	7	22.6
3	23.0	8	22.8
4	23.1	9	22.7
5	23.1	10	23.0
เฉลี่ย	22.92		
F-cal	0.37(ns)		
F-crit (0.05)	3.02		
%CV	1.3		

หมายเหตุ: ความหมายของสัญลักษณ์ ns, *, ** ใช้ตามหมายเหตุของตารางที่ 3

เมื่อนำตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันแล้วมาทดสอบการย่อย (Digest) ที่ระดับความร้อนและระยะเวลาแตกต่างกันกำหนดเป็นทรีทเมนต์ตามตารางที่ 2 สรุปผลได้เป็นตารางที่ 6 ตารางที่ 6 แสดงค่าทางสถิติของผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ย Superphosphate (0-20-0) ที่ย่อยแบบทรีทเมนต์ต่างๆ

Treatment	Mean	SD	%RSD	CRM	%Recovery
$D_{100}T_{10}$	22.8	0.14	0.61	18.43	95.28
$D_{100}T_{20}$	22.9	0.08	0.37	18.17	93.97
$D_{100}T_{30}$	22.9	0.14	0.60	18.48	95.54
$D_{100}T_{40}$	23.1	0.19	0.82	18.76	97.02
$D_{100}T_{50}$	23.1	0.12	0.52	18.40	95.14
$D_{100}T_{60}$	23.1	0.12	0.50	18.46	95.44
$D_{150}T_{10}$	23.1	0.10	0.45	18.54	95.84
$D_{150}T_{20}$	23.1	0.18	0.79	18.52	95.77
$D_{150}T_{30}$	23.1	0.11	0.46	18.72	96.79
$D_{150}T_{40}$	23.1	0.12	0.50	18.17	93.94
$D_{150}T_{50}$	23.0	0.11	0.49	18.70	96.68
$D_{150}T_{60}$	23.1	0.13	0.55	18.59	96.12

$D_{200}T_{10}$	23.0	0.17	0.74	18.37	95.00
$D_{200}T_{20}$	22.8	0.10	0.46	18.40	95.15
$D_{200}T_{30}$	22.9	0.15	0.65	18.31	94.66
$D_{200}T_{40}$	22.8	0.06	0.27	18.42	95.24
$D_{200}T_{50}$	22.9	0.12	0.55	18.39	95.11
$D_{200}T_{60}$	22.9	0.15	0.64	18.46	95.43
$D_{250}T_{10}$	23.1	0.12	0.52	18.20	94.12
$D_{250}T_{20}$	23.0	0.08	0.35	18.47	95.48
$D_{250}T_{30}$	22.9	0.07	0.29	18.41	95.19
$D_{250}T_{40}$	22.9	0.13	0.58	18.35	94.89
$D_{250}T_{50}$	22.9	0.11	0.47	18.60	96.18
$D_{250}T_{60}$	23.0	0.09	0.41	18.54	95.87
$D_{300}T_{10}$	22.9	0.15	0.64	18.19	94.07
$D_{300}T_{20}$	22.9	0.06	0.26	18.55	95.90
$D_{300}T_{30}$	22.9	0.27	1.17	18.47	95.48
$D_{300}T_{40}$	22.1	1.22	5.50	18.29	94.56
$D_{300}T_{50}$	22.7	0.16	0.70	18.20	94.12
$D_{300}T_{60}$	22.7	0.13	0.57	18.19	94.06

ประเมินผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของแต่ละทรีทเมนต์ โดยหาค่าการกระจายหรือความเที่ยง (Precision) ของผลวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยใช้สถิติทดสอบคือค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative standard deviation : RSD) หาก %RSD สูงแสดงว่าผลวิเคราะห์มีค่าการกระจายสูง มีความเที่ยง (Precision) ต่ำ และประเมินความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) จากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) เกณฑ์ 98-102% ตาม AOAC peer-verification, 1998 (AOAC,2002)

จากตารางที่ 6 พบว่าการย่อยตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟตนั่นคือปุ๋ยซุปเปอร์ฟอสเฟต (Superphosphate) ด้วยอุณหภูมิ 100°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50 และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.37-0.82% และ %Recovery อยู่ในช่วง 93.97-97.02%,การย่อยตัวอย่างด้วยอุณหภูมิ 150°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.45-0.79% และ %Recovery อยู่ในช่วง 93.94-96.79%, การย่อยตัวอย่างด้วยอุณหภูมิ 200°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.27-0.74% และ %Recovery อยู่ในช่วง 94.66-95.43%,

การย่อยตัวอย่างด้วยอุณหภูมิ 250°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.29-0.58% และ %Recovery อยู่ในช่วง 94.12-96.18%, การย่อยตัวอย่างด้วยอุณหภูมิ 300°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.26-5.50% และ %Recovery อยู่ในช่วง 94.06-95.90%

3. ศึกษาอิทธิพลของระดับความร้อนและระยะเวลาของการย่อยตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock : 0-3-0) ที่มีผลต่อปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5)

นำตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) สูตร 0-3-0 มาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน วิเคราะห์ความแปรปรวนของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ของตัวอย่างที่บรรจุในขวดทั้ง 10 ขวดผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) ได้ข้อมูลดังตารางที่ 7 พบว่าค่าเฉลี่ยของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ของทั้ง 10 ขวดมีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ (nonsignificant) หรือไม่แตกต่างกันนั่นเองโดยมีค่า F_{cal} (1.11) < $F_{crit\ (0.05)}$ (3.02), CV = 0.56% สรุปคือตัวอย่างปุ๋ย Phosphate Rock ที่เตรียมทั้ง 10 ขวด มีความเป็นเนื้อเดียวกันสามารถนำมาใช้ในการทดสอบได้

ตารางที่ 7 แสดงค่าวิเคราะห์ความแปรปรวนของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) สูตร 0-3-0 จำนวน 10 ขวด

ลำดับ	%T-P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5
1	32.32	6	32.61
2	32.20	7	32.45
3	32.36	8	32.54
4	32.32	9	32.35
5	32.41	10	32.61
เฉลี่ย		32.42	
F-cal		1.11(ns)	
F-crit (0.05)		3.02	
%CV		0.56	

หมายเหตุ: ความหมายของสัญลักษณ์ ns, *, ** ใช้ตามหมายเหตุของตารางที่ 3

เมื่อนำตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันแล้วมาทดสอบการย่อย (Digest) ที่ระดับความร้อนและระยะเวลาแตกต่างกันกำหนดเป็นทรีทเมนต์ตามตารางที่ 2 สรุปผลได้เป็นตารางที่ 8

ตารางที่ 8 แสดงค่าทางสถิติของผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส (%P_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock : 0-3-0) ที่ย่อยแบบทรีทเมนต์ต่างๆ

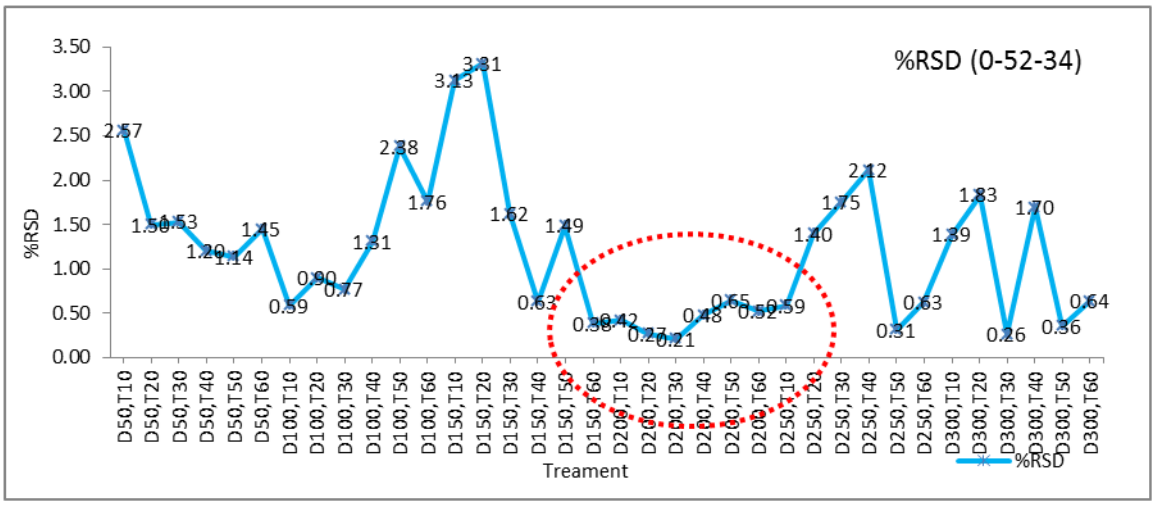
Treatment	MEAN	SD	%RSD	CRM	%Recovery
$D_{100}T_{10}$	32.5	0.36	1.12	32.77	99.36
$D_{100}T_{20}$	32.4	0.14	0.44	32.44	98.37
$D_{100}T_{30}$	32.2	0.29	0.90	32.21	97.67
$D_{100}T_{40}$	31.9	0.24	0.77	31.91	96.77
$D_{100}T_{50}$	32.0	0.38	1.17	31.93	96.81
$D_{100}T_{60}$	31.8	0.20	0.63	31.64	95.95
$D_{150}T_{10}$	32.1	0.21	0.66	32.25	97.78
$D_{150}T_{20}$	32.1	0.37	1.16	32.10	97.33
$D_{150}T_{30}$	32.2	0.44	1.36	31.46	95.40
$D_{150}T_{40}$	32.5	0.23	0.70	32.83	99.55
$D_{150}T_{50}$	32.4	0.25	0.76	33.41	101.32
$D_{150}T_{60}$	32.5	0.17	0.52	32.37	98.14
$D_{200}T_{10}$	31.6	0.33	1.06	32.04	97.16
$D_{200}T_{20}$	31.6	0.13	0.41	31.70	96.13
$D_{200}T_{30}$	31.8	0.26	0.83	31.25	94.76
$D_{200}T_{40}$	31.8	0.45	1.41	31.58	95.76
$D_{200}T_{50}$	32.0	0.43	1.35	31.48	95.44
$D_{200}T_{60}$	31.8	0.27	0.84	32.50	98.55
$D_{250}T_{10}$	32.1	0.18	0.55	32.35	98.08
$D_{250}T_{20}$	32.2	0.23	0.71	32.49	98.52
$D_{250}T_{30}$	32.3	0.28	0.88	32.30	97.94
$D_{250}T_{40}$	32.3	0.15	0.45	32.17	97.55
$D_{250}T_{50}$	32.4	0.18	0.57	32.25	97.80
$D_{250}T_{60}$	32.3	0.12	0.38	32.70	99.15
$D_{300}T_{10}$	31.9	0.28	0.89	32.44	98.36
$D_{300}T_{20}$	32.0	0.37	1.15	31.53	95.62
$D_{300}T_{30}$	32.1	0.27	0.84	31.90	96.74

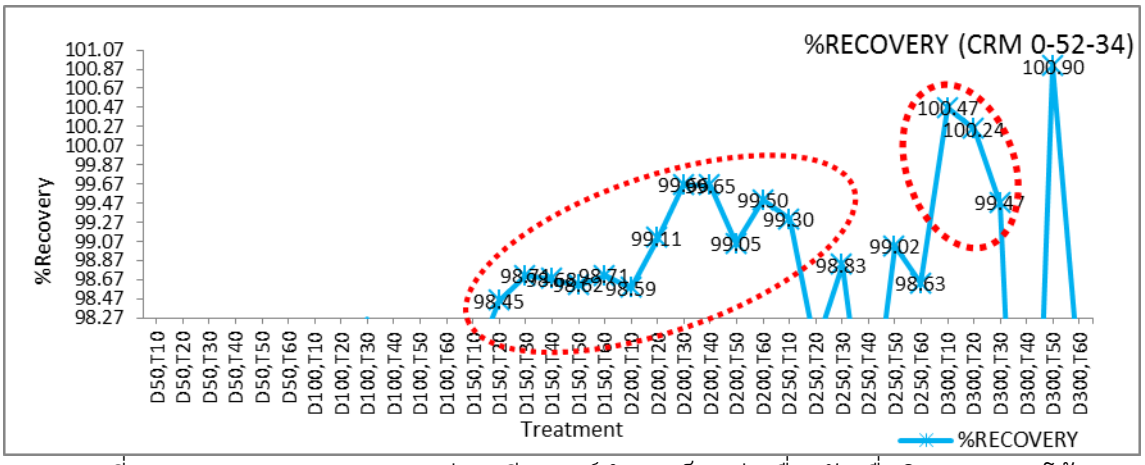
$D_{300}T_{40}$	31.5	1.26	3.99	5.62	17.05
$D_{300}T_{50}$	31.8	0.47	1.46	31.80	96.43
$D_{300}T_{60}$	32.0	0.23	0.73	32.01	97.07

