

ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์

เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี

พ.ศ. ๒๕๕๙

อาศัยอำนาจตามความในมาตรา ๓๔ (๔) แห่งพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. ๒๕๑๘ ซึ่งแก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ ๒) พ.ศ. ๒๕๕๐ รัฐมนตรีว่าการกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ โดยคำแนะนำของคณะกรรมการปุ๋ยออกประกาศไว้ ดังต่อไปนี้

ข้อ ๑ ประกาศนี้เรียกว่า “ประกาศกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เรื่อง กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี พ.ศ. ๒๕๕๙”

ข้อ ๒ ประกาศนี้ให้ใช้บังคับตั้งแต่วันถัดจากวันประกาศในราชกิจจานุเบกษาเป็นต้นไป

ข้อ ๓ กำหนดให้กรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีแนบท้ายประกาศนี้ เป็นกรรมวิธีการวิเคราะห์ตรวจสอบตัวอย่างปุ๋ยเคมี ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. ๒๕๑๘ ซึ่งแก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ ๒) พ.ศ. ๒๕๕๐

ประกาศ ณ วันที่ ๒๕ พฤศจิกายน พ.ศ. ๒๕๕๙

พลเอก ฉัตรชัย สาริกัลยะ

รัฐมนตรีว่าการกระทรวงเกษตรและสหกรณ์

กำหนดกรรมวิธีการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี
ตามพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. ๒๕๑๘
แก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติปุ๋ย (ฉบับที่ ๒) พ.ศ. ๒๕๕๐

สารบัญ

1.01.01	การเตรียมตัวอย่าง	1
1.02.01	ความเป็นกรด – ต่าง.....	2
1.03.01	ความถ่วงจำเพาะ.....	3
1.04.01	ความชื้น.....	4
1.05.01	ไนโตรเจนทั้งหมด KJELDAHL METHOD.....	5
1.05.02	ไนโตรเจนทั้งหมด COMBUSTION METHOD.....	9
1.06.01	แอมโมเนียมไนโตรเจน MAGNESIUM OXIDE METHOD	11
1.07.01	ไนเตรทไนโตรเจน DEVARDA METHOD.....	14
1.08.01	ยูเรียไนโตรเจน KJELDAHL METHOD FOR NITRATE FREE	18
1.09.01	ฟอสฟอรัสทั้งหมด SPECTROPHOTOMETRIC MOLYBDOVANADOPHOSPHATE METHOD.....	22
1.10.01	ฟอสฟอรัสที่ไม่ละลายในสารละลายแอมโมเนียมซีเตรท ฟอสฟอรัสที่ละลายน้ำ.....	25
	SPECTROPHOTOMETRIC MOLYBDOVANADOPHOSPHATE METHOD	
1.11.01	ฟอสฟอรัสที่เป็นประโยชน์ INDIRECT METHOD	29
1.12.01	โพแทสเซียมที่ละลายน้ำ FLAME PHOTOMETRIC METHOD.....	30
1.12.02	โพแทสเซียมที่ละลายน้ำ INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD.....	32
1.13.01	แคลเซียมทั้งหมด INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD.....	34
1.13.02	แคลเซียมทั้งหมด ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD.....	37
1.14.01	แมกนีเซียมทั้งหมด INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD.....	40
1.14.02	แมกนีเซียมทั้งหมด ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD	43
1.15.01	กำมะถันทั้งหมด INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD.....	46
1.15.02	กำมะถันทั้งหมด TURBIDIMETRIC METHOD.....	48
1.16.01	เหล็กทั้งหมด INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD	51
1.16.02	เหล็กทั้งหมด ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD.....	53
1.17.01	สังกะสีทั้งหมด INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD	55
1.17.02	สังกะสีทั้งหมด ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD	57
1.18.01	แมงกานีสทั้งหมด INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD	59
1.18.02	แมงกานีสทั้งหมด ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD.....	61
1.19.01	ทองแดงทั้งหมด INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD.....	63
1.19.02	ทองแดงทั้งหมด ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD.....	65

1.20.01 โคบอลต์ทั้งหมด	INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD	67
1.20.02 โคบอลต์ทั้งหมด	ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC METHOD	69
1.21.01 โบรอน	INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD	71
1.21.02 โบรอน	AZOMETHINE H METHOD	73
1.22.01 โมลิบดีนัม	INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD	76
1.22.02 โมลิบดีนัม	SODIUM THIOCYANATE METHOD	78
1.23.01 โซเดียม	FLAME PHOTOMETRIC METHOD	81
1.23.02 โซเดียม	INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROSCOPIC METHOD	83
1.24.01 คลอไรด์	ARGENTOMETRIC METHOD	85
1.25.01 ไบยูเรต	COPPER COMPLEX METHOD	88
1.26.01 ขนาดเม็ดปุ๋ย	DRY SIEVING METHOD	90
1.27.01 ความละเอียดของอนุภาคปุ๋ย	WET SIEVING METHOD	91
1.28.01 อินทรีย์วัตถุ อินทรีย์คาร์บอน	WALKLEY AND BLACK METHOD	92
เอกสารอ้างอิง		95
รูปแบบรายงานผลการทดสอบ		96

การเตรียมตัวอย่าง

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เตรียมตัวอย่างปุ๋ยเคมีไม่เหลวเพื่อการวิเคราะห์

2. หลักการ

เตรียมตัวอย่าง โดยการแบ่ง และบดให้ได้ขนาดเล็กกว่า 0.85 มิลลิเมตร หรือสามารถผ่านตะแกรงร่อนขนาด No.20 เพื่อใช้เป็นตัวแทนของตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- โกร่ง (Mortar)
- เครื่องบดตัวอย่าง หรือเครื่องมือใดๆที่ใช้บดตัวอย่าง เพื่อให้มีความละเอียดที่สามารถผ่านตะแกรงร่อน No. 20 ได้
- ตะแกรงร่อน No. 20 ตามมาตรฐาน ASTM หรือเทียบเท่า
- ภาชนะบรรจุทำด้วยพลาสติก แก้ว หรือวัสดุอื่นใดไม่ถูกกัดกร่อน และสามารถปิดสนิท
- อุปกรณ์แบ่งตัวอย่าง ได้แก่ Riffle หรือ Sample divider หรือ อุปกรณ์สำหรับแบ่ง 4 ส่วน (Cone and quartering)

3.2 สารเคมี

-

4. วิธีการ

- 4.1 คลุกเคล้าตัวอย่างทั้งหมดให้เข้ากันดี และใช้อุปกรณ์สำหรับแบ่งตัวอย่างให้ได้น้ำหนักประมาณ 250 กรัม
- 4.2 บดตัวอย่างด้วยเครื่องบดตัวอย่างหรือโกร่ง ให้มีความละเอียดที่สามารถผ่านตะแกรงร่อน No. 20 ได้
หมายเหตุ ยูเรีย แอมโมเนียมซัลเฟต แคลเซียมไนเตรท แมกนีเซียมไนเตรท แคลเซียมแมกนีเซียมไนเตรท หรือตัวอย่างอื่นใดที่อาจสูญเสียธาตุอาหารในขณะบด อาจไม่จำเป็นต้องผ่านขั้นตอนการบดตัวอย่าง

5. คำนวณ

-

6. รายงานผลการวิเคราะห์

-

ความเป็นกรด – ต่าง

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาค่าความเป็นกรด – ต่าง (pH) ในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วัดความเข้มข้นของไฮโดรเจนไอออนในสารละลายปุ๋ยเคมี หรือปุ๋ยเคมีเหลว ในรูปของค่า pH

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- pH – meter
- เครื่องชั่งทศนิยมอย่างน้อย 2 ตำแหน่ง

3.2 สารเคมี

- สารละลายบัฟเฟอร์ (Buffer) สำหรับปรับเทียบ (Calibrate) pH – meter

4. วิธีการ

4.1 ทำการปรับเทียบ pH – meter ด้วย สารละลายบัฟเฟอร์ ตามวิธีการที่ระบุในคู่มือ pH – meter ที่ใช้

4.2 ชั่งตัวอย่างจำนวน 10 กรัม ใส่ปิกรอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 20 มิลลิลิตร (อัตราส่วนของปุ๋ยต่อน้ำ 1:2) แล้วคนด้วยแท่งแก้ว ตั้งทิ้งไว้ประมาณครึ่งชั่วโมง ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นปุ๋ยเคมีเหลวให้เทตัวอย่างปริมาณ 40 มิลลิลิตร ใส่ปิกรอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร

4.3 ทำการวัดค่าความเป็นกรด-ต่าง (pH) ด้วย pH – meter โดยนำอิเล็กโทรด (Electrode) จุ่มลงในสารละลายตัวอย่าง เมื่อตัวเลขที่แสดงผลคงที่ อ่านค่าความเป็นกรด-ต่าง และบันทึกผล

5. คำนวณ

-

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

ความถ่วงจำเพาะ

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาค่าความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity) ของปุ๋ยเคมีเหลว

2. หลักการ

วัดค่าความหนาแน่นของปุ๋ยเคมีเหลวเทียบกับความหนาแน่นของน้ำโดยใช้ไฮโดรมิเตอร์ (Hydrometer)

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
- ไฮโดรมิเตอร์ (Hydrometer)
- กระบอกตวงขนาด 250 มิลลิลิตร

3.2 สารเคมี

-

4. วิธีการ

- 4.1 เขย่าตัวอย่างให้เข้ากันดี และเทลงในกระบอกตวงให้ได้ปริมาณไม่ต่ำกว่า 250 มิลลิลิตร
- 4.2 นำไฮโดรมิเตอร์จุ่มลงในตัวอย่าง จนกระทั่งหยุดนิ่งให้อ่านค่าความหนาแน่นที่ขีดบอกระดับของไฮโดรมิเตอร์โดยดูขีดของไฮโดรมิเตอร์ ให้ตรงกับระดับของตัวอย่าง
- 4.3 วัดอุณหภูมิของตัวอย่างด้วยเทอร์โมมิเตอร์

5. คำนวณ

-

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง และระบุอุณหภูมิในหน่วยองศาเซลเซียส

ความชื้น

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาความชื้นในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณความชื้นในปุ๋ย โดย Oven - drying method ที่สภาวะอุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- ตู้อบ (Hot air oven)
- โถดูดความชื้น (Desiccator)
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