ผลการทดลองจากตารางที่ 8 พบว่าการย่อยตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) ด้วยอุณหภูมิ 100°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50 และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.44-1.17% และ %Recovery อยู่ในช่วง 96.77-99.36% การย่อยตัวอย่างด้วยอุณหภูมิ 150°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.52-1.36% และ %Recovery อยู่ในช่วง 95.40-101.32%, การย่อยตัวอย่างด้วยอุณหภูมิ 200°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50 และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.41-1.41% และ %Recovery อยู่ในช่วง 94.76-98.55%, การย่อยตัวอย่างด้วยอุณหภูมิ 250°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50และ60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.38-0.88% และ %Recovery อยู่ในช่วง 97.55-99.15%, การย่อยตัวอย่างด้วยอุณหภูมิ 300°C โดยใช้เวลาในการย่อย 10, 20, 30, 40, 50และ 60 นาที ตามลำดับ %RSD อยู่ในช่วง 0.73-3.99% และ %Recovery อยู่ในช่วง 17.05-98.36%,

วิจารณ์ผลการทดลอง

จากผลการทดลองการย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ด โดยใช้ระดับความร้อนและเวลาในการย่อยตัวอย่างแตกต่างกันพิจารณาค่าการกระจาย (ความเที่ยง) และความถูกต้องแม่นยำของผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total-P_2O_5) โดยในการทดลองจะใช้ปุ๋ยเกล็ดเชิงประกอบสูตร 0-52-34 (KH_2PO_4) เนื่องจากมีความเป็นเนื้อเดียวกัน สาเหตุที่ไม่ใช้ปุ๋ยเกล็ดเชิงผสมเนื่องจากจะมีปัจจัยเรื่องการผสมปุ๋ยเข้ามาเกี่ยวข้องด้วยทำให้ไม่สามารถวินิจฉัยได้ว่าผลที่ได้เกิดจากปัจจัยใด ระหว่าง ปัจจัยเรื่องอุณหภูมิและระยะเลาในการย่อย หรือปัจจัยเรื่องการผสมปุ๋ย จากผลการทดลองในตารางที่ 4 นำ %RSD ของผลวิเคราะห์ปุ๋ยเกล็ดในแต่ละทรีทเมนต์มาพล็อทกราฟพิจารณาแนวโน้มของความเที่ยงจากทรีทเมนต์ทั้งหมด ได้เป็นภาพที่ 1 ส่วนความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) คำนวณจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรองที่วิเคราะห์พร้อมกับตัวอย่างในแต่ละทรีทเมนต์นำมาพล็อทกราฟพิจารณาแนวโน้มความถูกต้องแม่นยำได้เป็นภาพที่ 2





ภาพที่ 1 กราฟแสดง %RSD ของแต่ละทรีทเมนต์นำมาพล็อทต่อเนื่องกันเพื่อพิจารณาแนวโน้ม

ภาพที่ 2 กราฟแสดง %Recovery ของแต่ละทรีทเมนต์นำมาพล็อทต่อเนื่องกันเพื่อพิจารณาแนวโน้ม

จากภาพที่ 1 พบว่าการย่อยตัวอย่างตั้งแต่ทรีทเมนต์ $D_{150}T_{60}$, $D_{200}T_{10}$, $D_{200}T_{20}$, $D_{200}T_{30}$, $D_{20}T_{40}$, $D_{200}T_{50}$ $D_{200}T_{60}$ และ $D_{250}T_{10}$ และเป็นช่วงของอุณหภูมิและเวลาในการย่อย ที่ทำให้ผลวิเคราะห์มีค่าการกระจายต่ำต่อเนื่องกันหรือเป็นช่วงที่มี Precision (ความเที่ยง) สูงต่อเนื่องกัน แสดงว่าการย่อยตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดด้วยอุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 60 นาที, ช่วงอุณหภูมิ 200°C 10 นาที-60 นาที และอุณหภูมิ 250°C 10 นาที เป็นช่วงของทรีทเมนต์ (ช่วงของอุณหภูมิและระยะเวลาในการย่อยตัวอย่าง) ที่ทำให้ผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) มี Precision (ความเที่ยง) ดีที่สุดหรือทำให้ผลวิเคราะห์มีค่าการกระจายต่ำที่สุดนั่นเอง

ในการพิจารณา %Recovery (ค่าคืนกลับ) หากใช้เกณฑ์ตาม AOAC–Peer verification, 1998 เกณฑ์ของ %Recovery จะอยู่ในช่วง 98-102% จากสูตรคำนวณ

$$\%\text{Recovery} = \frac{\text{ค่าที่วิเคราะห์ฟอสฟอรัส ของ CRM}}{\text{Certified Value}} \times 100$$

หากใช้เกณฑ์ %Recovery เริ่มตั้งแต่ 98% ถ้าแทนค่าในสูตรข้างต้นพบว่า

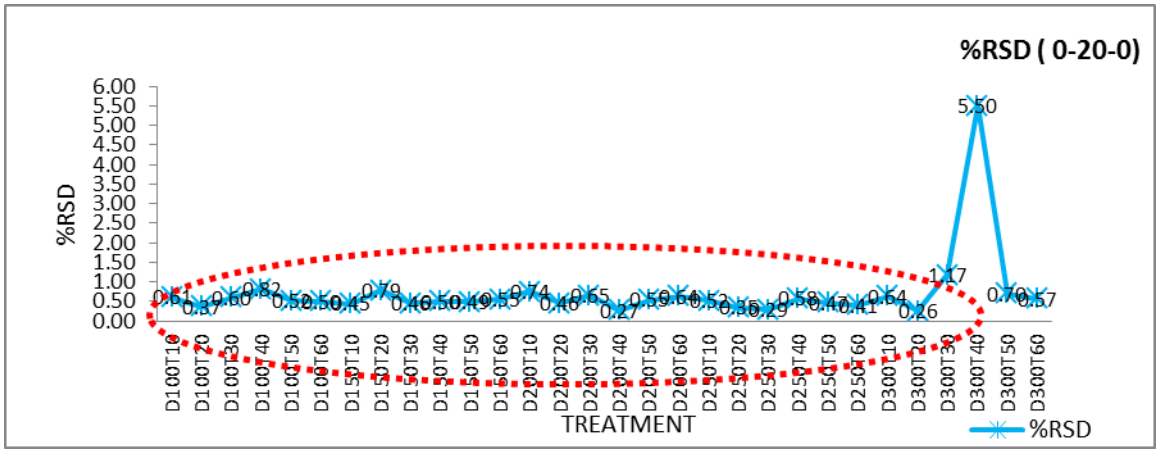
ค่าวิเคราะห์ฟอสฟอรัส (%P_2O_5) ของ CRM = $\frac{98\ (\%Recovery) \times 52.10\ (Certified\ Value)}{100}$

=51.06 ~51.1 %

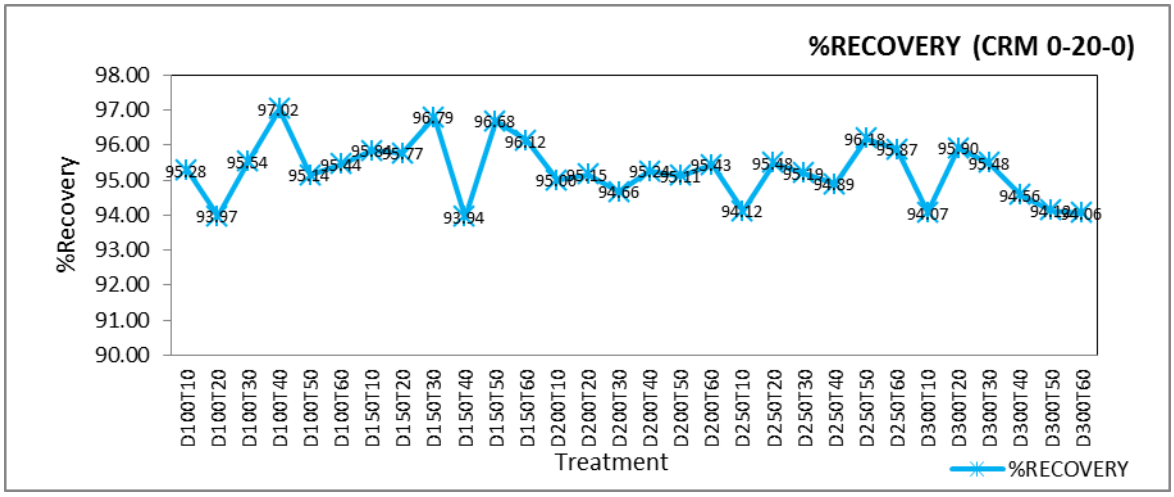
จากสูตร 0-52-34 เกณฑ์ขั้นต่ำตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ.๒๕๑๘ ปริมาณฟอสฟอรัส (%P_2O_5) ขั้นต่ำต้องเท่ากับ 51.2% (52%-0.8% (เกณฑ์คลาดเคลื่อน)) ต้องมีค่าคืนกลับ (Recovery) = 98.46% เมื่อคิดจากสูตร 0-52-34 เป็นอย่างต่ำหรือต้องมีค่า Recovery =98.27% เป็นอย่างต่ำเมื่อคิดจากค่า Certified Value (52.10%) เมื่อคำนวณค่าคืนกลับจากวัสดุอ้างอิงรับรอง(CRM) ในการทดสอบความถูกต้องใช้วัสดุอ้างอิงรับรองในการทดสอบ เพื่อให้สอดคล้องกับตามพระราชบัญญัติปุ๋ยพ.ศ.๒๕๑๘ ปริมาณฟอสฟอรัส (%P_2O_5) ขั้นต่ำต้องเท่ากับ 51.2% เพราะฉะนั้น %Recovery ต้องมีค่าตั้งแต่ 98.27 ขึ้นไป-102% จึงจะผ่านเกณฑ์เมื่อนำ %Recovery มาพล็อทกราฟต่อเนื่องของทรีทเมนต์เพื่อดูแนวโน้ม ดังภาพที่ 2 พบว่าช่วงของทรีทเมนต์ที่มี %Recovery ตั้งแต่ 98.27-102% ต่อเนื่องกันคือตั้งแต่ทรีทเมนต์ $D_{150}T_{20}$–$D_{250}T_{10}$และ $D_{300}T_{10}$ – $D_{300}T_{30}$

นำกราฟต่อเนื่องของ %RSD และ %Recovery ของทรีทเมนต์มาพิจารณาความสัมพันธ์กัน พบว่าช่วงของทรีทเมนต์ที่ทำให้ผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) มีค่าการกระจายต่ำหรือมีความเที่ยง (Precision) สูงเมื่อพิจารณาจากแนวโน้มของกราฟ %RSD และมีความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) เมื่อพิจารณาจากแนวโน้มของค่าคืนกลับ (%Recovery) ผ่านเกณฑ์มากที่สุดคือการย่อยด้วยอุณหภูมิ 200°C เป็นเวลาตั้งแต่ 10 นาที- 60 นาที

จากผลการทดลองการย่อยตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) โดยใช้ตัวอย่างปุ๋ยซุปเปอร์ฟอสเฟต (Superphosphate) ด้วยความร้อนและระยะเวลาที่แตกต่างกันที่มีผลต่อปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ตามตารางที่ 6 นำมาคำนวณหา %RSD เพื่อดูค่าการกระจายของผลวิเคราะห์และพล็อทกราฟเพื่อพิจารณาแนวโน้ม ดังภาพที่ 3 ส่วนความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) คำนวณจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรองที่วิเคราะห์พร้อมกับตัวอย่างในแต่ละทรีทเมนต์นำมาพล็อทกราฟพิจารณาแนวโน้มเช่นเดียวกัน ดังภาพที่ 4



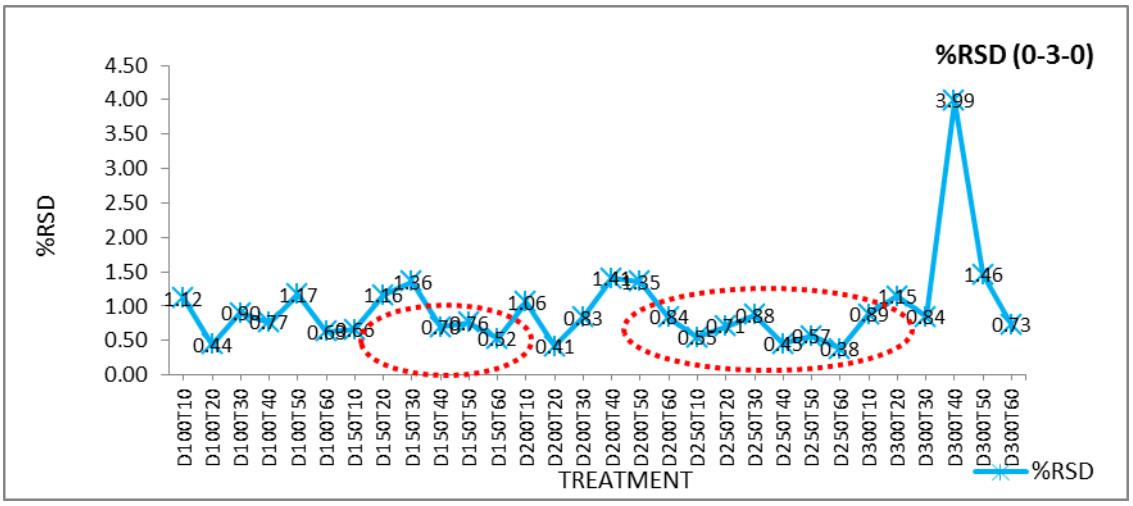
ภาพที่ 3 กราฟแสดง %RSD ของแต่ละทรีทเมนต์นำมาพล็อทต่อเนื่องกันเพื่อพิจารณาแนวโน้ม



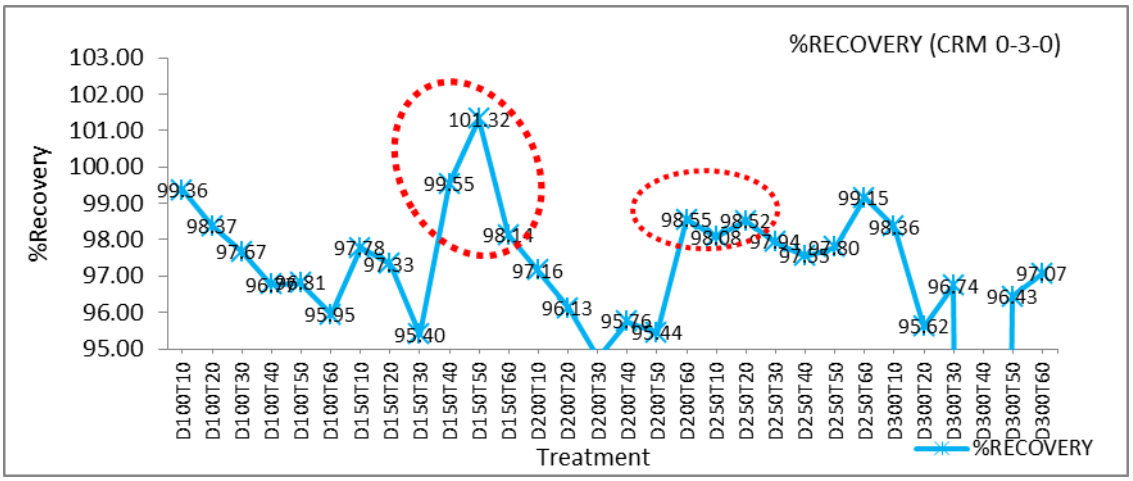
ภาพที่ 4 กราฟแสดง %Recovery ของแต่ละทรีทเมนต์นำมาพล็อทต่อเนื่องกันเพื่อพิจารณาแนวโน้ม

เมื่อนำผลการทดสอบ (T-P_2O_5) ในแต่ละทรีทเมนต์ของตัวอย่างปุ๋ย Superphosphate มาหาค่าการกระจายของผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) โดยพิจารณาจาก %RSD นำมาพล็อทกราฟต่อเนื่องของทรีทเมนต์เพื่อพิจารณาแนวโน้มของค่าการกระจาย จากภาพที่ 3 พบว่าการย่อยตัวอย่างตั้งแต่ทรีทเมนท์ $D_{100,}T_{10}$ – $D_{300,}T_{20}$ เป็นช่วงของอุณหภูมิและเวลาในการย่อยที่ทำให้ผลวิเคราะห์มีค่าการกระจายต่ำที่สุดหรือมี Precision (ความเที่ยง)ดีที่สุด แต่เมื่อพิจารณาค่าคืนกลับจากกราฟแนวโน้มของคืนกลับ (%Recovery) ภาพที่ 4 ซึ่งเป็นค่าที่ใช้ในการพิจารณาความถูกต้องของผลวิเคราะห์พบว่ายังไม่มีทรีทเมนต์ใด (ระดับความร้อนและระยะเวลา) ที่เหมาะสมที่ทำให้ผลการทดสอบผ่านเกณฑ์โดยมีค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรองอยู่ในช่วง 93.97-97.02% ในตัวอย่างปุ๋ย แต่เมื่อพิจารณาจากผลวิเคราะห์ตัวอย่างเฉลี่ย 10 ซ้ำจากแต่ละทรีทเมนต์พบว่าตั้งแต่ทรีทเมนต์ $D_{100}T_{40}$ - $D_{200}T_{10}$ ผลวิเคราะห์ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ย Superphosphate มีค่าโดยเฉลี่ยเกิน 23% สูงกว่าผลวิเคราะห์ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ของทรีทเมนต์ช่วงอื่นๆที่มีค่าโดยเฉลี่ยไม่เกิน 23% หากพิจารณาจากผลวิเคราะห์ของตัวอย่าง Superphosphate โดยไม่พิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิง (CRM) จะเห็นว่าการย่อยโดยใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 100°C เป็นเวลา 50-60 นาที , อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 10-60 นาที ไปจนถึงการย่อยโดยอุณหภูมิ 200°C ใช้เวลา 10 นาที เป็นช่วงของอุณหภูมิและเวลาในการย่อยที่ทำให้ค่าเฉลี่ยของ %T-P_2O_5 ของตัวอย่าง Superphosphate มีค่าสูงกว่าการย่อยด้วยอุณหภูมิและระยะเวลาช่วงอื่นๆ

เมื่อนำข้อมูลจากตารางที่ 8 มาพล็อทกราฟแนวโน้มเพื่อพิจารณาการกระจายจาก %RSD และความถูกต้องแม่นยำ โดยพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ดังภาพที่ 5 และ 6



ภาพที่ 5 กราฟแสดง %RSD ของแต่ละทรีทเมนต์นำมาพล็อทต่อเนื่องกันเพื่อพิจารณาแนวโน้ม



ภาพที่ 6 กราฟแสดง %Recovery ของแต่ละทรีทเมนต์นำมาพล็อทต่อเนื่องกันเพื่อพิจารณาแนวโน้ม

เมื่อนำผลการทดสอบ (T-P_2O_5) ในแต่ละทรีทเมนต์ของตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต มาหาค่าการกระจายโดยพิจารณาจาก %RSD นำมาพล็อทกราฟแนวโน้ม จากภาพที่ 5 พบว่าการย่อยตัวอย่างตั้งแต่ทรีทเมนท์ $D_{150,}T_{40}$ - $D_{150,}T_{60}$ และ $D_{200,}T_{60}$ – $D_{300,}T_{10}$ เป็นช่วงของอุณหภูมิและเวลาในการย่อย ที่ทำให้ผลวิเคราะห์มีค่าการกระจายต่ำที่สุดหรือมี Precision (ความเที่ยง) ดีที่สุด แสดงว่าการย่อยตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต ด้วยอุณหภูมิ 150°C ตั้งแต่ 40-60 นาที, ช่วงอุณหภูมิ 200°C 60 นาที - 300°C 10 นาที ทำให้ผลวิเคราะห์ มี Precision (ความเที่ยง) ดีที่สุด จากภาพที่ 6 เมื่อนำค่าคืนกลับ (%Recovery) มาพล็อทกราฟต่อเนื่องของทรีทเมนต์ พบว่าช่วงของทรีทเมนต์ที่มี %Recovery ตั้งแต่ 98-102% ต่อเนื่องกันคือตั้งแต่ทรีทเมนต์ $D_{150,}T_{40}$– $D_{150,}T_{60}$และ $D_{200,}T_{60}$ – $D_{250,}T_{20}$

เมื่อนำกราฟต่อเนื่องของ %RSD และ%Recovery ของทรีทเมนต์มาพิจารณาความ สัมพันธ์กัน พบว่าช่วงของทรีทเมนต์ที่ทำให้ผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) มีค่าการกระจายต่ำ หรือมี

Precision (ความเที่ยง) ดี และ มีค่าคืนกลับผ่านเกณฑ์มากที่สุดคือการย่อยด้วยอุณหภูมิ 150°C เป็นเวลาตั้งแต่ 40 - 60 นาที

นำทรีทเมนต์จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุดนำมา 1 ทรีทเมนต์มาเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย กับผลวิเคราะห์จากการใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency) โดยใช้สถิติทดสอบที (*t*-test) ดังนี้

-การเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (*t*-test) ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ในปุ๋ยเกล็ดสูตร 0-52-34 ระหว่างทรีทเมนต์จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุดกับผลวิเคราะห์จากการใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency)

ทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดของการทดสอบในปุ๋ยเกล็ดสูตร 0-52-34 คือทรีทเมนต์ช่วง D_{200},T_{10} - D_{200},T_{50} คือการย่อยด้วยอุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 10-50 นาที ที่มีค่า %RSD และ %Recovery อยู่ในเกณฑ์ดีที่สุด และมีค่าวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของตัวอย่างโดยเฉลี่ยมีค่าสูงกว่าการใช้อุณหภูมิในการย่อยช่วงอื่นๆ ในทรีทเมนต์ช่วง D_{200},T_{10} - D_{200},T_{50} เลือกมา 1 ทรีทเมนต์นำมาเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (*t*-test) กับผลวิเคราะห์ที่ย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (Competency) การย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (Competency) หมายถึงการพิจารณาความใช้ได้ของการย่อยจากลักษณะความหนืด สี และ ปริมาณ ของตัวอย่างพิจารณาทีละตัวอย่าง

ตารางที่ 9 แสดงค่าวิเคราะห์ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ของทรีทเมนต์ จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุดกับค่าวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ที่ย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ(competency)

ทรีทเมนต์ D_{200},T_{50}				ย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency)			
ลำดับ	%P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5
1	51.3	6	51.5	1	51.9	6	51.7
2	51.9	7	51.5	2	51.7	7	51.6
3	51.2	8	50.9	3	51.8	8	51.8
4	51.8	9	51.0	4	51.8	9	51.8
5	51.3	10	51.2	5	51.8	10	51.9
$\bar{x}_1$	51.4			$\bar{x}_2$	51.8		
s_1	0.320			s_2	0.092		
s_1^2	0.103			s_2^2	0.008		

- สถิติทดสอบเอฟ (F-test)

(1). กำหนดสมมติฐานทางสถิติ

H_0: $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$

H_1: $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$ ทดสอบแบบสองทาง

(2). คำนวณค่าสถิติ F จากสูตร

$$F_{cal} = \frac{S1^2}{S2^2}$$; เมื่อ F_{cal} = ค่า F ที่ได้จากการคำนวณ (F>1)

S_1^2 = ค่าความแปรปรวนของข้อมูลชุดที่ 1

$$F_{cal} = \frac{0.103}{0.008} = 12.16$$ S_2^2 = ค่าความแปรปรวนของข้อมูลชุดที่ 2

(3). กำหนดขอบเขตวิกฤต โดยหาค่า F วิกฤต (F_{Crit}; $F\alpha_{/2,\ df1,\ df2}$)

$F_{Crit} = F\alpha_{/2,\ df1,\ df2}$

$= F_{0.025,\ (10-1),(10-1)}$ (เปิดตารางค่า F ในภาคผนวก)

$= 4.03$

;เมื่อ $\alpha = 0.05$ หรือระดับความเชื่อมั่น 95% ทดสอบแบบสองทาง; $\alpha/2 = 0.025$

$df_1 = n_1-1$ n_1 = จำนวนของข้อมูลชุดที่ 1

$df_2 = n_2-1$ n_2 = จำนวนของข้อมูลชุดที่ 2

(4). สรุปผลการทดสอบ

F_{cal} (12.16) > F_{Crit}(4.03) ; ปฏิเสธ H_0 แสดงว่าข้อมูล 2 ชุด มีความแปรปรวนแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ หรือ แตกต่างกันนั่นเอง