-

4. วิธีการ

4.1 ชั่งตัวอย่างที่ยังไม่บดจำนวน 5.0000 กรัม ใส่ขวดชั่งสาร (Weighing bottle) หรือ ปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร บันทึกน้ำหนักไว้ นำตัวอย่างไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง หรือจนน้ำหนักคงที่โดยพิจารณาการเปลี่ยนแปลงจากทศนิยมตำแหน่งที่ 2

4.2 นำตัวอย่างออกมาใส่โถดูดความชื้น ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วชั่งน้ำหนัก

5. คำนวณ

$$\% \text{ ความชื้น} = \frac{(\text{น้ำหนักตัวอย่างก่อนอบ} - \text{น้ำหนักตัวอย่างหลังอบ})}{\text{น้ำหนักตัวอย่างก่อนอบ}} \times 100$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

ไนโตรเจนทั้งหมด Kjeldahl Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในตัวอย่างปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

ย่อยตัวอย่างปุ๋ยด้วยกรดซัลฟูริก (Sulfuric acid) เข้มข้น กรดซาลิไซลิก (Salicylic acid) และโซเดียมไธโอซัลเฟต (Sodium thiosulphate) โดยมีโพแทสเซียมซัลเฟต (Potassium sulfate) และคอปเปอร์ซัลเฟต (Copper sulfate) เป็นสารเร่งปฏิกิริยา แล้วนำไปกลั่นด้วยด่าง โดยใช้กรดบอริก (Boric acid) ดักจับแอมโมเนีย วิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนโดยไตเตรทสารละลายกรดบอริกที่มีแอมโมเนีย (Ammonia) ละลายอยู่ด้วยสารละลายกรดเกลือมาตรฐาน (Hydrochloric acid)

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Kjeldahl digestion and distillation apparatus
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- ตู้อบ (Hot air oven)
- โถดูดความชื้น (Desiccator)
- บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Boric acid (H_3BO_3), AR grade
- Copper sulfate ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), AR grade
- Ethyl alcohol 90 - 95% (C_2H_5OH), AR grade
- Hydrochloric acid 36 -38% (HCl), AR grade
- Methyl red, AR grade
- Methylene blue, AR grade
- Potassium sulfate (K_2SO_4), AR grade
- Salicylic acid [$C_6H_4(OH).COOH$], AR grade
- Sodium carbonate (Anhydrous Na_2CO_3), AR grade
- Sodium hydroxide (NaOH), Commercial grade หรือ AR grade

- Sodium thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), AR grade
- Sulfuric acid 93 - 98% (H_2SO_4), AR grade
- Zinc granular, AR grade
- สารละลายมาตรฐานไฮโดรคลอริก (HCl) 1 นอร์มอล

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลายกรดบอริก 4%

ชั่งกรดบอริก จำนวน 40 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 500 มิลลิลิตร นำไปต้มจนละลายหมด เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

4.1.2 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 50 %

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ จำนวน 500 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 800 มิลลิลิตร โดยทำการละลายให้หมดในตู้ดูดควัน เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

หมายเหตุ เตรียมให้มีความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไป

4.1.3 สารละลาย Mixed indicator

4.1.3.1 ชั่งเมทิลเรด จำนวน 0.20 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 200 มิลลิลิตร เติเมทานอล 90 - 95% ปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.3.2 ชั่งเมทิลินบลู จำนวน 0.10 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 200 มิลลิลิตร เติเมทานอล 90 - 95% ปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.3.3 นำสารละลายข้อ 4.1.3.1 และ 4.1.3.2 มาเทรวมกัน คนให้เข้ากัน

4.1.4 Mixed catalyst

ผสมคอปเปอร์ซัลเฟต และโพแทสเซียมซัลเฟต ในอัตราส่วน 1 : 9 โดยน้ำหนัก

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล

นำกรดไฮโดรคลอริก (36 - 38% HCl) จำนวน 86 มิลลิลิตร หรือสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 1 นอร์มอล จำนวน 1000 มิลลิลิตร (1 Ampoule for 1000 ml) ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 5000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล (Standardization)

4.2.2.1 ชั่งโซเดียมคาร์บอเนต ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จำนวน 0.2xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร

4.2.2.2 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร หยดสารละลาย Mixed indicator 2 - 3 หยด จะได้สารละลายสีเขียวอ่อน

4.2.2.3 นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล จนถึงจุดยุติ จะได้สารละลายสีชมพูวุ่น บันทึกผล คำนวณหาความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก ตามสูตร

$$N(HCl) = \frac{\text{น้ำหนักของ } Na_2CO_3(g) \times 1000}{52.99 \times \text{ปริมาตร HCl (ml)}}$$

$$52.99 = \text{สมมูลของ } Na_2CO_3$$

4.3 วิธีวิเคราะห์

- 4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx-2.xxxx กรัม ใส่ Kjeldahl flask ขนาด 800 มิลลิลิตร
- 4.3.2 เติมกรดซัลฟิวริก จำนวน 2 กรัม เติมกรดซัลฟูริก (93 - 98% H₂SO₄) ปริมาณ 40 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 30 นาที และโซเดียมไฮโอซัลเฟต จำนวน 5 กรัม
- 4.3.3 นำไปตั้งบนเตาสำหรับย่อยตัวอย่าง ทำการย่อยตัวอย่างโดยใช้ไฟปานกลาง จนกระทั่งได้สารละลายสีน้ำตาล ปิดไฟ และตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
- 4.3.4 เติม Mixed catalyst จำนวน 10 กรัม และทำการย่อยอีกครั้งจนได้สารละลายสีเขียวใส ปิดไฟทิ้งไว้ให้เย็น
- 4.3.5 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 350 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 100 มิลลิลิตร และ Zinc granular จำนวน 5 กรัม
- 4.3.6 นำ Kjeldahl flask ต่อกับเครื่องกลั่น โดยให้ปลายเครื่องกลั่นจุ่มอยู่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร ที่บรรจุสารละลายกรดบอริกปริมาณ 100 มิลลิลิตร และสารละลาย Mixed indicator ปริมาณ 4 - 5 หยด
- 4.3.7 ทำการกลั่นจนได้ปริมาตรของสารละลายใน Erlenmeyer flask ข้อ 4.3.6 ปริมาณ 350 มิลลิลิตร
- 4.3.8 นำสารละลายที่ได้ไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล บันทึกผล
- 4.3.9 ทำแบลงค์ (Blank) โดยไม่ใส่ตัวอย่าง และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับตัวอย่าง

5. คำนวณ

$$\%Total N = \frac{N(HCl) \times \{ml(HCl) - ml(Blank)\} \times 14.0067 \times 100}{wt. of sample(g) \times 1000}$$

$$14.0067 = \text{น้ำหนักอะตอมของไนโตรเจน}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

หมายเหตุ : กรณีใช้กรดซัลฟูริกกรองรับ โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการไทเทรต และเมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์

1. การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

1.1 สารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1 นอร์มอล

นำกรดซัลฟูริก (93 - 98% H_2SO_4) จำนวน 27.5 มิลลิลิตร เทใส่ขวดวัดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

1.2 เมทิลเรดิอินดิเคเตอร์

ละลายเมทิลเรดิ 1 กรัม ด้วยเอทานอล 90 - 95% จำนวน 200 มิลลิลิตรคนให้เข้ากัน

1.3 ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์

ละลายฟีนอล์ฟทาลีน 1 กรัม ด้วยเอทานอล 90 - 95% จำนวน 100 มิลลิลิตรคนให้เข้ากัน

2. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

2.1 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 นอร์มอล

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, 99% AR grade) จำนวน 40 กรัม ในน้ำกลั่น คนให้เข้ากัน ปริมาตรให้ได้ 1000 มิลลิลิตร (เก็บในภาชนะพลาสติก)

2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Standardization)

ชั่งโพแทสเซียมไฮโดรเจนแทเลต (Potassium hydrogen phthalate : KHP, $KHC_8H_4O_4$) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นใน Desiccator จำนวน 5.xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน หยดสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 2 - 3 หยด นำไปไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนถึงจุดยุติ สารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพูอ่อน บันทึกผล คำนวณหาความเข้มข้นจากสูตร

$$\text{สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (นอร์มอล)} = \frac{M}{204.23 \times (V / 1000)}$$

โดยที่

$$\begin{aligned} M &= \text{น้ำหนักโพแทสเซียมไฮโดรเจนแทเลต (กรัม)} \\ V &= \text{ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (มิลลิลิตร)} \\ 204.23 &= \text{น้ำหนักโมเลกุล KHP} \end{aligned}$$

ไนโตรเจนทั้งหมด Combustion Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในตัวอย่างปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดด้วยวิธีการเผาที่อุณหภูมิสูง (Combustion method) โดยการเผาตัวอย่างเพื่อเปลี่ยนสารประกอบไนโตรเจนทั้งหมดเป็นแก๊สไนโตรเจน และวัดปริมาณแก๊สไนโตรเจนที่เกิดขึ้น เปรียบเทียบกับสารมาตรฐานไนโตรเจน

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Combustion Instrument
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- ซูโครส (Sucrose)
- สารมาตรฐาน EDTA (Ethylene diamine tetraacetic acid)
- แก๊สออกซิเจน ชนิดบริสุทธิ์ 99.7% หรือมากกว่า
- แก๊สฮีเลียม ชนิดบริสุทธิ์ 99.999% หรือมากกว่า

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมกราฟมาตรฐานไนโตรเจน

นำสารมาตรฐาน EDTA มาชั่งน้ำหนัก อย่างน้อย 6 จุด ครอบคลุมปริมาณไนโตรเจนที่มีในตัวอย่าง เพื่อใช้เป็น Working standard เติมซูโครสไม่น้อยกว่า 0.5 เท่าของน้ำหนักทั้งหมด ใส่ Tin foil หรืออุปกรณ์ใส่ตัวอย่างสำหรับเผา นำสารมาตรฐานใส่ช่องใส่ตัวอย่างเพื่อเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิสูง สร้างกราฟมาตรฐาน

4.2 วิธีวิเคราะห์

4.2.1 กรณีที่เป็นของแข็ง

ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.05xx - 0.1xxx กรัม เติมซูโครสไม่น้อยกว่า 0.5 เท่าของน้ำหนักทั้งหมด ใส่ Tin foil หรืออุปกรณ์ใส่ตัวอย่างสำหรับเผา นำตัวอย่างใส่ช่องใส่ตัวอย่างเพื่อเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิสูง และบันทึกความเข้มข้นของไนโตรเจนทั้งหมด (%)