- สถิติทดสอบที (*t*-test)

จากการทดสอบ F-test ทราบแล้วว่าข้อมูล 2 ชุด มีความแปรปรวนแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ นำข้อมูลมาเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยต่อโดยใช้สถิติทดสอบที *(t*-test)

(1). กำหนดสมมติฐานทางสถิติ

H_0: $\mu_1 = \mu_2$

H_1: $\mu_1 \neq \mu_2$ ทดสอบแบบสองทาง

(2). คำนวณค่าสถิติ *t*-test

ใช้สูตรคำนวณแบบข้อมูล 2 ชุดมีค่าความแปรปรวนไม่เท่ากันจากการทดสอบ F-test

$$t_{cal} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{\frac{S1^2}{n1} + \frac{S2^2}{n2}}}$$

$$t_{cal} = \frac{51.4 - 51.8}{\sqrt{\frac{0.103}{10} + \frac{0.008}{10}}}$$

t_{cal} = -3.98

(3). กำหนดขอบเขตวิกฤตโดยหาค่า *t* วิกฤต (t_{crit} ; $t\ \alpha_{/2,\ df}$)

;เมื่อ $\alpha = 0.05$ หรือระดับความเชื่อมั่น 95% ทดสอบแบบสองทาง; $\alpha/2 = 0.025$

โดยมี $df = \dfrac{\left(\frac{S1^2}{n1}+\frac{S2^2}{n2}\right)^2}{\left(\frac{\left(S1^2/n1\right)^2}{n1-1}+\frac{\left(S2^2/n2\right)^2}{n2-1}\right)}$

$df = \dfrac{\left(\frac{0.103}{10}+\frac{0.008}{10}\right)^2}{\left(\frac{\left(0.103/10\right)^2}{10-1}+\frac{\left(0.008/10\right)^2}{10-1}\right)} = 10.54 \sim 11$

$t_{crit} = t_{\alpha/2,\ df}$

$= t_{0.025,11}$ (เปิดตารางค่า t ในภาคผนวก)

$= 2.20$

(4). สรุปผลการทดสอบ (ค่า t-cal ไม่พิจารณาเครื่องหมาย)

t_{cal} (3.98) > t_{crit} (2.20) ; ปฏิเสธ H_0 แสดงว่าข้อมูล 2 ชุด มีค่าเฉลี่ยแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติหรือแตกต่างกันนั่นเอง

- การเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (t-test) ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ในปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) โดยใช้ตัวอย่างปุ๋ยซุปเปอร์ฟอสเฟต (Superphosphate) ระหว่าง ทรีทเมนต์จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุด กับผลวิเคราะห์จากการใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency)

ทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดของตัวอย่างปุ๋ยซุปเปอร์ฟอสเฟต (Superphosphate) คือทรีทเมนต์ช่วง $D_{150},T_{10} - D_{150},T_{60}$ คือการย่อยด้วยอุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 10-60 นาที ที่มีค่าวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด(T-P_2O_5) ของตัวอย่างโดยเฉลี่ยมีค่าสูงกว่าการใช้อุณหภูมิในการย่อยช่วงอื่นๆ เลือกมา 1 ทรีทเมนต์นำมาเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (t-test) กับผลวิเคราะห์ที่ย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (Competency)
ตารางที่ 10 แสดงค่าวิเคราะห์ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ของทรีทเมนต์จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุดกับค่าวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ที่ย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency)

ย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency)				ทรีทเมนต์ D_{150},T_{60}			
ลำดับ	%P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5
1	22.9	6	23.1	1	23.2	6	22.9
2	23.2	7	22.6	2	23.1	7	23.1
3	23.0	8	22.8	3	23.3	8	23.1
4	23.1	9	22.7	4	23.0	9	23.0
5	23.1	10	23.0	5	22.9	10	23.2
$\bar{x}_1$	23.0			$\bar{x}_2$	23.1		

s_1	0.196	s_2	0.132
s_1^2	0.038	s_2^2	0.017

- สถิติทดสอบเอฟ (F-test)

(1). กำหนดสมมติฐานทางสถิติ

H_0: $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$

H_1: $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$ ทดสอบแบบสองทาง

(2). คำนวณค่าสถิติ F จากสูตร

$F_{cal} = \frac{S1^2}{S2^2}$; เมื่อ F_{cal} = ค่า F ที่ได้จากการคำนวณ (F>1)

S_1^2 = ค่าความแปรปรวนของข้อมูลชุดที่ 1

$F_{cal} = \frac{0.038}{0.017} = 2.21$ S_2^2 = ค่าความแปรปรวนของข้อมูลชุดที่ 2

(3). กำหนดขอบเขตวิกฤต โดยหาค่า F วิกฤต (F_{Crit}; $F\alpha_{/2,\ df1,\ df2}$)

$F_{Crit} = F\alpha_{/2,\ df1,\ df2}$

$= F_{0.025,(10-1),(10-1)}$ (เปิดตารางค่า F ในภาคผนวก)

$= 4.03$

;เมื่อ $\alpha = 0.05$ หรือระดับความเชื่อมั่น 95% ทดสอบแบบสองทาง; $\alpha/2 = 0.025$

$df_1 = n_1 - 1$ n_1 = จำนวนของข้อมูลชุดที่ 1

$df_2 = n_2 - 1$ n_2 = จำนวนของข้อมูลชุดที่ 2

(4). สรุปผลการทดสอบ

F_{cal} (2.21) < F_{Crit}(4.03) ; ยอมรับ H_0 แสดงว่าข้อมูล 2 ชุด มีความแปรปรวนแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติหรือไม่แตกต่างกันนั่นเอง

- สถิติทดสอบที (*t*-test)

จากการทดสอบ F-test ทราบแล้วว่าข้อมูล 2 ชุด มีความแปรปรวนแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ นำข้อมูลมาเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยต่อโดยใช้สถิติทดสอบที (*t*-test)

(1). กำหนดสมมติฐานทางสถิติ

H_0: $\mu_1 = \mu_2$

H_1: $\mu_1 \neq \mu_2$ ทดสอบแบบสองทาง

(2). คำนวณค่าสถิติ *t*-test

ใช้สูตรคำนวณแบบข้อมูล 2 ชุดมีค่าความแปรปรวนเท่ากันจากการทดสอบ F-test

$$t_{cal} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{S_{pooled}\sqrt{\frac{1}{n1}+\frac{1}{n2}}} \quad ;\text{โดยมี} \quad S_{pooled} = \sqrt{\frac{(n1-1)S1^2 + (n2-1)S2^2}{(n1+n2-2)}}$$

$$t_{cal} = \frac{23.0-23.1}{0.167\sqrt{\frac{1}{10}+\frac{1}{10}}} \qquad S_{pooled} = \sqrt{\frac{(10-1)0.038 + (10-1)0.017}{(10+10-2)}}$$

$$= -1.74 \qquad S_{pooled} = 0.167$$

(3). กำหนดขอบเขตวิกฤตโดยหาค่า t วิกฤต (t_{crit} ; $t\ \alpha_{/2,\ df}$)

;เมื่อ $\alpha = 0.05$ หรือระดับความเชื่อมั่น 95% ทดสอบแบบสองทาง; $\alpha/2 = 0.025$

$t_{crit} = t\ \alpha_{/2,df}$,โดยมี $df = n_1 + n_2 - 2$ $df = 10+10-2 = 18$

$= t_{0.025,18}$ (เปิดตารางค่า t ในภาคผนวก)

$= 2.1$

(4). สรุปผลการทดสอบ

t_{cal} (1.74) < t_{crit} (2.1) ; ยอมรับ H_0 แสดงว่าข้อมูล 2 ชุด มีค่าเฉลี่ยแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติหรือไม่แตกต่างกันนั่นเอง

- การเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (*t*-test) ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ในปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) ระหว่างทรีทเมนต์จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุดกับผลวิเคราะห์จากการใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency)

ทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดของตัวอย่างปุ๋ยปุ๋ยหินฟอสเฟต คือทรีทเมนต์ช่วง D_{150},T_{40} – D_{150},T_{60} คือการย่อยด้วยอุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 40-60 นาที ที่มีค่า %RSD, %Recovery อยู่ในเกณฑ์ดีที่สุด และมีค่า วิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของตัวอย่างโดยเฉลี่ยมีค่าสูงกว่าการใช้อุณหภูมิในการย่อยช่วงอื่นๆ เลือกมา 1 ทรีทเมนต์นำมาเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (*t*-test) กับผลวิเคราะห์ที่ย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (Competency)

ตารางที่ 11 แสดงค่าวิเคราะห์ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ของทรีทเมนต์จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุดกับค่าวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%T-P_2O_5) ที่ย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ(competency)

ทรีทเมนต์ D_{150},T_{60}				ย่อยโดยใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency)			
ลำดับ	%P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5	ลำดับ	%P_2O_5
1	32.64	6	32.45	1	32.32	6	32.61
2	32.43	7	32.44	2	32.20	7	32.45

3	32.56	8	32.53	3	32.36	8	32.54
4	32.64	9	32.91	4	32.32	9	32.35
5	32.57	10	32.26	5	32.41	10	32.61
$\bar{x}_1$	32.5			$\bar{x}_2$	32.4		
s_1	0.172			s_2	0.135		
s_1^2	0.030			s_2^2	0.018		

- สถิติทดสอบเอฟ (F-test)

(1). กำหนดสมมติฐานทางสถิติ

H_0: $\sigma_1^2 = \sigma_2^2$

H_1: $\sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$ ทดสอบแบบสองทาง

(2). คำนวณค่าสถิติ F จากสูตร

$F_{cal} = \frac{S1^2}{S2^2}$; เมื่อ F_{cal} = ค่า F ที่ได้จากการคำนวณ (F>1)

S_1^2 = ค่าความแปรปรวนของข้อมูลชุดที่ 1

$F_{cal} = \frac{0.030}{0.018} = 1.62$ S_2^2 = ค่าความแปรปรวนของข้อมูลชุดที่ 2

(3). กำหนดขอบเขตวิกฤต โดยหาค่า F วิกฤต (F_{Crit}; $F\alpha_{/2,\ df1,\ df2}$)

$F_{Crit} = F\alpha_{/2,\ df1,\ df2}$

$= F_{0.025,(10-1),(10-1)}$ (เปิดตารางค่า F ในภาคผนวก)

$= 4.03$

;เมื่อ $\alpha = 0.05$ หรือระดับความเชื่อมั่น 95% ทดสอบแบบสองทาง; $\alpha/2 = 0.025$

$df_1 = n_1 - 1$ n_1 = จำนวนของข้อมูลชุดที่ 1

$df_2 = n_2 - 1$ n_2 = จำนวนของข้อมูลชุดที่ 2

(4). สรุปผลการทดสอบ

$F_{cal}\ (1.62) < F_{Crit}(4.03)$; ยอมรับ H_0 แสดงว่าข้อมูล 2 ชุด มีความแปรปรวนแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติหรือไม่แตกต่างกันนั่นเอง

- สถิติทดสอบที (*t*-test)

จากการทดสอบ F-test ทราบแล้วว่าข้อมูล 2 ชุด มีความแปรปรวนแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ นำข้อมูลมาเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยต่อโดยใช้สถิติทดสอบที (*t*-test)

(1). กำหนดสมมติฐานทางสถิติ

H_0: $\mu_1 = \mu_2$

H_1: $\mu_1 \neq \mu_2$ ทดสอบแบบสองทาง

(2). คำนวณค่าสถิติ *t*-test

ใช้สูตรคำนวณแบบข้อมูล 2 ชุดมีค่าความแปรปรวนเท่ากันจากการทดสอบ F-test

$$t_{cal} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{S_{pooled}\sqrt{\frac{1}{n1}+\frac{1}{n2}}}$$;โดยมี $$S_{pooled} = \sqrt{\frac{(n1-1)S1^2 + (n2-1)S2^2}{(n1+n2-2)}}$$

$$t_{cal} = \frac{32.5-32.4}{0.155\sqrt{\frac{1}{10}+\frac{1}{10}}}$$

$$S_{pooled} = \sqrt{\frac{(10-1)0.030 + (10-1)0.018}{(10+10-2)}}$$

$= 1.82$

$S_{pooled} = 0.155$

(3). กำหนดขอบเขตวิกฤตโดยหาค่า *t* วิกฤต (t_{crit} ; $t\ \alpha_{/2,\ df}$)

;เมื่อ $\alpha = 0.05$ หรือระดับความเชื่อมั่น 95% ทดสอบแบบสองทาง; $\alpha/2 = 0.025$