4.2.2 กรณีที่เป็นของเหลว

ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.05xx - 0.1xxx กรัม ใส่ Tin capsule หรืออุปกรณ์สำหรับใส่ตัวอย่างสำหรับเผา นำตัวอย่างใส่ช่องใส่ตัวอย่างเพื่อเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิสูง และบันทึกความเข้มข้นของไนโตรเจนทั้งหมด (%)

5. คำนวณ

-

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

แมกนีเซียมไนโตรเจน Magnesium Oxide Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณแมกนีเซียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณแมกนีเซียมไนโตรเจน โดยการกลั่นด้วยแมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium oxide) และใช้กรดบอริกดักจับแอมโมเนีย (Ammonia) แล้วไตเตรทสารละลายกรดบอริกที่มีแอมโมเนีย ละลายอยู่ด้วยสารละลายกรดเกลือมาตรฐาน

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Distillation apparatus
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- ตู้อบ (Hot air oven)
- โถดูดความชื้น (Desiccator)
- บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Boric acid (H_3BO_3), AR grade
- Ethyl alcohol 90 - 95% (C_2H_5OH), AR grade
- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Magnesium Oxide (MgO), AR grade
- Methyl red, AR grade
- Methylene blue, AR grade
- Pumice stone granular ขนาด 0.8 - 3 มิลลิเมตร
- Sodium carbonate (Na_2CO_3), AR grade
- สารละลายมาตรฐานไฮโดรคลอริก (HCl) 1 นอร์มอล

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลายกรดบอริก 4%

ชั่งกรดบอริก จำนวน 40 กรัม ใส่บีกเกอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 500 มิลลิลิตร นำไปต้มจนละลายหมด เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

4.1.2 สารละลาย Mixed indicator

4.1.2.1 ชั่งเมทิลเรด จำนวน 0.20 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 200 มิลลิลิตร เติมน้ำเอทานอล 90 - 95% ปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.2.2 ชั่งเมทิลินบลู จำนวน 0.10 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 200 มิลลิลิตร เติมน้ำเอทานอล 90 - 95% ปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.2.3 นำสารละลายข้อ 4.1.2.1 และ 4.1.2.2 มาเทรวมกัน คนให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล

นำกรดไฮโดรคลอริก (36 - 38% HCl) จำนวน 86 มิลลิลิตร หรือสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 1 นอร์มอล จำนวน 1000 มิลลิลิตร (1 Ampoule for 1000 ml) ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 5000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล (Standardization)

4.2.2.1 ชั่งโซเดียมคาร์บอเนต (anh. Na_2CO_3) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จำนวน 0.2xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร

4.2.2.2 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร หยดสารละลาย Mixed indicator 2 - 3 หยด จะได้สารละลายสีเขียวอ่อน

4.2.2.3 นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล จนถึงจุดยุติ จะได้สารละลายสีชมพู บันทึกลงผล คำนวณหาความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก ตามสูตร

$$N(\text{HCl}) = \frac{\text{น้ำหนักของ } \text{Na}_2\text{CO}_3(\text{g}) \times 1000}{52.99 \times \text{ปริมาตร HCl (ml)}}$$

$$52.99 = \text{สมมูลของ } \text{Na}_2\text{CO}_3$$

4.3 วิธีวิเคราะห์

4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx - 2.xxxx กรัม ใส่ Kjeldahl flask ขนาด 800 มิลลิลิตร เติมน้ำ Pumice stone จำนวน 3 กรัม

4.3.2 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 350 มิลลิลิตร แล้วเติม แมกนีเซียมออกไซด์ ประมาณ 2 - 5 กรัม

4.3.3 นำ Kjeldahl flask ต่อกับเครื่องกลั่น โดยให้ปลายเครื่องกลั่นจุ่มอยู่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร ที่บรรจุสารละลายกรดบอริกปริมาณ 100 มิลลิลิตร และสารละลาย Mixed indicator ปริมาณ 4 - 5 หยด

4.3.4 ทำการกลั่นจนได้ปริมาตรของสารละลายใน Erlenmeyer flask ปริมาณ 350 มิลลิลิตร

4.3.5 นำสารละลายที่ได้ไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล บันทึกลงผล

4.3.6 ทำแบลнк (Blank) โดยไม่ใส่ตัวอย่าง และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับตัวอย่าง

5. คำนวณ

$$\% \text{NH}_4\text{-N} = \frac{N(\text{HCl}) \times \{ \text{ml}(\text{HCl}) - \text{ml}(\text{Blank}) \} \times 14.0067 \times 100}{\text{wt. of sample (g)} \times 1000}$$

$$14.0067 = \text{น้ำหนักอะตอมของไนโตรเจน}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

หมายเหตุ : กรณีใช้กรดซัลฟิวริกกรองรับ โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการไตเตรท และเมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์

1. การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

1.1 สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 นอร์มอล

นำกรดซัลฟิวริก (93 - 98% H_2SO_4) จำนวน 27.5 มิลลิลิตร เทใส่ขวดวัดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

1.2 เมทิลเรดอินดิเคเตอร์

ละลายเมทิลเรด 1 กรัม ด้วยเอทานอล 90 - 95% จำนวน 200 มิลลิลิตรคนให้เข้ากัน

1.3 ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์

2. ละลายฟีนอล์ฟทาลีน 1 กรัม ด้วยเอทานอล 90 - 95% จำนวน 100 มิลลิลิตรคนให้เข้ากันการเตรียมสารละลายมาตรฐาน

2.1 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 นอร์มอล

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH , 99% AR grade) จำนวน 40 กรัม ในน้ำกลั่น คนให้เข้ากัน ปรับปริมาตรให้ได้ 1000 มิลลิลิตร (เก็บในภาชนะพลาสติก)

2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Standardization)

ชั่งโพแทสเซียมไฮดรเจนแทเลต (Potassium hydrogen phthalate: KHP, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นใน Desiccator จำนวน 5.xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน หยดสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 2 - 3 หยด นำไปไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนถึงจุดยุติ สารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพูอ่อน บันทึกผล คำนวณหาความเข้มข้นจากสูตร

$$\text{สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (นอร์มอล)} = \frac{M}{204.23 \times (V / 1000)}$$

โดยที่

$$M = \text{น้ำหนักโพแทสเซียมไฮดรเจนแทเลต (กรัม)}$$

$$V = \text{ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (มิลลิลิตร)}$$

$$204.23 = \text{น้ำหนักโมเลกุล KHP}$$

ไนเตรทไนโตรเจน Devarda Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณไนเตรทไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณไนเตรทไนโตรเจน โดย Reduction ไนเตรทไนโตรเจนให้เป็นแอมโมเนียด้วย Devarda alloy แล้วกลั่นด้วยด่าง โดยใช้กรดบอริกดักจับแอมโมเนีย (Ammonia) แล้วไตเตรทสารละลายกรดบอริกที่มีแอมโมเนียละลายอยู่ด้วยสารละลายกรดเกลือมาตรฐาน

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Distillation apparatus
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- โถดูดความชื้น (Desiccator)
- ตู้อบ (Hot air oven)
- บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Boric acid (H_3BO_3), AR grade
- Devarda alloy, AR grade
- Ethyl alcohol 90 - 95% ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), AR grade
- Hydrochloric acid 36 -38% (HCl), AR grade
- Magnesium Oxide (MgO), AR grade
- Methyl red, AR grade
- Methylene blue, AR grade
- Pumice stone granular ขนาด 0.8 - 3 มิลลิเมตร
- Sodium carbonate (Na_2CO_3), AR grade
- Sodium hydroxide (NaOH), Commercial grade หรือ AR grade
- สารละลายมาตรฐานไฮโดรคลอริก (HCl) 1 นอร์มอล

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลายกรดบอริก 4%

ชั่งกรดบอริก จำนวน 40 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 500 มิลลิลิตร นำไปต้มจนละลายหมด เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

4.1.2 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 50 %

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ จำนวน 500 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 800 มิลลิลิตร โดยทำการละลายให้หมดในตู้ดูดควัน เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

หมายเหตุ เตรียมให้มีความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไป

4.1.3 สารละลาย Mixed indicator

4.1.3.1 ชั่งเมทิลเรด จำนวน 0.20 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 200 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 90 - 95% ปริมาตร 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.3.2 ชั่งเมทิลินบลู จำนวน 0.10 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 200 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 90 - 95% ปริมาตร 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.3.3 นำสารละลายข้อ 4.1.3.1 และ 4.1.3.2 มาเทรวมกัน คนให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล

นำกรดไฮโดรคลอริก (36 - 38% HCl) จำนวน 86 มิลลิลิตร หรือสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 1 นอร์มอล จำนวน 1000 มิลลิลิตร (1 Ampoule for 1000 ml) ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 5000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล (Standardization)

4.2.2.1 ชั่งโซเดียมคาร์บอเนต (anh. Na_2CO_3) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จำนวน 0.2xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร

4.2.2.2 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร หยดสารละลาย Mixed indicator 2 - 3 หยด จะได้สารละลายสีเขียวอ่อน

4.2.2.3 นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล จนถึงจุดยุติ จะได้สารละลายสีชมพูม่วง บันทึกผล คำนวณหาความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก ตามสูตร

$$N(\text{HCl}) = \frac{\text{น้ำหนักของ } \text{Na}_2\text{CO}_3(\text{g}) \times 1000}{52.99 \times \text{ปริมาตร HCl (ml)}}$$

$$52.99 = \text{สมมูลของ } \text{Na}_2\text{CO}_3$$

4.3 วิธีวิเคราะห์

- 4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 2.xxxx กรัม ใส่ Kjeldahl flask ขนาด 800 มิลลิลิตร เติม Pumice stone จำนวน 3 กรัม
- 4.3.2 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 350 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 40 มิลลิลิตร หรือ แมกนีเซียมออกไซด์ 2 - 5 กรัม
- 4.3.3 นำ Kjeldahl flask ต่อกับเครื่องกลั่น โดยให้ปลายเครื่องกลั่นจุ่มอยู่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร ที่บรรจุสารละลายกรดบอริกปริมาณ 100 มิลลิลิตร และสารละลาย Mixed indicator ปริมาณ 4 - 5 หยด
- 4.3.4 ทำการกลั่นจนได้ปริมาตรของสารละลายใน Erlenmeyer flask ปริมาณ 350 มิลลิลิตร
- 4.3.5 นำ Kjeldahl flask ที่กลั่นแอมโมเนียออกมาแล้วจากข้อ 4.3.3 มาเติม Devarda alloy จำนวน 3 กรัม เติมน้ำกลั่นเพื่อล้างคอ Flask ปริมาณเล็กน้อย
- 4.3.6 ทำการกลั่นตามข้อ 4.3.3 - 4.3.4 โดยใช้ไฟในการกลั่นค่อนข้างอ่อน
- 4.3.7 นำสารละลายที่ได้ไปไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล บันทึกผล
- 4.3.8 ทำแบลงค์ (Blank) โดยไม่ใส่ตัวอย่าง และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับตัวอย่าง

5. คำนวณ

$$\% \text{NO}_3\text{-N} = \frac{N(\text{HCl}) \times \{ \text{ml}(\text{HCl}) - \text{ml}(\text{Blank}) \} \times 14.0067 \times 100}{\text{wt. of sample (g)} \times 1000}$$

$$14.0067 = \text{น้ำหนักอะตอมของไนโตรเจน}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

หมายเหตุ : กรณีใช้กรดซัลฟิวริกกรองรับ โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการไตเตรท และเมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์

1. การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

1.1 สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 นอร์มอล

นำกรดซัลฟิวริก (93 - 98% H_2SO_4) จำนวน 27.5 มิลลิลิตร เทใส่ขวดวัดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

1.2 เมทิลเรดอินดิเคเตอร์

ละลายเมทิลเรด 1 กรัม ด้วยเอทานอล 90 - 95% จำนวน 200 มิลลิลิตรคนให้เข้ากัน

1.3 ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์

2. ละลายฟีนอล์ฟทาลีน 1 กรัม ด้วยเอทานอล 90 - 95% จำนวน 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

2.1 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 นอร์มอล

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, 99% AR grade) จำนวน 40 กรัม ในน้ำกลั่น คนให้เข้ากัน ปรับปริมาตรให้ได้ 1000 มิลลิลิตร (เก็บในภาชนะพลาสติก)

2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Standardization)

ชั่งโพแทสเซียมไฮโดรเจนแทเลต (Potassium hydrogen phthalate: KHP, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นใน Desiccator จำนวน 5.xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน หยดสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 2 - 3 หยด นำไปไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนถึงจุดยุติ สารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพูอ่อน บันทึกผล คำนวณหาความเข้มข้นจากสูตร

$$\text{สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (นอร์มอล)} = \frac{M}{204.23 \times (V / 1000)}$$

โดยที่

M	=	น้ำหนักโพแทสเซียมไฮโดรเจนแทเลต (กรัม)
V	=	ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (มิลลิลิตร)
204.23	=	น้ำหนักโมเลกุล KHP

ยูเรียไนโตรเจน

Kjeldahl Method for Nitrate Free

.....□.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณยูเรียไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่ไม่มีไนเตรทเป็นองค์ประกอบ

2. หลักการ

หาปริมาณยูเรียไนโตรเจน โดยนำผลวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดมาหักลบแอมโมเนียมไนโตรเจน หรือ ด้วยผลรวมของผลวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนกับไนเตรทไนโตรเจน ??????

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Kjeldahl digestion and distillation apparatus
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- ตู้อบ (Hot air oven)
- โถดูดความชื้น (Desiccator)
- บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Boric acid (H_3BO_3), AR grade
- Copper sulfate ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), AR grade
- Devarda alloy, AR grade
- Ethyl alcohol 90 - 95% ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), AR grade
- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Methyl red, AR grade
- Methylene blue, AR grade
- Potassium sulfate (K_2SO_4), AR grade
- Pumice stone granular ขนาด 0.8 - 3 มิลลิเมตร
- Salicylic acid [$\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH}).\text{COOH}$], AR grade
- Sodium carbonate (Na_2CO_3), AR grade
- Sodium hydroxide (NaOH), Commercial grade หรือ AR grade
- Sodium thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), AR grade
- Sulfuric acid 93 - 98% (H_2SO_4), AR grade
- Zinc granular, AR grade
- สารละลายมาตรฐานไฮโดรคลอริก (HCl) 1 นอร์มอล

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลายกรดบอริก 4%

ชั่งกรดบอริก จำนวน 40 กรัม ใส่ในปิกรอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 500 มิลลิลิตร นำไปต้มจนละลายหมด เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

4.1.2 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 50 %

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ จำนวน 500 กรัม ใส่ในปิกรอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 800 มิลลิลิตร โดยทำการละลายให้หมดในตู้ดูดควัน เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

หมายเหตุ เตรียมให้มีความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไป

4.1.3 สารละลาย Mixed indicator

4.1.3.1 ชั่งเมทิลเรด จำนวน 0.20 กรัม ใส่ในปิกรอร์ขนาด 200 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 90 - 95% ปริมาตร 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.3.2 ชั่งเมทิลินบลู จำนวน 0.10 กรัม ใส่ในปิกรอร์ขนาด 200 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 90 - 95% ปริมาตร 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.3.3 นำสารละลายข้อ 4.1.3.1 และ 4.1.3.2 มาเทรวมกัน คนให้เข้ากัน

4.1.4 Mixed catalyst

ผสมคอปเปอร์ซัลเฟต และโพแทสเซียมซัลเฟต ในอัตราส่วน 1 : 9 โดยน้ำหนัก

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล

นำกรดไฮโดรคลอริก (36 - 38% HCl) จำนวน 86 มิลลิลิตร หรือสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 1 นอร์มอล จำนวน 1000 มิลลิลิตร (1 Ampoule for 1000 ml) ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 5000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล (Standardization)

4.2.2.1 ชั่งโซเดียมคาร์บอเนต (anh. Na_2CO_3) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จำนวน 0.2xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร

4.2.2.2 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร หยดสารละลาย Mixed indicator 2 - 3 หยด จะได้สารละลายสีเขียวอ่อน

4.2.2.3 นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล จนถึงจุดยุติ จะได้สารละลายสีชมพูม่วง บันทึกผล คำนวณหาความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก ตามสูตร

$$N(\text{HCl}) = \frac{\text{น้ำหนักของ } \text{Na}_2\text{CO}_3(\text{g}) \times 1000}{52.99 \times \text{ปริมาตร HCl (ml)}}$$

$$52.99 = \text{สมมูลของ } \text{Na}_2\text{CO}_3$$

4.3 วิธีวิเคราะห์

- 4.3.1 การวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด (1.05.01)
- 4.3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน (1.06.01)
- 4.3.3 การวิเคราะห์หาปริมาณไนเตรทไนโตรเจน (1.07.01)
- 4.3.4 การวิเคราะห์หาปริมาณยูเรียไนโตรเจน (เหมาะสมกับตัวอย่างที่ไม่มี NO_3^-) (1.08.01)
 - 4.3.4.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 2.0xxx กรัม ใส่ Kjeldahl flask ขนาด 800 มิลลิลิตร
 - 4.3.4.2 เติม Mixed catalyst จำนวน 10 กรัม
 - 4.3.4.3 เติม H_2SO_4 93 - 98% ปริมาณ 25 มิลลิลิตร
 - 4.3.4.4 นำไปตั้งบนเตาสำหรับย่อยตัวอย่าง ทำการย่อยตัวอย่างโดยใช้ไฟปานกลาง จนกระทั่งได้สารละลายสีเขียวใส ปิดไฟ และตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
 - 4.3.4.5 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 350 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 100 มิลลิลิตร และ Zinc granular จำนวน 5 กรัม
 - 4.3.4.6 นำ Kjeldahl flask ต่อกับเครื่องกลั่น โดยให้ปลายเครื่องกลั่นจุ่มอยู่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร ที่บรรจุสารละลายกรดบอริกปริมาณ 100 มิลลิลิตร และสารละลาย Mixed indicator ปริมาณ 4 - 5 หยด
 - 4.3.4.7 ทำการกลั่นจนได้ปริมาตรของสารละลายใน Erlenmeyer flask ข้อ 4.3.4.6 ปริมาณ 350 มิลลิลิตร
 - 4.3.4.8 นำสารละลายที่ได้ไปไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก 0.2 นอร์มอล บันทึกผล
 - 4.3.4.9 ทำแบลงค์ (Blank) โดยไม่ใส่ตัวอย่าง และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับตัวอย่าง

5. คำนวณ

$$5.1 \quad \% \text{Total N} = \frac{N(\text{HCl}) \times \{ \text{ml}(\text{HCl}) - \text{ml}(\text{Blank}) \} \times 14.0067 \times 100}{\text{wt. of sample (g)} \times 1000}$$

$$5.2 \quad \% \text{NH}_4\text{-N} = \frac{N(\text{HCl}) \times \{ \text{ml}(\text{HCl}) - \text{ml}(\text{Blank}) \} \times 14.0067 \times 100}{\text{wt. of sample (g)} \times 1000}$$

$$5.3 \quad \% \text{NO}_3\text{-N} = \frac{N(\text{HCl}) \times \{ \text{ml}(\text{HCl}) - \text{ml}(\text{Blank}) \} \times 14.0067 \times 100}{\text{wt. of sample (g)} \times 1000}$$

$$5.4 \quad \% \text{Total NH}_4\text{-N และ Urea -N} = \frac{N(\text{HCl}) \times \{ \text{ml}(\text{HCl}) - \text{ml}(\text{Blank}) \} \times 14.0067 \times 100}{\text{wt. of sample (g)} \times 1000}$$

$$5.5 \quad \% \text{Urea - N} = \text{ข้อ 5.4} - \text{ข้อ 5.2} \quad \text{หรือ} \quad \text{ข้อ 5.1} - (\text{ข้อ 5.2} + \text{ข้อ 5.3})$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

หมายเหตุ : กรณีใช้กรดซัลฟูริกกรองรับ โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการไตเตรท และเมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์

1. การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

1.1 สารละลายกรดซัลฟริกเข้มข้น 1 นอร์มอล

นำกรดซัลฟริก (93 - 98% H_2SO_4) จำนวน 27.5 มิลลิลิตร เทใส่ขวดวัดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

1.2 เมทิลเรดิอินดิเคเตอร์

ละลายเมทิลเรดิ 1 กรัม ด้วยเอทานอล 90 - 95% จำนวน 200 มิลลิลิตรคนให้เข้ากัน

1.3 ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์

ละลายฟีนอล์ฟทาลีน 1 กรัม ด้วยเอทานอล 90 - 95% จำนวน 100 มิลลิลิตรคนให้เข้ากัน

2. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

2.1 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 นอร์มอล

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, 99% AR grade) จำนวน 40 กรัม ในน้ำกลั่น คนให้เข้ากัน ปรับปริมาตรให้ได้ 1000 มิลลิลิตร (เก็บในภาชนะพลาสติก)