$t_{crit} = t\ \alpha_{/2,df}$,โดยมี $df = n_1 + n_2 - 2$ $df = 10+10-2 = 18$

$= t_{0.025,18}$ (เปิดตารางค่า *t* ในภาคผนวก)

$= 2.1$

(4). สรุปผลการทดสอบ

t_{cal} (1.82) < t_{crit} (2.1) ; ยอมรับ H_0 แสดงว่าข้อมูล 2 ชุด มีค่าเฉลี่ยแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติหรือไม่แตกต่างกันนั่นเอง

จากผลการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (*t*-test) ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดสูตร 0-52-34 ระหว่างการย่อยตัวอย่างโดยกำหนดอุณหภูมิและระยะเวลาที่แน่นอน (ทรีทเมนต์) เลือกทรีทเมนต์จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุดมา 1 ทรีทเมนต์ (D_{200},T_{50}) นำมาเปรียบเทียบกับการย่อยโดยการใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency) ที่ประเมินความใช้ได้ของการย่อยโดยพิจารณาจากลักษณะความหนืด สี และปริมาณของตัวอย่าง พบว่าค่าเฉลี่ยของปริมาฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของการย่อยทั้งสองวิธีแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติหรือแตกต่างกันนั่นเอง โดยปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ที่ย่อยโดยใช้ความชำนาญในการพิจารณา มีค่าสูงกว่าปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ที่ย่อยโดยทรีทเมนต์ที่ดีที่สุดจากการทดลองที่ทราบอุณหภูมิและระยะเวลาในการย่อยที่แน่นอน โดยในการย่อยตัวอย่างปุ๋ยของวิธีวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของกลุ่มวิจัยเกษตรเคมี ย่อยโดยใช้อุณหภูมิสูงกว่า 300°C และ fix อุณหภูมิไว้ที่ระดับเดียว เวลาที่ใช้ในการย่อยเมื่อพิจารณาความใช้ได้ของการย่อยแต่ละตัวอย่างจากลักษณะความหนืด สี และ ปริมาณ จะใช้เวลาไม่เท่ากัน ดังนั้นผู้วิเคราะห์จึงต้องมีประสบการณ์และความชำนาญในการวิเคราะห์เป็นอย่างมากเพื่อลดความเสี่ยงต่อ

การวิเคราะห์ผิดพลาด แต่เราสามารถตรวจสอบการสูญหาย (loss) ของปริมาณฟอสฟอรัสที่เกิดจากย่อยได้ จากสูตร ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total-P_2O_5) = ปริมาณฟอสเฟตที่ละลายน้ำ (Water Soluble P_2O_5) + ปริมาณฟอสเฟตที่ละลายในสารละลายซิเตรท (Citrate Soluble P_2O_5) +ปริมาณฟอสเฟตที่ไม่ละลายในสารละลายซิเตรท (Citrate Insoluble P_2O_5) จากคุณสมบัติของปุ๋ยเกล็ดคือสามารถละลายน้ำได้ง่าย เพราะฉะนั้นปริมาณฟอสฟอรัส (P) หรือฟอสเฟต (P_2O_5) ส่วนใหญ่จึงอยู่ในรูปที่ละลายน้ำได้ (Water Soluble P_2O_5) เกือบทั้งหมด สามารถนำหลักการนี้มาตรวจสอบการสูญหายของธาตุฟอสฟอรัสจากการย่อยได้ ในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดเดียวกันที่ผสมคลุกเคล้ากันดีแล้วเมื่อนำมาวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total-P_2O_5) และวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่ละลายน้ำ (Water Soluble P_2O_5) หากปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (Total-P_2O_5) มีค่าน้อยกว่า ปริมาณฟอสเฟตที่ละลายน้ำ (Water Soluble P_2O_5) ให้สันนิษฐานว่าอาจเกิดการสูญหาย (loss) ของธาตุฟอสฟอรัสในขั้นตอนการย่อยตัวอย่าง ในการทดลองที่ใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 300°C และกำหนดเวลาที่แน่นอนในการย่อย (ทรีทเมนต์) ตัวอย่างเริ่มไหม้ จึงทดลองได้ถึงแค่อุณหภูมิ 300°C ภายใน 60 นาที หากทดลองในอุณหภูมิสูงกว่านี้อาจเกิดอันตรายได้

ส่วนผลการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยจากผลการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (*t*-test) ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต ใช้ปุ๋ย Superphosphate สูตร 0-20-0 ระหว่างการย่อยตัวอย่างโดยกำหนดอุณหภูมิและระยะเวลาที่แน่นอน (ทรีทเมนต์) เลือกทรีทเมนต์จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุดมา 1 ทรีทเมนต์ (D_{150},T_{60}) นำมาเปรียบเทียบกับการย่อยโดยการใช้ความประสบการณ์ความชำนาญ (competency) พบว่าค่าเฉลี่ยของปริมาฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของการย่อยทั้งวิธีแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติหรือไม่แตกต่างกันนั่นเอง

จากผลการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (*t*-test) ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Rock phosphate) สูตร 0-3-0 ระหว่างการย่อยตัวอย่างโดยกำหนดอุณหภูมิและระยะเวลาที่แน่นอน (ทรีทเมนต์) เลือกทรีทเมนต์จากช่วงที่ให้ผลดีที่สุดมา 1 ทรีทเมนต์ (D_{150},T_{60}) นำมาเปรียบเทียบกับการย่อยโดยการใช้ความประสบการณ์ความชำนาญ (competency) พบว่าค่าเฉลี่ยของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของการย่อยทั้งวิธีแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติหรือไม่แตกต่างกันนั่นเอง

<u>จากข้อมูลผลการทดลองทั้งหมดสรุปผลได้ดังนี้</u>

- ปุ๋ยเกล็ดสูตร 0-52-34 จากผลการวิเคราะห์ตัวอย่างพบว่าทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดคือช่วงทรีทเมนต์ D_{200},T_{10} - D_{200},T_{50} (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 10-50 นาที) ทำให้ผลวิเคราะห์มีความเที่ยง (precision) เมื่อพิจารณาจาก %RSD เป็นช่วงต่ำที่สุด 0.42-0.65% และมีความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) เมื่อพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) อยู่ในช่วง 98.59-99.66% และปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) โดยเฉลี่ยมีค่าสูงกว่าช่วงทรีทเมนต์อื่นอยู่ที่ 51.2-51.4%

- ปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) ใช้ปุ๋ย Superphosphate สูตร 0-20-0 ในการทดลอง จากผลการวิเคราะห์ตัวอย่างพบว่าทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดคือช่วงทรีทเมนต์ D_{150},T_{10} –D_{150},T_{60} (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 10-60 นาที) จะเห็นว่าทรีทเมนต์ $D_{100}T_{10}$-$D_{250}T_{60}$ (อุณหภูมิ 100 - 250°c) เป็นช่วงที่ผลวิเคราะห์มี %RSD ต่ำ แสดงว่าเป็นช่วงของอุณหภูมิและระยะในการย่อยที่ทำให้ผลวิเคราะห์มีความเที่ยง (precision) ส่วนค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) ตั้งแต่ทรีทเมนต์ $D_{100}T_{10}$-$D_{300}T_{60}$ (อุณหภูมิ 100 -300°c) ให้ผลอยู่ในช่วง 93.94-97.02% ยังไม่ผ่านเกณฑ์ ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของตัวอย่างที่มีค่าโดยเฉลี่ยสูงที่สุดเป็นช่วงทรีทเมนต์ $D_{150}T_{10}$- $D_{150}T_{60}$ (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 10-60 นาที)

- ปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) จากผลการวิเคราะห์ตัวอย่างพบว่าทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดคือช่วงทรีทเมนต์ $D_{150}T_{40}$- $D_{150}T_{60}$ (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 40-60 นาที) ทำให้ผลวิเคราะห์มีความเที่ยง (precision) เมื่อพิจารณาจาก %RSD อยู่ในช่วง 0.52-0.76% และมีความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) เมื่อพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) อยู่ในช่วง 98.14-101.32% และปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) โดยเฉลี่ยมีค่าสูงกว่าช่วงทรีทเมนต์อื่นอยู่ที่ 32.4-32.5%

9. สรุปผลการทดลอง

ในการศึกษาอิทธิพลของระดับความร้อน (อุณหภูมิ) และระยะเวลาในการย่อย ที่มีผลต่อปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดและปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) การทดลองในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ดใช้ปุ๋ยเชิงประกอบสูตร 0-52-34 ตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Rock Phosphate) ใช้ ปุ๋ย Superphosphate สูตร 0-20-0 และตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) โดยตรงสูตร 0-3-0

นำตัวอย่างปุ๋ยที่จะทำการทดลองมาทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneity) เมื่อผ่านแล้วนำมาทดสอบการย่อยโดยระดับความร้อนและระยะเวลาต่างๆ ซึ่งกำหนดเป็นแต่ละทรีทเมนต์ ผลการทดลองพบว่า

- ปุ๋ยเกล็ดสูตร 0-52-34 พบว่าทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดคือช่วงทรีทเมนต์ D_{200},T_{10} - D_{200},T_{50} (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 10-50 นาที) ทำให้ผลวิเคราะห์มีความเที่ยง (precision) เมื่อพิจารณาจาก %RSD เป็นช่วงต่ำที่สุด 0.42-0.65% และมีความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) เมื่อพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) อยู่ในช่วง 98.59-99.66% และปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) โดยเฉลี่ยมีค่าสูงกว่าช่วงทรีทเมนต์อื่นอยู่ที่ 51.2-51.4%

- ปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) ใช้ปุ๋ย Superphosphate สูตร 0-20-0 ในการทดลองพบว่าทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดคือช่วงทรีทเมนต์ D_{150},T_{10} –D_{150},T_{60} (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 150° C เป็นเวลา 10-60 นาที) จะเห็นว่าทรีทเมนต์ $D_{100}T_{10}$-$D_{250}T_{60}$ (การย่อยโดยอุณหภูมิ 100 -250°c เป็นเวลา

10-60 นาที) เป็นช่วงที่ผลวิเคราะห์มี %RSD ต่ำเป็นช่วงกว้างอยู่ที่ 0.29-0.82% แสดงว่าเป็นช่วงของอุณหภูมิและระยะในการย่อยที่ทำให้ผลวิเคราะห์มีความเที่ยง (precision) ส่วนค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) ตั้งแต่ทรีทเมนต์ $D_{100}T_{10}$- $D_{300}T_{60}$ (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 100-300°c เป็นเวลา 10-60 นาที) ให้ผลอยู่ในช่วง 93.94-97.02% ยังไม่ผ่านเกณฑ์ เมื่อพิจารณาปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ของตัวอย่างพบว่าทรีทเมนต์ที่มีค่าโดยเฉลี่ยสูงที่สุดเป็นช่วงทรีทเมนต์ $D_{150}T_{10}$- $D_{150}T_{60}$ (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 10-60 นาที)

- ปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) จากผลการวิเคราะห์ตัวอย่างพบว่าทรีทเมนต์ที่ให้ผลดีที่สุดคือช่วงทรีทเมนต์ $D_{150}T_{40}$- $D_{150}T_{60}$ (การย่อยตัวอย่างโดยใช้อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 40-60 นาที) ทำให้ผลวิเคราะห์มีความเที่ยง (precision) เมื่อพิจารณาจาก %RSD อยู่ในช่วง 0.52-0.76% และมีความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) เมื่อพิจารณาจากค่าคืนกลับ (%Recovery) ของวัสดุอ้างอิงรับรอง (CRM) อยู่ในช่วง 98.14-101.32% และปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) โดยเฉลี่ยมีค่าสูงกว่าช่วงทรีทเมนต์อื่นอยู่ที่ 32.4-32.5%

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

ทำให้ทราบถึงระดับความร้อน (อุณหภูมิ) และระยะเวลาในการย่อยตัวอย่างที่ทำให้ผลวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ยที่มีลักษณะเกล็ด ตัวอย่างปุ๋ยที่ทำมาจากแร่ และปุ๋ยที่เป็นแร่โดยตรง ที่มีผลทำให้ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (T-P_2O_5) ที่ได้จากการวิเคราะห์ตัวอย่างลักษณะดังกล่าวมีความเที่ยง (Precision) และความถูกต้องแม่นยำ (Accuracy) มากที่สุดเมื่อกำหนดอุณหภูมิและระยะเวลาที่แน่นอน โดยไม่ใช้ประสบการณ์ความชำนาญ (competency) ในการพิจารณาความใช้ได้ของการย่อยตัวอย่าง (พิจารณาจากลักษณะความหนืด สี และปริมาณ ทีละตัวอย่าง)

11. เอกสารอ้างอิง

กรมวิชาการเกษตร สำนักวิจัยพัฒนาปัจจัยการผลิตทางการเกษตร กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี. 2551. คู่มือวิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี. กรุงเทพฯ.