2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Standardization)

ชั่งโพแทสเซียมไฮโดรเจนแทเลต (Potassium hydrogen phthalate: KHP, $KHC_8H_4O_4$) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นใน Desiccator จำนวน 5.xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน หยดสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 2 - 3 หยด นำไปไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนถึงจุดยุติ สารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพูอ่อน บันทึกผล คำนวณหาความเข้มข้นจากสูตร

$$\text{สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (นอร์มอล)} = \frac{M}{204.23 \times (V / 1000)}$$

โดยที่

$$\begin{aligned} M &= \text{น้ำหนักโพแทสเซียมไฮโดรเจนแทเลต (กรัม)} \\ V &= \text{ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (มิลลิลิตร)} \\ 204.23 &= \text{น้ำหนักโมเลกุล KHP} \end{aligned}$$

ฟอสฟอรัสทั้งหมด

Spectrophotometric Molybdovanadophosphate Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดในปุ๋ยเคมี รายงานในรูป P_2O_5

2. หลักการ

วิเคราะห์โดย Spectrophotometric molybdovanadophosphate method ใช้กรดเปอร์คลอริก (Perchloric acid) และกรดไนตริก (Nitric acid) อัตราส่วน 1 ต่อ 1 ในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ฟอสฟอรัสในตัวอย่างอยู่ในรูปสารละลายฟอสเฟต จากนั้นทำให้เกิดสีกับสารละลายโมลิบโดวานาเดต (Molybdovanadate) วัดหาปริมาณฟอสฟอรัสด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร เปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Spectrophotometer
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เตาระเหย หรือ Digestion block พร้อม tube
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Ammonium metavanadate (NH_4VO_3), AR grade
- Ammonium molybdate [$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$], AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% ($HClO_4$), AR grade
- Potassium dihydrogen phosphate (KH_2PO_4), AR grade

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO_3 : $HClO_4$ อัตรา 1 : 1

ผสม 69 - 70% HNO_3 กับ 69 - 72% $HClO_4$ ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตร

4.1.2 สารละลาย Molybdovanadate

4.1.2.1 ชั่ง Ammonium molybdate 40 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำร้อน (น้ำกลั่น) ปริมาณ 400 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ทิ้งไว้ให้เย็น

4.1.2.2 ชั่ง Ammonium metavanadate 2 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำร้อน (น้ำกลั่น) ปริมาณ 300 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ให้เย็น จากนั้นเติม 69-72% $HClO_4$ ปริมาณ 450 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ทิ้งไว้ให้เย็น เทสารละลายที่ได้ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 2000 มิลลิลิตร

4.1.2.3 ค่อยๆ รินสารละลายข้อ 4.1.2.1 ลงในสารละลายข้อ 4.1.2.2 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 2000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายสีเหลืองอ่อน เขย่าให้เข้ากัน และถ่ายเก็บไว้ในขวดแก้วสีชา

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 1000 ppm

ชั่ง KH_2PO_4 ซึ่งผ่านการอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง จำนวน 1.0984 กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.3 สารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 1, 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 100 ppm ปริมาณ 1, 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.2xxx – 1.0xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร หรือใส่ Digestion tube

4.3.2 เติมกรดผสม ปริมาณ 20 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหย หรือ Digestion block ย่อยจนมีควันสีขาวเกิดขึ้นเหนือสารละลาย หรือสารละลายมีลักษณะสีใส ระวังอย่าให้สารละลายแห้ง ซึ่งจะใช้เวลาประมาณ 30 – 40 นาที จากนั้นยกลงจากเตาระเหย หรือ Digestion block ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

4.3.3 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ในกรณีที่สารละลายมีตะกอนขุ่น นำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่างตามปริมาณความเข้มข้นให้อยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Molybdovanadate ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน และทิ้งไว้ 30 นาที

4.4.2 นำ Working standard 1, 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ppm เติมสารละลาย Molybdovanadate ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน และทิ้งไว้ 30 นาที

4.4.3 นำสารละลายข้อ 4.4.1 และ 4.4.2 ไปวัดความเข้มของสีด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร บันทึกค่า Absorbance (A) หรือ Transmittance (%T)

4.4.4 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของฟอสฟอรัส กับ ค่า A หรือ %T ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% P = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% P_2O_5 = \% P \times 2.2914$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จากกราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

$$2.2914 = \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล } P_2O_5}{2 \times \text{น้ำหนักอะตอม P}}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

ฟอสฟอรัสที่ไม่ละลายในสารละลายแอมโมเนียมซีเตรท
ฟอสฟอรัสที่ละลายน้ำ
Spectrophotometric Molybdovanadophosphate Method

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสที่ไม่ละลายในสารละลายแอมโมเนียมซีเตรท และฟอสฟอรัสที่ละลายน้ำได้ในตัวอย่างปุ๋ย

2. หลักการ

ใช้ Spectrophotometric molybdovanadophosphate method โดยทำให้สารตัวอย่างอยู่ในรูปสารละลาย ทำให้เกิดสีด้วยสารละลายโมลิบโดวานาเตต (Molybdovanadate) แล้ววัดด้วย Spectrophotometer ซึ่งอาศัยหลักของการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่กำหนด และวัดปริมาณความเข้มแสงที่ผ่านออกมา

2.1. ฟอสฟอรัสที่ไม่ละลายในสารละลายแอมโมเนียมซีเตรท สกัดตัวอย่างด้วยสารละลายแอมโมเนียมซีเตรท (Ammonium Citrate) pH 7 ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เวลา 1 ชั่วโมง นำตะกอนมาย่อยด้วยกรดเปอร์คลอริก (Perchloric acid) และกรดไนตริก (Nitric acid) อัตราส่วน 1 ต่อ 1 ให้ฟอสฟอรัสในตัวอย่างอยู่ในรูปฟอสฟอรัสที่ละลายน้ำ จากนั้นทำให้เกิดสีกับสารละลายโมลิบโดวานาเตต วัดปริมาณความเข้มแสงด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร เปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส

2.2 ฟอสฟอรัสที่ละลายในน้ำ นำตัวอย่างละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วนำสารละลายที่ได้มาทำให้เกิดสีกับสารละลายโมลิบโดวานาเตต วัดปริมาณความเข้มแสงด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร เปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- pH meter
- Shaking water bath
- Spectrophotometer
- Suction pump พร้อมอุปกรณ์ทั้งชุด
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 2 และ 4 ตำแหน่ง
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Ammonium hydroxide 28 - 29% NH_3 (NH_4OH), AR grade
- Ammonium metavanadate (NH_4VO_3), AR grade
- Ammonium molybdate [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$], AR grade

- Citric acid ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% ($HClO_4$), AR grade
- Potassium dihydrogen phosphate (KH_2PO_4), AR grade

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 การผสม HNO_3 : $HClO_4$ อัตรา 1 : 1

ผสม 69 - 70% HNO_3 กับ 69 - 72% $HClO_4$ ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย Molybdovanadate

4.1.2.1 ชั่ง Ammonium molybdate 40 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำร้อน (น้ำกลั่น) ปริมาณ 400 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ทิ้งไว้ให้เย็น

4.1.2.2 ชั่ง Ammonium metavanadate 2 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำร้อน (น้ำกลั่น) ปริมาณ 300 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ให้เย็น จากนั้นเติม 69 - 72% $HClO_4$ ปริมาณ 450 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ทิ้งไว้ให้เย็น เทสารละลายที่ได้ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 2000 มิลลิลิตร

4.1.2.3 ค่อยๆ รินสารละลายข้อ 4.1.2.1 ลงในสารละลายข้อ 4.1.2.2 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 2000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายสีเหลืองอ่อน เขย่าให้เข้ากัน และถ่ายเก็บไว้ในขวดแก้วสีชา

4.1.3 สารละลาย Ammonium hydroxide เจือจาง

เจือจาง Ammonium hydroxide ด้วยน้ำกลั่นในอัตราส่วน 1 : 7 โดยปริมาตร

4.1.4 สารละลาย Ammonium citrate solution

4.1.4.1 ชั่ง Citric acid จำนวน 370 กรัม เติมน้ำกลั่น 1500 มิลลิลิตร

4.1.4.2 เติมน้ำ NH_4OH (28 - 29% NH_3) ปริมาณ 345 มิลลิลิตร ปรับสารละลายให้ได้ pH 7 โดยใช้สารละลาย Ammonium hydroxide เจือจาง และ Citric acid ซึ่งจะได้สารละลาย Ammonium citrate หรือเจือจางให้มี Sp.gr. 1.09 ที่ 20 องศาเซลเซียส

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 1000 ppm

ชั่ง KH_2PO_4 ซึ่งผ่านการอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง จำนวน 1.0984 กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.3 สารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 1, 2, 3, 4, 5, 6 และ 7 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 100 ppm ปริมาณ 1, 2, 3, 4, 5, 6 และ 7 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

4.3.1 การเตรียมสารละลายตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสที่ไม่ละลายในสารละลายแอมโมเนียมซีเตรท

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.9xxx – 1.0xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร

4.3.1.2 เติม Ammonium citrate solution ปริมาณ 100 มิลลิลิตร นำไปตั้งใน Shaking water bath ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

4.3.1.3 กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 5 หรือ เบอร์ 42 แล้วล้างตะกอนในกระดาษกรองด้วยน้ำร้อนอุณหภูมิประมาณ 65 องศาเซลเซียส (น้ำกลั่น) ให้ได้ปริมาณสารละลาย 350 มิลลิลิตร

4.3.1.4 ปล่อยให้ตะกอนตัวอย่างที่ค้างบนกระดาษกรองแห้ง

4.3.1.5 นำตะกอนตัวอย่างพร้อมกระดาษกรอง ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร

4.3.1.6 เติมกรดผสม ปริมาณ 20 มิลลิลิตร

4.3.1.7 นำไปย่อยบนเตาระเหยจนกระทั่งมีควันสีขาวเกิดขึ้นเหนือสารละลาย หรือสารละลายมีลักษณะใส ระวังอย่าให้สารละลายแห้ง

4.3.1.8 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง พร้อมกับล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร หรือ 250 มิลลิลิตร แล้วแต่ความเหมาะสมตามปริมาณความเข้มข้นของตัวอย่าง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสที่ละลายน้ำ

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.9xxx – 1.0xxx กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน เป็นเวลา 30 นาที

4.3.2.2 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากันอีกครั้ง

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง ตามข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2 ตามความเหมาะสมของปริมาณความเข้มข้นของตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร หรือตามความเหมาะสมเติมสารละลาย Molybdovanadate ในอัตราส่วน 1 : 10 ของปริมาตรขวดวัดปริมาตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน และทิ้งไว้ 30 นาที

4.4.2 นำ Working standard 1, 2, 3, 4, 5, 6 และ 7 ppm เติมสารละลาย Molybdovanadate ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน และทิ้งไว้ 30 นาที

4.4.3 นำสารละลายข้อ 4.4.1 และ 4.4.2 ไปวัดความเข้มของสีด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร บันทึกค่า Absorbance (A) หรือ Transmittance (%T)

4.4.4 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของฟอสฟอรัส กับ ค่า A หรือ %T ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% P = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% P_2O_5 = \% P \times 2.2914$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

$$2.2914 = \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล } P_2O_5}{2 \times \text{น้ำหนักอะตอม P}}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

ฟอสฟอรัสที่เป็นประโยชน์ Indirect Method

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสที่เป็นประโยชน์ในตัวอย่างปุ๋ยเคมี รายงานในรูป P_2O_5

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสที่เป็นประโยชน์โดยวิธีอ้อม โดยนำผลการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมดมาหักลบด้วยผลการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสที่ไม่ละลายในสารละลายแอมโมเนียมซิเตรท

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ ตามวิธี 1.09.01 และ 1.10.01

3.2 สารเคมี ตามวิธี 1.09.01 และ 1.10.01

4. วิธีการ

4.1 การวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมด (1.09.01)

4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสที่ไม่ละลายในสารละลายแอมโมเนียมซิเตรท (1.10.01)

5. คำนวณ

$$\% \text{ Available } P_2O_5 = \text{Total } P_2O_5 - \text{Citrate insoluble } P_2O_5$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

โพแทสเซียมที่ละลายน้ำ Flame Photometric Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี รายงานในรูป K_2O

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ ด้วย Flame photometric method โดยวัดหาปริมาณความเข้มของแสงที่ปล่อยออกมา (Intensive of emission) เมื่อสารละลายถูกเผาจนแตกตัวเป็นอะตอม ปริมาณความเข้มของแสงจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับปริมาณของโพแทสเซียมในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Flame photometer
- เครื่องเขย่า
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 2 และ 4 ตำแหน่ง
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Calcium carbonate ($CaCO_3$), AR grade
- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (K) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลาย Suppressor

- 4.1.1.1 ชั่ง $CaCO_3$ จำนวน 12.5 กรัม ใส่บีกเกอร์ เติมน้ำกลั่นปริมาณ 500 มิลลิลิตร เติม 36 - 38 %HCl ปริมาณ 105 มิลลิลิตร ลงไปที่ละน้อยจน $CaCO_3$ ละลายหมด
- 4.1.1.2 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1000 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 10 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 100 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.3 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 0.5, 3, 6, 9, 12 และ 15 ppm ใช้เป็น Working standard

4.2.3.1 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 3, 6, 9, 12 และ 15 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 100 ppm ปริมาณ 3, 6, 9, 12 และ 15 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

4.2.3.2 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 0.5 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 10 ppm ปริมาณ 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx - 1.xxxx กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร

4.3.2 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 200 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่า 1 ชั่วโมง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ถ้าสารละลายมีตะกอน กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Suppressor ปริมาณ 10 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard 0, 0.5, 3, 6, 9, 12 และ 15 ppm เติมสารละลาย Suppressor ปริมาณ 10 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.4.3 นำสารละลายข้อ 4.4.1 และ 4.4.2 ไปวัดค่า Intensive of emission ด้วย Flame photometer

4.4.4 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโพแทสเซียม กับค่า Intensive of emission ของ Working standard โดยเส้นกราฟมาตรฐานมีค่า R^2 ไม่ต่ำกว่า 0.999

5. คำนวณ

$$\% K = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% K_2O = \% K \times 1.2046$$

โดยที่

$$\begin{aligned} \text{ppm} &= \frac{\text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}}{\text{น้ำหนักโมเลกุล } K_2O} \\ 1.2046 &= \frac{2 \times \text{น้ำหนักอะตอม K}}{\text{น้ำหนักโมเลกุล } K_2O} \end{aligned}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

โพแทสเซียมที่ละลายน้ำ Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี รายงานในรูป K_2O

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ ด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่มีความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงที่มีความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องเขย่า
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (K) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 0 – 300 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 300 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

4.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx - 1.xxxx กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร

4.2.2 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 200 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่า 1 ชั่วโมง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ถ้าสารละลายมีตะกอน กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3 วิธีวิเคราะห์

4.3.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.2 นำ Working standard (ข้อ 4.1) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1) ไปวัดหาปริมาณโพแทสเซียม ด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

4.3.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโพแทสเซียม กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% K = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% K_2O = \% K \times 1.2046$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}}{\text{น้ำหนักโมเลกุล } K_2O}$$

$$1.2046 = \frac{2 \times \text{น้ำหนักอะตอม K}}{\text{น้ำหนักโมเลกุล } K_2O}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

แคลเซียมทั้งหมด

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณแคลเซียมทั้งหมด และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่มีความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO₃), AR grade
- สารละลายมาตรฐานแคลเซียม (Ca) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO₃ : HCl อัตรา 1 : 3

ผสม 69 - 70% HNO₃ กับ 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 3 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย 2% HNO₃

ปิเปต 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

- 4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0 – 250 ppm ใช้เป็น Working standard
ปิเปตสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 250 ppm
อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 2% HNO_3
เขย่าให้เข้ากัน
- 4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี
- 4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย
- 4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร
เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังอย่า
ให้สารละลายแห้ง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
- 4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250
มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
- 4.3.1.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1
- 4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยเครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- 4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO_3
ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้
สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน
40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด
- 4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำ
กลั่นเขย่าให้เข้ากัน
- 4.3.2.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1
- 4.4 วิธีวิเคราะห์
- 4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่
ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO_3 เขย่าให้เข้ากัน
- 4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณแคลเซียม
ด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer
- 4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่าง
กับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแคลเซียม กับ ค่า Intensive of
emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Ca} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% \text{ CaO} = \% \text{ Ca} \times 1.399$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}}{\text{น้ำหนักโมเลกุล CaO}}$$

$$1.399 = \frac{\text{น้ำหนักอะตอม Ca}}{\text{น้ำหนักอะตอม Ca}}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 2 ตำแหน่ง

คำถามที่อาจเจอ : ทำไมไม่แสดงจำนวนตำแหน่งทศนิยมเท่ากันในการวิเคราะห์ 6.1 และ 6.2

แคลเซียมทั้งหมด

Atomic Absorption Spectrophotometric Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณแคลเซียมทั้งหมด และวัดด้วย Atomic absorption spectrophotometer (AAS) เมื่อพลังงานความร้อนจากเปลวไฟทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดกระบวนการแตกตัวเป็นอะตอม อิเล็กตรอนจากสถานะพื้นเปลี่ยนไปสู่สถานะกระตุ้น โดยการดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นเฉพาะเจาะจงของธาตุแต่ละชนิด ปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุที่ดูดกลืนแสงนั้น

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Atomic absorption spectrophotometer (AAS)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Lanthanum oxide (La_2O_3), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% (HClO_4), AR grade
- Strontium chloride hexahydrate ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), AR grade
- สารละลายมาตรฐานแคลเซียม (Ca) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO_3 : HClO_4 อัตรา 1 : 1

ผสม 69 - 70% HNO_3 กับ 69 - 72% HClO_4 ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตร

4.1.2 สารละลาย Strontium chloride

ชั่ง $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 61 กรัม เติม 36 - 38% HCl ปริมาณ 420 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.1.3 สารละลาย Lanthanum

ชั่ง La_2O_3 จำนวน 58.65 กรัม ใส่ปิกเกอร์ ค่อยๆ เติม 36 - 38% HCl ปริมาณ 250 มิลลิลิตร ลงไปที่ละน้อย เทสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานแคลเซียม 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0, 2, 4, 5, 8 และ 10 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 100 ppm ปริมาณ 0, 2, 4, 5, 8 และ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Strontium chloride ปริมาณ 10 มิลลิลิตร หรือสารละลาย Lanthanum ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 20 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ในกรณีที่สารละลายมีตะกอนขุ่นนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO_3 ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามปริมาณความเข้มข้นให้อยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Strontium chloride ปริมาณ 5 มิลลิลิตร (10% ของปริมาตรสุดท้าย) หรือสารละลาย Lanthanum ปริมาณ 10 มิลลิลิตร (20% ของปริมาตรสุดท้าย) ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณแคลเซียมด้วย Atomic absorption spectrophotometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่าง

กับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแคลเซียม กับ ค่า Absorbance ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Ca} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% \text{ CaO} = \% \text{ Ca} \times 1.399$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}}{\text{น้ำหนักโมเลกุล CaO}}$$

$$1.399 = \frac{\text{น้ำหนักอะตอม Ca}}{\text{น้ำหนักอะตอม Ca}}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 2 ตำแหน่ง

แมกนีเซียมทั้งหมด

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณแมกนีเซียมทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณแมกนีเซียมทั้งหมด และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่ความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO₃), AR grade
- สารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม (Mg) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO₃ : HCl อัตรา 1 : 3

ผสม 69 - 70% HNO₃ กับ 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 3 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย 2% HNO₃

ปิเปต 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

- 4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 0 – 100 ppm ใช้เป็น Working standard
- ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 100 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 2% HNO_3 เขย่าให้เข้ากัน
- 4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี
- 4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย
- 4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังอย่าให้สารละลายแห้ง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
- 4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
- 4.3.1.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1
- 4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion
- 4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO_3 ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด
- 4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน
- 4.3.2.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1
- 4.4 วิธีวิเคราะห์
- 4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO_3 เขย่าให้เข้ากัน
- 4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณแมกนีเซียมด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer
- 4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแมกนีเซียม กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Mg} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% \text{ MgO} = \% \text{ Mg} \times 1.658$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}}{\text{น้ำหนักโมเลกุล MgO}}$$

$$1.658 = \frac{\text{น้ำหนักอะตอม Mg}}{\text{น้ำหนักอะตอม MgO}}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 2 ตำแหน่ง ☐