กรมพัฒนาที่ดิน. 2555. ข้อดีและข้อเสีย ของการใช้ปุ๋ยทางใบ (ปุ๋ยน้ำและปุ๋ยเกล็ด) . KM LDD Blog . ศูนย์สารสนเทศ กรมพัฒนาที่ดิน กรุงเทพฯ. Available Source :http://sql.ldd.go.th /KMBlog/Content.aspx?BlogID=101. January 30, 2015.

มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ คณะเกษตร ภาควิชาปฐพี. 2544. ปฐพีวิทยาเบื้องต้น. พิมพ์ครั้งที่ 9. สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ.

นีระนารถ แจ้งทอง และ วรรณภา ตันยืนยงค์. 2555. การประกันคุณภาพผลการวิเคราะห์ทดสอบ. เอกสารประกอบการฝึกอบรม วันที่ 29-30 พฤษภาคม 2555. กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี. กรุงเทพฯ

สายชล สินสมบูรณ์ทอง. 2546. สถิติกับการวางแผนการทดลองทางการเกษตร. พิมพ์ครั้งที่ 3. คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, กรุงเทพฯ.

อุมาพร สุขม่วง และ จันทรัตน์ วรสรรพวิทย์. 2550. สถิติสำหรับงานวิเคราะห์ทดสอบและวิจัย. เอกสารประกอบการฝึกอบรม วันที่ 25-26 มิถุนายน 2550. กลุ่มวิจัยเกษตรเคมี. กรุงเทพฯ.

ยงยุทธ โอสถสภา อรรถศิษฐ์ วงศ์มณีโรจน์ และ ชวลิต ฮงประยูร. 2554. ปุ๋ยเพื่อการเกษตรยั่งยืน. พิมพ์ครั้งที่ 2. สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ.

Horwitz, W. (ed.). 2012. Official Method of Analysis of AOAC International. 19th Ed. part 955.04 . AOAC International Inc., Gaithersberg, MD.

The National Institute of Agro-environmental Sciences. 1987. Official Methods of Analysis of Fertilizers. Foundation Norin Kosaikai, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken. 130 pp.

FAMIC. 2013. Testing Methods For Fertilizers (2013). Incorporated Administrative Agency Food and Agricultural Materrial Inspection Center. Available Source https://www. famic.go.jp /ffis/ fert/ obj/ TestingMethodsForFertilizers2013.pdf. October 11, 2014.

AOAC. 2002. AOAC Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals. Available Source. http://www. aoac.org/ imis15_prod/AOAC_Docs/StandardsDevelopment/SLV_Guidelines_Dietary_Supplements.pdf. February 17, 2015.

ตารางที่ 12 แสดงข้อมูลผลวิเคราะห์ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) ในแต่ละทรีทเมนต์ในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ด

Treatment	Rep1	Rep2	Rep3	Rep4	Rep5	Rep6	Rep7	Rep8	Rep9	Rep10	%TP_2O_5 $(\bar{x})$	SD	%RSD	CRM	%Recovery
T50D10	50.16	47.61	48.25	48.93	50.32	51.36	50.37	50.17	49.79	51.67	49.86	1.28	2.57	47.29	90.77
T100D10	51.13	51.86	51.12	51.29	51.15	51.47	50.82	51.20	51.65	51.11	51.28	0.30	0.59	47.70	91.55
T150D10	51.41	51.12	49.97	50.27	47.15	46.85	49.29	48.88	48.40	50.10	49.34	1.54	3.13	49.83	95.64
T200D10	51.21	51.06	51.10	51.28	51.36	50.98	51.35	51.35	51.36	51.75	51.28	0.22	0.42	50.39	96.72
T250D10	51.10	51.34	51.10	51.19	50.89	51.27	50.78	50.58	50.52	52.58	51.14	0.58	0.59	50.85	97.59
T300D10	51.61	50.44	52.36	51.32	51.28	51.06	51.22	49.94	50.54	51.83	51.16	0.71	1.39	51.08	98.04
T50D20	49.99	50.06	50.64	50.42	50.12	48.32	49.87	49.32	49.27	48.74	49.67	0.74	1.50	50.97	97.84
T100D20	50.35	51.26	51.27	51.00	51.12	50.88	50.71	51.10	51.82	51.85	51.13	0.46	0.90	48.89	93.84
T150D20	48.02	47.65	46.20	48.99	50.85	49.65	48.30	50.79	50.77	50.74	49.20	1.63	3.31	51.19	98.26
T200D20	51.50	51.10	51.26	51.20	51.36	51.43	51.08	51.38	51.33	51.35	51.30	0.14	0.27	50.78	97.47
T250D20	51.96	51.05	50.49	50.74	50.82	51.12	49.47	50.98	51.15	49.78	50.76	0.71	1.40	48.70	93.48
T300D20	51.54	49.22	52.22	50.27	51.06	52.59	51.30	51.33	51.02	51.12	51.17	0.94	1.83	51.14	98.16
T50D30	49.22	49.99	49.03	50.22	50.66	50.62	50.39	49.53	48.31	49.92	49.79	0.76	1.53	50.94	97.78
T100D30	51.66	51.60	51.46	51.24	50.43	51.13	51.43	51.20	51.32	50.65	51.21	0.39	0.77	51.29	98.45
T150D30	50.90	48.71	49.17	49.27	49.73	48.29	48.99	50.62	49.49	49.52	49.47	0.80	1.62	51.43	98.71
T200D30	51.14	51.23	51.18	51.26	51.11	51.11	51.19	51.19	50.96	51.36	51.17	0.11	0.21	51.41	98.68
T250D30	50.37	51.04	51.03	51.29	53.43	50.82	50.78	50.17	50.75	50.81	51.05	0.89	1.75	51.38	98.62
T300D30	51.13	51.06	51.31	51.04	51.15	51.42	51.28	51.04	51.25	51.30	51.20	0.13	0.26	51.43	98.71
T50D40	50.40	51.94	50.22	50.85	50.03	51.18	51.43	51.53	50.95	51.29	50.98	0.61	1.20	51.36	98.59

T100D40	50.15	48.13	49.70	48.58	46.75	49.34	49.33	48.64	48.55	49.25	48.84	0.95	1.31	51.63	99.11
T150D40	50.88	50.62	51.05	50.91	51.19	50.21	50.83	52.25	50.93	51.30	51.02	0.53	0.63	51.92	99.66
T200D40	51.42	51.08	50.90	51.37	51.77	51.33	51.21	51.32	51.20	51.01	51.26	0.24	0.48	51.92	99.65
T250D40	51.19	49.69	51.35	51.03	51.57	51.24	52.33	49.05	49.53	51.77	50.88	1.08	2.12	51.60	99.05
T300D40	50.97	50.75	52.46	52.35	50.15	51.43	50.78	51.14	51.63	52.88	51.45	0.87	1.70	51.84	99.50
T50D50	51.73	51.12	50.14	50.13	50.71	51.87	51.34	51.05	51.17	50.91	51.02	0.58	1.14	51.74	99.30
T100D50	49.57	49.69	46.78	48.93	50.47	47.24	49.25	49.71	48.50	49.69	48.98	1.17	2.38	51.04	97.97
T150D50	51.09	50.89	51.13	50.89	53.11	50.35	51.05	51.36	47.59	51.45	50.89	1.36	1.49	51.49	98.83
T200D50	51.25	51.90	51.22	51.79	51.25	51.54	51.54	50.90	50.95	51.20	51.35	0.33	0.65	50.44	96.81
T250D50	51.18	51.15	51.13	50.83	51.39	51.06	51.04	50.92	50.25	51.01	51.00	0.30	0.31	51.59	99.02
T300D50	51.01	51.11	51.08	51.43	51.20	51.43	51.26	51.26	50.98	51.50	51.23	0.18	0.36	51.39	98.63
T50D60	51.30	51.29	49.63	50.40	50.82	51.13	51.51	50.96	50.64	49.29	50.70	0.74	1.45	52.34	100.47
T100D60	48.91	47.69	47.54	49.25	47.55	49.10	49.84	47.56	48.99	48.79	48.52	0.85	1.76	52.23	100.24
T150D60	50.81	51.41	51.33	51.14	51.12	51.38	51.38	50.97	51.09	51.16	51.18	0.20	0.38	51.82	99.47
T200D60	51.35	51.19	51.03	50.70	51.24	50.85	51.19	51.20	51.26	50.56	51.06	0.27	0.52	48.73	93.52
T250D60	50.90	51.16	51.37	51.44	51.84	51.29	51.04	51.11	50.98	50.71	51.18	0.32	0.63	52.57	100.90
T300D60	51.61	51.63	51.46	51.50	51.15	51.46	51.07	50.75	51.11	50.79	51.25	0.33	0.64	50.88	97.65

ตารางที่ 13 แสดงข้อมูลตรวจสอบ Outliers โดยใช้สถิติทดสอบ Grubb 's test ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ยเกล็ด

	G_{cal}										ข้อมูลที่ตรวจสอบ outliers (ตัด) แล้ว		
Treatment	Rep1	Rep2	Rep3	Rep4	Rep5	Rep6	Rep7	Rep8	Rep9	Rep10	%TP_2O_5 $(\bar{x})$	SD	%RSD
T50D10	0.23	1.76	1.26	0.73	0.36	1.17	0.40	0.24	0.05	1.41	49.86	1.28	2.57
T100D10	0.49	1.93	0.53	0.03	0.43	0.64	1.53	0.26	1.20	0.56	51.28	0.30	0.59
T150D10	1.34	1.15	0.41	0.60	1.43	1.62	0.04	0.30	0.61	0.49	49.34	1.54	3.13
T200D10	0.32	1.00	0.82	0.01	0.38	1.41	0.30	0.31	0.38	2.18	51.28	0.22	0.42
T250D10	0.06	0.36	0.06	0.10	0.43	0.24	0.62	0.95	1.06	2.49	50.97	0.30	0.59
T300D10	0.63	1.02	1.69	0.22	0.16	0.13	0.08	1.71	0.87	0.95	51.16	0.71	1.39
T50D20	0.43	0.52	1.30	1.01	0.60	1.82	0.26	0.48	0.55	1.26	49.67	0.74	1.50
T100D20	1.72	0.26	0.30	0.30	0.04	0.55	0.92	0.09	1.48	1.56	51.13	0.46	0.90
T150D20	0.72	0.95	1.84	0.13	1.01	0.28	0.55	0.98	0.97	0.94	49.20	1.63	3.31
T200D20	1.45	1.46	0.28	0.73	0.47	0.95	1.58	0.59	0.23	0.35	51.30	0.14	0.27
T250D20	1.69	0.41	0.38	0.02	0.09	0.51	1.81	0.32	0.56	1.37	50.76	0.71	1.40
T300D20	0.40	2.07	1.12	0.95	0.12	1.51	0.14	0.17	0.15	0.05	51.17	0.94	1.83

T50D30	0.75	0.26	1.00	0.57	1.14	1.09	0.79	0.34	1.95	0.18	49.79	0.76	1.53
T100D30	1.14	0.97	0.63	0.06	1.98	0.21	0.54	0.03	0.28	1.42	51.21	0.39	0.77
T150D30	1.79	0.95	0.37	0.25	0.32	1.47	0.60	1.44	0.03	0.06	49.47	0.80	1.62
T200D30	0.30	0.52	0.09	0.82	0.60	0.60	0.16	0.18	2.03	1.75	51.17	0.11	0.21
T250D30	0.76	0.01	0.02	0.27	2.66	0.26	0.30	0.98	0.33	0.27	51.05	0.89	1.75
T300D30	0.49	1.03	0.84	1.21	0.37	1.67	0.61	1.21	0.40	0.78	51.20	0.13	0.26

Gcal (ต่อ)

Treatment	Rep1	Rep2	Rep3	Rep4	Rep5	Rep6	Rep7	Rep8	Rep9	Rep10	$\%TP_2O_5$ $(\bar{x})$	SD	%RSD
T50D40	0.95	1.56	1.24	0.21	1.55	0.32	0.73	0.89	0.05	0.50	50.98	0.61	1.20
T100D40	1.37	0.75	0.90	0.27	2.20	0.52	0.51	0.21	0.31	0.43	49.07	0.64	1.31
T150D40	0.26	0.75	0.06	0.21	0.33	1.53	0.35	2.33	0.16	0.53	50.88	0.32	0.63
T200D40	0.63	0.74	1.47	0.46	2.10	0.27	0.23	0.25	0.27	1.02	51.26	0.24	0.48
T250D40	0.29	1.10	0.44	0.15	0.65	0.34	1.35	1.70	1.25	0.83	50.88	1.08	2.12
T300D40	0.55	0.81	1.15	1.03	1.50	0.03	0.77	0.35	0.20	1.64	51.45	0.87	1.70
T50D50	1.23	0.17	1.51	1.53	0.53	1.47	0.56	0.06	0.26	0.19	51.02	0.58	1.14
T100D50	0.51	0.60	1.89	0.04	1.27	1.49	0.23	0.62	0.42	0.60	48.98	1.17	2.38
T150D50	0.15	0.00	0.17	0.00	1.63	0.40	0.12	0.35	2.42	0.41	51.26	0.76	1.49
T200D50	0.31	1.65	0.40	1.32	0.32	0.56	0.56	1.36	1.22	0.47	51.35	0.33	0.65

T250D50	0.61	0.50	0.45	0.54	1.30	0.20	0.13	0.24	2.46	0.05	51.08	0.16	0.31
T300D50	1.20	0.63	0.80	1.11	0.14	1.11	0.21	0.19	1.33	1.48	51.23	0.18	0.36
T50D60	0.83	0.81	1.45	0.41	0.16	0.59	1.10	0.36	0.08	1.91	50.70	0.74	1.45
T100D60	0.45	0.97	1.15	0.85	1.14	0.68	1.54	1.13	0.55	0.31	48.52	0.85	1.76
T150D60	1.88	1.18	0.75	0.18	0.29	1.01	1.01	1.06	0.45	0.09	51.18	0.20	0.38
T200D60	1.12	0.51	0.10	1.32	0.68	0.79	0.50	0.53	0.76	1.88	51.06	0.27	0.52
T250D60	0.90	0.07	0.59	0.80	2.06	0.32	0.46	0.22	0.63	1.48	51.18	0.32	0.63
T300D60	1.11	1.16	0.65	0.75	0.33	0.64	0.57	1.55	0.44	1.42	51.25	0.33	0.64

หมายเหตุ : Grubb' s test ($G_{crit\ (0.05,10)}$= 2.18) ถ้า $G_{cal} > G_{crit}$ เป็น Outliers ต้องตัดทิ้ง

ตารางที่ 14 แสดงข้อมูลผลวิเคราะห์ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด(%TP_2O_5) ในแต่ละทรีทเมนต์ในตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต Super Phosphate : สูตร 0-20-0

Treatment	Rep1	Rep2	Rep3	Rep4	Rep5	Rep6	Rep7	Rep8	Rep9	Rep10	%TP_2O_5 $(\bar{x})$	SD	%RSD	CRM	%Recovery
$D_{100}T_{10}$	22.84	22.97	22.99	22.67	22.81	22.77	22.89	22.69	22.70	23.08	22.84	0.14	0.61	18.43	95.28
$D_{100}T_{20}$	22.77	22.95	22.98	22.94	22.79	22.82	23.00	22.95	22.83	22.94	22.90	0.08	0.37	18.17	93.97
$D_{100}T_{30}$	22.77	22.70	22.79	23.09	22.93	22.99	22.67	22.85	22.88	23.01	22.87	0.14	0.60	18.48	95.54
$D_{100}T_{40}$	23.15	22.94	23.23	23.31	22.92	22.73	23.14	23.14	22.83	23.17	23.06	0.19	0.82	18.76	97.02
$D_{100}T_{50}$	23.16	23.08	23.13	23.03	23.08	23.25	22.93	16.60	23.33	23.19	22.48	2.07	9.20	18.40	95.14
$D_{100}T_{60}$	23.11	23.17	23.01	23.04	23.22	22.98	23.22	23.01	23.25	23.29	23.13	0.12	0.50	18.46	95.44
$D_{150}T_{10}$	23.15	22.90	23.17	23.09	23.19	23.15	22.99	22.97	23.14	22.97	23.07	0.10	0.45	18.54	95.84
$D_{150}T_{20}$	23.11	23.01	22.70	23.06	23.01	23.07	23.35	23.34	23.03	23.08	23.08	0.18	0.79	18.52	95.77

$D_{150}T_{30}$	23.07	23.01	22.98	22.99	23.19	23.13	23.26	23.13	23.09	22.91	23.08	0.11	0.46	18.72	96.79
$D_{150}T_{40}$	22.93	23.09	22.86	23.13	23.09	23.00	22.96	23.10	23.19	23.21	23.06	0.12	0.50	18.17	93.94
$D_{150}T_{50}$	23.01	23.06	23.10	22.99	23.48	22.92	22.91	23.07	22.81	23.19	23.05	0.18	0.79	18.70	96.68
$D_{150}T_{60}$	23.18	23.06	23.25	23.04	22.90	22.90	23.14	23.08	22.96	23.22	23.07	0.13	0.55	18.59	96.12
$D_{200}T_{10}$	23.04	23.03	22.98	22.65	22.82	23.08	22.98	23.13	23.08	23.28	23.01	0.17	0.74	18.37	95.00
$D_{200}T_{20}$	22.74	23.02	22.80	22.78	22.78	22.80	23.03	22.93	22.79	22.80	22.85	0.10	0.46	18.40	95.15
$D_{200}T_{30}$	22.77	23.10	22.89	22.67	22.99	22.98	22.34	22.83	23.14	22.89	22.86	0.23	1.01	18.31	94.66
$D_{200}T_{40}$	22.78	22.93	22.73	22.59	22.81	22.87	22.85	22.79	22.89	22.83	22.81	0.09	0.42	18.42	95.24
$D_{200}T_{50}$	22.11	23.00	22.86	22.90	22.77	22.70	22.90	23.12	22.86	22.80	22.80	0.27	1.19	18.39	95.11
$D_{200}T_{60}$	22.93	22.93	22.92	22.66	23.01	23.11	22.83	23.00	22.69	22.76	22.88	0.15	0.64	18.46	95.43
$D_{250}T_{10}$	23.00	23.24	22.98	22.99	23.01	23.00	22.89	23.25	23.16	23.09	23.06	0.12	0.52	18.20	94.12
$D_{250}T_{20}$	23.09	23.06	23.04	23.20	23.04	23.03	22.90	23.05	22.95	23.08	23.05	0.08	0.35	18.47	95.48
$D_{250}T_{30}$	22.90	23.05	22.99	22.82	22.99	22.96	23.01	22.92	22.94	22.90	22.95	0.07	0.29	18.41	95.19
$D_{250}T_{40}$	23.09	22.85	22.79	22.69	22.89	23.05	22.96	22.78	23.00	23.00	22.91	0.13	0.58	18.35	94.89
$D_{250}T_{50}$	22.99	22.96	23.03	22.98	22.90	23.07	22.81	22.75	22.79	22.91	22.92	0.11	0.47	18.60	96.18
$D_{250}T_{60}$	22.99	23.02	23.25	22.97	22.98	22.44	23.05	23.02	23.01	22.98	22.97	0.20	0.88	18.54	95.87
$D_{300}T_{10}$	22.93	22.73	23.06	23.21	22.93	22.88	22.96	23.09	22.79	22.86	22.94	0.15	0.64	18.19	94.07
$D_{300}T_{20}$	22.97	22.99	22.89	22.82	22.94	23.17	22.94	22.87	22.94	22.84	22.94	0.10	0.43	18.55	95.90
$D_{300}T_{30}$	22.87	22.62	22.94	22.90	22.97	23.41	22.52	22.62	22.83	23.18	22.89	0.27	1.17	18.47	95.48

$D_{300}T_{40}$	19.60	22.71	22.75	21.64	22.86	20.20	22.80	22.80	22.77	22.73	22.09	1.22	5.50	18.29	94.56
$D_{300}T_{50}$	22.38	25.77	22.74	22.73	22.91	22.86	22.67	22.89	22.67	22.67	23.03	0.97	4.23	18.20	94.12
$D_{300}T_{60}$	22.62	22.76	22.59	23.02	21.35	22.69	22.75	22.63	22.78	22.79	22.60	0.46	2.01	18.19	94.06

ตารางที่ 15 แสดงข้อมูลตรวจสอบ Outliers โดยใช้สถิติทดสอบ Grubb 's test ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ยที่ผลิตจากหินฟอสเฟต SuperPhosphate : สูตร 0-20-0

Treatme	G_{cal}	ข้อมูลที่ตรวจสอบ outliers (ตัด) แล้ว

nt	Rep1	Rep2	Rep3	Rep4	Rep5	Rep6	Rep7	Rep8	Rep9	Rep10	%TP_2O_5 $(\bar{x})$	SD	%RSD
$D_{100}T_{10}$	0.02	0.92	1.02	1.23	0.26	0.52	0.37	1.05	1.00	1.73	22.84	0.14	0.61
$D_{100}T_{20}$	1.48	0.66	1.02	0.48	1.25	0.89	1.20	0.61	0.84	0.48	22.90	0.08	0.37
$D_{100}T_{30}$	0.70	1.23	0.54	1.57	0.47	0.89	1.45	0.12	0.07	1.04	22.87	0.14	0.60
$D_{100}T_{40}$	0.47	0.63	0.94	1.36	0.73	1.72	0.45	0.42	1.18	0.62	23.06	0.19	0.82
$D_{100}T_{50}$	0.33	0.29	0.31	0.27	0.29	0.37	0.22	2.84	0.41	0.34	23.13	0.12	0.52
$D_{100}T_{60}$	0.16	0.35	1.06	0.78	0.81	1.31	0.79	1.05	1.00	1.42	23.14	0.12	0.50
$D_{150}T_{10}$	0.75	1.70	0.93	0.21	1.12	0.74	0.73	0.98	0.64	0.97	23.07	0.10	0.45
$D_{150}T_{20}$	0.18	0.39	2.06	0.07	0.37	0.05	1.51	1.45	0.22	0.03	23.08	0.18	0.79
$D_{150}T_{30}$	0.05	0.64	0.90	0.81	1.07	0.52	1.73	0.54	0.07	1.55	23.08	0.11	0.46
$D_{150}T_{40}$	1.10	0.29	1.67	0.65	0.30	0.51	0.86	0.36	1.17	1.38	23.06	0.12	0.50
$D_{150}T_{50}$	0.23	0.05	0.23	0.34	2.32	0.74	0.78	0.07	1.31	0.73	23.01	0.11	0.49
$D_{150}T_{60}$	0.87	0.13	1.41	0.25	1.35	1.40	0.54	0.04	0.89	1.16	23.07	0.13	0.55
$D_{200}T_{10}$	0.18	0.14	0.15	2.08	1.09	0.42	0.15	0.72	0.42	1.59	23.01	0.17	0.74
$D_{200}T_{20}$	1.02	1.62	0.40	0.62	0.64	0.48	1.76	0.76	0.57	0.42	22.85	0.10	0.46
$D_{200}T_{30}$	0.38	1.03	0.12	0.81	0.58	0.51	2.25	0.12	1.19	0.13	22.92	0.15	0.65
$D_{200}T_{40}$	0.25	1.30	0.82	2.25	0.01	0.67	0.50	0.21	0.84	0.22	22.83	0.06	0.27
$D_{200}T_{50}$	2.56	0.73	0.20	0.35	0.10	0.38	0.38	1.18	0.23	0.02	22.88	0.12	0.55

$D_{200}T_{60}$	0.32	0.33	0.26	1.54	0.84	1.56	0.37	0.78	1.31	0.87	22.88	0.15	0.64
$D_{250}T_{10}$	0.54	1.52	0.64	0.60	0.39	0.53	1.44	1.54	0.84	0.22	23.06	0.12	0.52
$D_{250}T_{20}$	0.56	0.21	0.06	1.94	0.10	0.15	1.76	0.08	1.22	0.49	23.05	0.08	0.35
$D_{250}T_{30}$	0.76	1.50	0.68	1.87	0.69	0.13	0.97	0.43	0.15	0.75	22.95	0.07	0.29
$D_{250}T_{40}$	1.35	0.45	0.93	1.68	0.18	1.06	0.39	0.98	0.71	0.71	22.91	0.13	0.58
$D_{250}T_{50}$	0.66	0.39	1.02	0.58	0.16	1.41	1.02	1.57	1.22	0.10	22.92	0.11	0.47
$D_{250}T_{60}$	0.10	0.23	1.40	0.02	0.02	2.60	0.39	0.22	0.20	0.05	23.03	0.09	0.41
$D_{300}T_{10}$	0.08	1.49	0.80	1.85	0.09	0.46	0.09	1.03	1.05	0.57	22.94	0.15	0.64
$D_{300}T_{20}$	0.33	0.59	0.49	1.19	0.00	2.34	0.01	0.66	0.04	0.98	22.91	0.06	0.26
$D_{300}T_{30}$	0.05	1.01	0.21	0.05	0.31	1.94	1.36	0.98	0.22	1.10	22.89	0.27	1.17
$D_{300}T_{40}$	2.05	0.51	0.55	0.36	0.63	1.55	0.59	0.59	0.57	0.53	22.09	1.22	5.50
$D_{300}T_{50}$	0.66	2.81	0.30	0.31	0.12	0.18	0.37	0.14	0.37	0.37	22.73	0.16	0.70
$D_{300}T_{60}$	0.04	0.35	0.01	0.93	2.74	0.19	0.33	0.07	0.40	0.43	22.74	0.13	0.57