แมกนีเซียมทั้งหมด Atomic Absorption Spectrophotometric Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณแมกนีเซียมทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณแมกนีเซียมทั้งหมด และวัดด้วย Atomic absorption spectrophotometer (AAS) เมื่อพลังงานความร้อนจากเปลวไฟทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดกระบวนการแตกตัวเป็นอะตอม อิเล็กตรอนจากสถานะพื้นเปลี่ยนไปสู่สถานะกระตุ้น โดยการดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นเฉพาะเจาะจงของธาตุแต่ละชนิด ปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุที่ดูดกลืนแสงนั้น

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Atomic absorption spectrophotometer (AAS)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Lanthanum oxide (La_2O_3), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% (HClO_4), AR grade
- Strontium chloride hexahydrate ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), AR grade
- สารละลายมาตรฐานแคลเซียม (Mg) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO_3 : HClO_4 อัตรา 1 : 1

ผสม 69 - 70% HNO_3 กับ 69 - 72% HClO_4 ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย Strontium chloride

ชั่ง $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 61 กรัม เติม 36 - 38% HCl ปริมาณ 420 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.1.3 สารละลาย Lanthanum

ชั่ง La_2O_3 จำนวน 58.65 กรัม ใส่ปิกรเกอร์ ค่อยๆเติม 36 - 38% HCl ปริมาณ 250 มิลลิลิตร ลงไปที่ละน้อย เทสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 10 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 100 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.3 สารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 0, 0.3, 0.5 และ 1 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 10 ppm ปริมาณ 0, 3, 5 และ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Strontium chloride ปริมาณ 10 มิลลิลิตร หรือสารละลาย Lanthanum ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 20 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังอย่าให้สารละลายแห้ง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ในกรณีที่สารละลายมีตะกอนขุ่นนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO_3 ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามปริมาณความเข้มข้นให้อยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Strontium chloride ปริมาณ 5 มิลลิลิตร (10% ของปริมาตรสุดท้าย) หรือสารละลาย Lanthanum ปริมาณ 10 มิลลิลิตร (20% ของปริมาตรสุดท้าย) ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณแมกนีเซียม ด้วย Atomic absorption spectrophotometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่าง กับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแมกนีเซียม และ ค่า Absorbance ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Mg} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% \text{ MgO} = \% \text{ Mg} \times 1.658$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}}{\text{น้ำหนักโมเลกุล MgO}}$$

$$1.658 = \frac{\text{น้ำหนักอะตอม Mg}}{\text{น้ำหนักโมเลกุล MgO}}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 2 ตำแหน่ง

กำมะถันทั้งหมด

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

□.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกำมะถันทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณกำมะถันทั้งหมด และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่มีความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO₃), AR grade
- สารละลายมาตรฐานกำมะถัน (S) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO₃ : HCl อัตรา 1 : 3

ผสม 69 - 70% HNO₃ กับ 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 3 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย 2% HNO₃

ปิเปต 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานกำมะถัน 0 – 250 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานกำมะถัน 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 250 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติม 69 - 70% HNO₃ ในปริมาณ 2% โดยปริมาตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

- 4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสม บนเตาระเหย
- 4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังอย่าให้สารละลายแห้ง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
- 4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
- 4.3.1.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1
- 4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion
- 4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด
- 4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน
- 4.3.2.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1
- 4.4 วิธีวิเคราะห์
- 4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน
- 4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณกำมะถันด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer
- 4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของกำมะถัน กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% S = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt.of sample(g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

- 6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง
- 6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 2 ตำแหน่ง

กำหนดทั้งหมด

Turbidimetric Method



1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกำหนดทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดย Turbidimetric method โดยย่อยตัวอย่างให้กำหนดในปุ๋ยอยู่ในรูปที่ละลายน้ำได้ และใช้ผลึกแบเรียมคลอไรด์ (Barium chloride crystal) ทำให้เกิดตะกอนของแบเรียมซัลเฟต (Barium sulfate) แล้ววัดความขุ่นของแบเรียมซัลเฟตที่เกิดขึ้น ด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 430 นาโนเมตร

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Spectrophotometer
- เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เตาระเหย
- นาฬิกาจับเวลา
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Barium chloride crystal (BaCl_2), AR grade
- Ethyl alcohol 95% ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), AR grade
- Glycerol, AR grade
- Hydrochloric acid 36 – 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Sodium chloride (NaCl), AR grade
- สารละลายมาตรฐานซัลเฟต (SO_4^{2-}) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลาย Conditioning

4.1.1.1 เติมน้ำ Glycerol ปริมาณ 50 มิลลิลิตร ใส่ปิกรเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ปริมาณ 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.1.2 ชั่ง Sodium chloride จำนวน 75 กรัม ใส่ปิกรเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่นปริมาณ 300 มิลลิลิตร แล้วเติม 36 - 38% HCl ปริมาณ 30 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.1.3 นำสารละลายข้อ 4.1.1.1 เทลงในสารละลายข้อ 4.1.1.2 คนให้เข้ากัน

4.1.2 กรดผสม $\text{HCl} : \text{HNO}_3$ อัตรา 3 : 1

ผสม 36 - 38% HCl กับ 69 - 70% HNO₃ ในอัตราส่วน 3 : 1 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.3 กรด HCl เจือจาง

เจือจาง 36 - 38% HCl ด้วยน้ำกลั่นในอัตราส่วน 1 : 5 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานซิลเฟต 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานซิลเฟต 1000 ppm ปริมาณ 50 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานซิลเฟต 0, 10, 20, 30, 40 และ 50 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานซิลเฟต 100 ppm ปริมาณ 0, 10, 20, 30, 40 และ 50 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.5xxx ไม่ระบุเป็นช่วง?กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนเกือบแห้ง

4.3.2 เติมกรด 36 - 38% HCl ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ย่อยต่อจนเกือบแห้ง

4.3.3 เติมกรด HCl เจือจาง ปริมาณ 25 มิลลิลิตร เพื่อละลายส่วนที่เหลือ ต้มโดยใช้ไฟอ่อนๆ เป็นเวลา 5 นาทีตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

4.3.4 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง แล้วนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.4) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Conditioning ปริมาณ 5 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard 0, 10, 20, 30, 40 และ 50 ppm เติมสารละลาย Conditioning ปริมาณ 5 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.4.3 นำสารละลายข้อ 4.4.1 และ 4.4.2 มาเติม BaCl₂ Crystal จำนวน 0.5 กรัม นำไปกวนบนเครื่องกวนแม่เหล็ก เป็นเวลา 1 นาที ตั้งทิ้งไว้ 3 นาที

4.4.4 นำไปวัดด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 430 นาโนเมตร บันทึกค่า Absorbance (A) หรือ Transmittance (%T)

4.4.5 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่าง กับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิลเฟต กับ ค่า A หรือ %T ของ Working standard

หมายเหตุ กรณีสารละลายตัวอย่างมีสี ให้ทำ Correction for sample color โดยทำ Corrective sample ตามข้อ 4.4.1 - 4.4.5 โดยไม่ใส่ BaCl₂ Crystal แล้วนำค่าความเข้มข้นของ Corrective sample ที่ได้ไปหักลบจากค่าความเข้มข้นของตัวอย่างเดียวกัน

5. คำนวณ

$$\% \text{SO}_4^{2-} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% \text{S} = \% \text{SO}_4^{2-} \times 0.3338$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}}{\text{น้ำหนักอะตอม S}}$$

$$0.3338 = \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล SO}_4^{2-}}{\text{น้ำหนักอะตอม S}}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 2 ตำแหน่ง

เหล็กทั้งหมด

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณเหล็กทั้งหมด และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่มีความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO₃), AR grade
- สารละลายมาตรฐานเหล็ก (Fe) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO₃ : HCl อัตรา 1 : 3

ผสม 69 - 70% HNO₃ กับ 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 3 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย 2% HNO₃

ปิเปต 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็ก 0 – 100 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 100 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ที่ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.1.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.3.2.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณเหล็ก ด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของเหล็ก กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Fe} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

เหล็กทั้งหมด

Atomic Absorption Spectrophotometric Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณเหล็กทั้งหมด และวัดด้วย Atomic absorption spectrophotometer (AAS) เมื่อพลังงานความร้อนจากเปลวไฟทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดกระบวนการแตกตัวเป็นอะตอม อิเล็กตรอนจากสถานะพื้นเปลี่ยนไปสู่สถานะกระตุ้น โดยการดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นเฉพาะเจาะจงของธาตุแต่ละชนิด ปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุที่ดูดกลืนแสงนั้น

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Atomic absorption spectrophotometer (AAS)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% (HClO_4), AR grade
- สารละลายมาตรฐานเหล็ก (Fe) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO_3 : HClO_4 อัตรา 1 : 1

ผสม 69 - 70% HNO_3 กับ 69 - 72% HClO_4 ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานเหล็ก 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานเหล็ก 0, 2, 3, 4 และ 5 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 100 ppm ปริมาณ 0, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างที่สามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 20 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ที่ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ในกรณีที่สารละลายมีตะกอนขุ่นนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณเหล็กด้วย Atomic absorption spectrophotometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของเหล็ก กับ ค่า Absorbance ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Fe} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

สังกะสีทั้งหมด

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณสังกะสีทั้งหมด และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่ความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO₃), AR grade
- สารละลายมาตรฐานสังกะสี (Zn) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO₃ : HCl อัตรา 1 : 3

ผสม 69 - 70% HNO₃ กับ 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 3 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย 2% HNO₃

ปิเปต 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานสังกะสี 0 – 100 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสี 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 100 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ที่ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.1.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.3.2.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณสังกะสี ด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสังกะสี กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Zn} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

สังกะสีทั้งหมด

Atomic Absorption Spectrophotometric Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณสังกะสีทั้งหมด และวัดด้วย Atomic absorption spectrophotometer (AAS) เมื่อพลังงานความร้อนจากเปลวไฟทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดกระบวนการแตกตัวเป็นอะตอม อิเล็กตรอนจากสถานะพื้นเปลี่ยนไปสู่สถานะกระตุ้น โดยการดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นเฉพาะเจาะจงของธาตุแต่ละชนิด ปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุที่ดูดกลืนแสงนั้น

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Atomic absorption spectrophotometer (AAS)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% (HClO_4), AR grade
- สารละลายมาตรฐานสังกะสี (Zn) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO_3 : HClO_4 อัตรา 1 : 1