หมายเหตุ : Grubb' s test ($G_{crit\ (0.05,10)}$= 2.18) ถ้า $G_{cal} > G_{crit}$ เป็น Outliers ต้องตัดทิ้ง

ตารางที่ 16 แสดงข้อมูลผลวิเคราะห์ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) ในแต่ละทรีทเมนต์ในตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) : สูตร 0-3-0

Treatment	Rep1	Rep2	Rep3	Rep4	Rep5	Rep6	Rep7	Rep8	Rep9	Rep10	%TP_2O_5 $(\bar{x})$	SD	%RSD	CRM	%Recovery
$D_{100}T_{10}$	32.65	31.97	32.77	32.89	32.03	32.33	32.47	33.14	32.45	32.56	32.52	0.36	0.61	32.77	99.36
$D_{100}T_{20}$	32.58	32.51	32.15	32.47	32.35	32.40	32.44	32.41	32.65	31.87	32.38	0.23	0.37	32.44	98.37
$D_{100}T_{30}$	31.99	31.98	32.55	32.33	32.05	32.40	32.21	31.92	31.73	32.61	32.18	0.29	0.60	32.21	97.67
$D_{100}T_{40}$	31.95	31.91	31.91	32.38	31.72	32.00	31.84	31.66	31.91	31.45	31.87	0.24	0.82	31.91	96.77
$D_{100}T_{50}$	32.08	32.63	31.68	31.90	31.59	31.76	31.93	31.83	32.30	32.55	32.02	0.36	0.52	31.93	96.81
$D_{100}T_{60}$	32.00	31.98	31.60	31.60	31.58	31.64	31.80	32.11	31.78	30.65	31.67	0.41	0.50	31.64	95.95
$D_{150}T_{10}$	32.37	31.72	32.50	32.11	32.07	32.27	32.11	32.09	32.17	32.02	32.14	0.21	0.45	32.25	97.78
$D_{150}T_{20}$	32.34	32.08	32.35	31.80	32.07	31.65	32.15	31.51	32.72	32.41	32.11	0.37	0.79	32.10	97.33
$D_{150}T_{30}$	32.61	32.15	31.70	32.54	33.15	32.28	32.06	32.15	31.72	32.00	32.23	0.44	0.46	31.46	95.40
$D_{150}T_{40}$	32.49	32.62	32.64	32.53	32.49	32.89	32.76	32.12	32.23	32.49	32.53	0.23	0.50	32.83	99.55
$D_{150}T_{50}$	32.19	32.14	32.55	32.20	32.91	32.47	32.48	32.73	32.70	32.09	32.45	0.28	0.49	33.41	101.32
$D_{150}T_{60}$	32.64	32.43	32.56	32.64	32.57	32.45	32.44	32.53	32.91	32.26	32.54	0.17	0.55	32.37	98.14
$D_{200}T_{10}$	32.28	31.69	31.55	31.16	31.16	31.57	31.93	31.61	31.48	31.45	31.59	0.33	0.74	32.04	97.16
$D_{200}T_{20}$	31.60	31.52	31.46	31.69	31.42	31.58	31.52	31.80	31.77	31.48	31.58	0.13	0.46	31.70	96.13
$D_{200}T_{30}$	31.89	32.10	31.74	31.92	32.01	31.57	31.71	31.82	32.10	31.29	31.81	0.25	0.65	31.25	94.76
$D_{200}T_{40}$	31.68	31.92	32.20	31.45	32.28	31.42	32.57	31.57	31.36	31.36	31.78	0.44	0.27	31.58	95.76

$D_{200}T_{50}$	31.69	32.58	31.79	32.42	31.51	31.95	32.20	32.24	32.13	31.24	31.97	0.42	0.55	31.48	95.44
$D_{200}T_{60}$	31.57	31.98	31.41	32.08	31.69	32.15	32.13	31.87	31.59	31.61	31.81	0.27	0.64	32.50	98.55
$D_{250}T_{10}$	30.14	32.15	32.20	32.22	31.89	32.25	32.38	31.85	31.97	32.16	31.92	0.65	0.52	32.35	98.08
$D_{250}T_{20}$	32.27	32.34	32.38	32.51	32.09	31.78	32.15	32.25	31.88	32.03	32.17	0.23	0.35	32.49	98.52
$D_{250}T_{30}$	32.17	32.23	32.86	32.36	31.72	32.34	32.39	32.33	32.13	32.22	32.27	0.28	0.29	32.30	97.94
$D_{250}T_{40}$	32.21	32.28	32.19	32.44	32.12	32.55	32.35	32.29	32.36	32.08	32.29	0.15	0.58	32.17	97.55
$D_{250}T_{50}$	32.44	33.37	32.65	32.43	32.38	32.37	32.00	32.17	32.37	32.45	32.46	0.36	0.47	32.25	97.80
$D_{250}T_{60}$	32.24	32.21	32.14	32.40	32.14	32.27	32.06	32.27	32.48	32.42	32.26	0.14	0.41	32.70	99.15
$D_{300}T_{10}$	32.00	31.92	32.29	31.89	31.88	32.29	31.56	31.43	32.11	31.76	31.91	0.28	0.64	32.44	98.36
$D_{300}T_{20}$	31.95	32.37	31.51	32.55	31.50	32.14	32.36	32.06	32.11	31.87	32.04	0.35	0.26	31.53	95.62
$D_{300}T_{30}$	32.02	31.80	32.42	32.64	31.82	32.33	32.05	32.03	31.95	32.24	32.13	0.27	1.17	31.90	96.74
$D_{300}T_{40}$	24.50	28.24	31.51	32.03	32.04	31.89	32.27	31.59	31.96	32.21	30.82	2.52	5.50	5.62	17.05
$D_{300}T_{50}$	30.87	31.57	31.48	32.14	31.77	32.15	31.63	32.31	32.25	32.07	31.82	0.45	0.70	31.80	96.43
$D_{300}T_{60}$	16.41	31.88	32.11	31.86	31.74	31.72	31.79	31.89	32.21	32.39	30.40	4.92	0.57	32.01	97.07

ตารางที่ 17 แสดงข้อมูลตรวจสอบ Outliers โดยใช้สถิติทดสอบ Grubb 's test ของปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด (%TP_2O_5) ในตัวอย่างปุ๋ยหินฟอสเฟต (Phosphate Rock) : สูตร 0-3-0

Treatment	G_{cal}										ข้อมูลที่ตรวจสอบ outliers (ตัด) แล้ว		
	Rep1	Rep2	Rep3	Rep4	Rep5	Rep6	Rep7	Rep8	Rep9	Rep10	%TP_2O_5 $(\bar{x})$	SD	%RSD
$D_{100}T_{10}$	0.35	1.52	0.68	0.99	1.37	0.55	0.15	1.69	0.21	0.10	32.52	0.36	1.12
$D_{100}T_{20}$	0.89	0.57	1.01	0.36	0.16	0.08	0.27	0.10	1.18	2.28	32.44	0.14	0.44
$D_{100}T_{30}$	0.65	0.67	1.30	0.53	0.43	0.76	0.12	0.89	1.55	1.48	32.18	0.29	0.90
$D_{100}T_{40}$	0.32	0.14	0.17	2.08	0.63	0.52	0.15	0.86	0.15	1.75	31.87	0.24	0.77
$D_{100}T_{50}$	0.15	1.69	0.96	0.35	1.21	0.73	0.26	0.55	0.76	1.46	32.02	0.38	1.17
$D_{100}T_{60}$	0.80	0.75	0.19	0.18	0.23	0.07	0.32	1.06	0.27	2.52	31.79	0.20	0.63
$D_{150}T_{10}$	1.08	2.02	1.68	0.15	0.34	0.61	0.15	0.25	0.13	0.59	32.14	0.21	0.66

$D_{150}T_{20}$	0.63	0.08	0.64	0.83	0.09	1.22	0.12	1.62	1.65	0.80	32.11	0.37	1.16
$D_{150}T_{30}$	0.85	0.19	1.22	0.69	2.09	0.11	0.40	0.20	1.18	0.54	32.23	0.44	1.36
$D_{150}T_{40}$	0.18	0.42	0.53	0.00	0.16	1.59	1.05	1.77	1.30	0.17	32.53	0.23	0.70
$D_{150}T_{50}$	0.92	1.07	0.37	0.86	1.64	0.08	0.12	1.00	0.90	1.26	32.45	0.25	0.76
$D_{150}T_{60}$	0.55	0.67	0.10	0.57	0.17	0.52	0.61	0.08	2.14	1.64	32.54	0.17	0.52
$D_{200}T_{10}$	2.07	0.30	0.12	1.27	1.29	0.05	1.02	0.08	0.32	0.41	31.59	0.33	1.06
$D_{200}T_{20}$	0.11	0.50	0.93	0.80	1.28	0.01	0.47	1.67	1.39	0.80	31.58	0.13	0.41
$D_{200}T_{30}$	0.29	1.13	0.31	0.42	0.79	0.95	0.42	0.04	1.13	2.10	31.81	0.26	0.83
$D_{200}T_{40}$	0.23	0.31	0.95	0.76	1.15	0.82	1.81	0.49	0.96	0.96	31.78	0.45	1.41
$D_{200}T_{50}$	0.68	1.44	0.43	1.06	1.11	0.07	0.53	0.64	0.37	1.76	31.97	0.43	1.35
$D_{200}T_{60}$	0.88	0.63	1.48	1.01	0.45	1.29	1.21	0.23	0.82	0.74	31.81	0.27	0.84
$D_{250}T_{10}$	2.75	0.35	0.43	0.47	0.04	0.50	0.71	0.12	0.08	0.37	32.12	0.18	0.55
$D_{250}T_{20}$	0.45	0.75	0.93	1.50	0.36	1.72	0.06	0.36	1.25	0.60	32.17	0.23	0.71
$D_{250}T_{30}$	0.37	0.15	2.08	0.29	1.97	0.23	0.40	0.18	0.50	0.20	32.27	0.28	0.88
$D_{250}T_{40}$	0.51	0.06	0.67	1.06	1.16	1.80	0.46	0.01	0.53	1.45	32.29	0.15	0.45
$D_{250}T_{50}$	0.06	2.50	0.52	0.11	0.24	0.25	1.28	0.80	0.25	0.03	32.36	0.18	0.57
$D_{250}T_{60}$	0.19	0.36	0.90	1.03	0.90	0.05	1.53	0.08	1.59	1.14	32.26	0.12	0.38
$D_{300}T_{10}$	0.32	0.02	1.35	0.06	0.13	1.33	1.25	1.71	0.69	0.54	31.91	0.28	0.89

$D_{300}T_{20}$	0.27	0.95	1.53	1.45	1.56	0.28	0.91	0.06	0.19	0.48	32.04	0.37	1.15
$D_{300}T_{30}$	0.40	1.21	1.06	1.88	1.15	0.74	0.29	0.37	0.68	0.42	32.13	0.27	0.84
$D_{300}T_{40}$	2.51	1.02	0.27	0.48	0.48	0.42	0.57	0.30	0.45	0.55	31.53	1.26	3.99
$D_{300}T_{50}$	2.12	0.57	0.76	0.70	0.12	0.73	0.43	1.08	0.94	0.56	31.82	0.47	1.46
$D_{300}T_{60}$	2.84	0.30	0.35	0.30	0.27	0.27	0.28	0.30	0.37	0.40	31.95	0.23	0.73

หมายเหตุ : Grubb' s test ($G_{crit\ (0.05,10)}$= 2.18) ถ้า $G_{cal} > G_{crit}$ เป็น Outliers ต้องตัดทิ้ง