ผสม 69 - 70% HNO_3 กับ 69 - 72% HClO_4 ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานสังกะสี 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสี 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานสังกะสี 10 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสี 100 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

- 4.2.3 สารละลายมาตรฐานสังกะสี 0, 0.3, 0.5 และ 1 ppm ใช้เป็น Working standard
 ปิเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสี 10 ppm ปริมาณ 0, 3, 5 และ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัด
 ปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
- 4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี
- 4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย
- 4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร
 เติมกรดผสมปริมาณ 20 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังอย่า
 ให้สารละลายแห้ง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
- 4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250
 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ในกรณีที่สารละลายมีตะกอนขุ่นนำไป
 กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1
- 4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion
- 4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃
 ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้
 สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน
 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด
- 4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำ
 กลั่นเขย่าให้เข้ากัน
- 4.4 วิธีวิเคราะห์
- 4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่
 ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
- 4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณสังกะสีด้วย
 Atomic absorption spectrophotometer
- 4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่าง
 กับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสังกะสี กับ ค่า Absorbance
 ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Zn} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

- 6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง
- 6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

แมงกานีสทั้งหมด

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณแมงกานีสทั้งหมด และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่ความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO₃), AR grade
- สารละลายมาตรฐานแมงกานีส (Mn) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO₃ : HCl อัตรา 1 : 3

ผสม 69 - 70% HNO₃ กับ 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 3 โดยปริมาตร

4.1.2 สารละลาย 2% HNO₃

ปิเปต 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส 0 – 100 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 100 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ที่ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.1.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.3.2.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณแมงกานีสด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแมงกานีส กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Mn} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

แมงกานีสทั้งหมด

Atomic Absorption Spectrophotometric Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณแมงกานีสทั้งหมด และวัดด้วย Atomic absorption spectrophotometer (AAS) เมื่อพลังงานความร้อนจากเปลวไฟทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดกระบวนการแตกตัวเป็นอะตอม อิเล็กตรอนจากสถานะพื้นเปลี่ยนไปสู่สถานะกระตุ้น โดยการดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นเฉพาะเจาะจงของธาตุแต่ละชนิด ปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุที่ดูดกลืนแสงนั้น

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Atomic absorption spectrophotometer (AAS)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% (HClO_4), AR grade
- สารละลายมาตรฐานแมงกานีส (Mn) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO_3 : HClO_4 อัตรา 1 : 1

ผสม 69 - 70% HNO_3 กับ 69 - 72% HClO_4 ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานแมงกานีส 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานแมงกานีส 0, 2, 3, 4 และ 5 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส 100 ppm ปริมาณ 0, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

- 4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 20 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังอย่าให้สารละลายแห้ง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
- 4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ในกรณีที่สารละลายมีตะกอนขุ่นนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

- 4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด
- 4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.4 วิธีวิเคราะห์

- 4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
- 4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณแมงกานีสด้วย Atomic absorption spectrophotometer
- 4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแมงกานีส กับ ค่า Absorbance ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Mn} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

- 6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง
- 6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

ทองแดงทั้งหมด

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณทองแดงทั้งหมด และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่ความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO₃), AR grade
- สารละลายมาตรฐานทองแดง (Cu) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO₃ : HCl อัตรา 1 : 3

ผสม 69 - 70% HNO₃ กับ 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 3 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย 2% HNO₃

ปิเปต 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดง 0 – 100 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดง 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 100 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ที่ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.1.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.3.2.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณทองแดงด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของทองแดง กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Cu} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

ทองแดงทั้งหมด

Atomic Absorption Spectrophotometric Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณทองแดงทั้งหมด และวัดด้วย Atomic absorption spectrophotometer (AAS) เมื่อพลังงานความร้อนจากเปลวไฟทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดกระบวนการแตกตัวเป็นอะตอม อิเล็กตรอนจากสถานะพื้นเปลี่ยนไปสู่สถานะกระตุ้น โดยการดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นเฉพาะเจาะจงของธาตุแต่ละชนิด ปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุที่ดูดกลืนแสงนั้น

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Atomic absorption spectrophotometer (AAS)
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% (HClO_4), AR grade
- สารละลายมาตรฐานทองแดง (Cu) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO_3 : HClO_4 อัตรา 1 : 1

ผสม 69 - 70% HNO_3 กับ 69 - 72% HClO_4 ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานทองแดง 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดง 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานทองแดง 0, 2, 3, 4 และ 5 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดง 100 ppm ปริมาณ 0, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 20 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ในกรณีที่สารละลายมีตะกอนขุ่นนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณทองแดงด้วย Atomic absorption spectrophotometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของทองแดง กับ ค่า Absorbance ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Cu} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

โคบอลต์ทั้งหมด

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโคบอลต์ทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณโคบอลต์ทั้งหมด และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่ความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO₃), AR grade
- สารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (Co) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO₃ : HCl อัตรา 1 : 3

ผสม 69 - 70% HNO₃ กับ 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 3 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย 2% HNO₃

ปิเปต 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.5 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ 0 – 10 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 10 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ที่ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.1.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.3.2.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณโคบอลต์ด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโคบอลต์ กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Co} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

โคบอลต์ทั้งหมด Atomic Absorption Spectrophotometric Method

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโคบอลต์ทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณโคบอลต์ทั้งหมด และวัดด้วย Atomic absorption spectrophotometer (AAS) เมื่อพลังงานความร้อนจากเปลวไฟทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดกระบวนการแตกตัวเป็นอะตอม อิเล็กตรอนจากสถานะพื้นเปลี่ยนไปสู่สถานะกระตุ้น โดยการดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นเฉพาะเจาะจงของธาตุแต่ละชนิด ปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุที่ดูดกลืนแสงนั้น

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Atomic absorption spectrophotometer (AAS)
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% (HClO_4), AR grade
- สารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (Co) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO_3 : HClO_4 อัตรา 1 : 1

ผสม 69 - 70% HNO_3 กับ 69 - 72% HClO_4 ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานโคบอลต์ 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานโคบอลต์ 0, 1, 2, 3, 5 และ 7 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดง 100 ppm ปริมาณ 0, 1, 2, 3, 5 และ 7 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างที่สามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 20 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ที่ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ในกรณีที่สารละลายมีตะกอนขุ่นนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.3xxx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณโคบอลต์ด้วย Atomic absorption spectrophotometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโคบอลต์ กับ ค่า Absorbance ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Co} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

โบรอน

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโบรอนในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณโบรอนละลายในกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่มีความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- สารละลายมาตรฐานโบรอน (B) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดไฮโดรคลอริก (HCl) เจือจาง

เจือจาง 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 4 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย 2% HCl

เจือจาง 36 - 38% HCl ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโบรอน 0 – 10 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโบรอน 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 10 ppm

อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติม 36 - 38% HCl ในปริมาณ 2% โดยปริมาตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐานเก็บในขวดพลาสติก

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 1.xxxx กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมกรด HCl เจือจาง ปริมาณ 10 มิลลิลิตร

4.3.2 เขย่าเป็นเวลา 15 นาที ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตรหรือตามความเหมาะสม ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 2% HCl เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณโบรอน ด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่าง กับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโบรอน กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% B = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% B_2O_3 = \% B \times 3.2201$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

$$3.2201 = \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล } B_2O_3}{2 \times \text{น้ำหนักอะตอม B}}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

โบรอน

Azomethine H Method

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโบรอนในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

ใช้ Azomethine H method โดยสกัดตัวอย่างด้วยกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง นำไปทำให้เกิดสีกับ อะโซมีทีน เอช (Azomethine H) และวัดหาปริมาณด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 415 นาโนเมตรเปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานโบรอน

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Spectrophotometer
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Activated charcoal, AR grade
- Ammonium acetate ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$), AR grade
- Ascorbic acid, AR grade
- Azomethine H [$\text{C}_6\text{H}_4\text{OH} \cdot \text{CHN} \cdot \text{C}_{10}\text{H}_4\text{OH} \cdot (\text{SO}_3\text{H})_2$], AR grade
- Disodium ethylenediaminetetraacetate : EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), AR grade
- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Sulfuric acid 93 - 98% (H_2SO_4), AR grade
- สารละลายมาตรฐานโบรอน (B) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลาย Azomethine H

- 4.1.1.1 ชั่ง Azomethine H จำนวน 0.6 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำอุ่นอุณหภูมิ 35 – 40 องศาเซลเซียส ปริมาณ 30 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
- 4.1.1.2 ชั่ง Ascorbic acid จำนวน 2 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร เติมน้ำอุ่นอุณหภูมิ 35 – 40 องศาเซลเซียส ปริมาณ 30 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
- 4.1.1.3 เทสารละลายข้อ 4.1.1.1 ใส่ในสารละลายข้อ 4.1.1.2 คนให้เข้ากัน เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากันอีกครั้ง (ต้องเตรียมใหม่ทุกครั้ง)

- 4.1.2 กรด HCl เจือจาง
เจือจาง 36 - 38% HCl ด้วยน้ำกลั่นในอัตราส่วน 1 : 10 โดยปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน
- 4.1.3 กรด H₂SO₄ เจือจาง
เจือจาง 93 - 98% H₂SO₄ ด้วยน้ำกลั่น ในอัตราส่วน 1 : 4 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน
- 4.1.4 สารละลาย Ammonium acetate buffer
 - 4.1.4.1 ชั่ง Ammonium acetate จำนวน 250 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน
 - 4.1.4.2 เติมกรด H₂SO₄ เจือจาง ปริมาณ 80 มิลลิลิตร ทำการปรับ pH เป็น 5.2 ด้วย Ammonium acetate และ H₂SO₄ เจือจาง
- 4.1.5 สารละลาย EDTA
ชั่ง Disodium ethylenediaminetetraacetate (EDTA) จำนวน 37.2 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร
- 4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน
 - 4.2.1 สารละลายมาตรฐานโบรอน 100 ppm
ปิเปตสารละลายมาตรฐานโบรอน 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
 - 4.2.2 สารละลายมาตรฐานโบรอน 25 ppm
ปิเปตสารละลายมาตรฐานโบรอน 100 ppm ปริมาณ 25 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
 - 4.2.3 สารละลายมาตรฐานโบรอน 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 และ 2.5 ppm ใช้เป็น Working standard
ปิเปตสารละลายมาตรฐานโบรอน 25 ppm ปริมาณ 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร
- 4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง
 - 4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 1.xxxx ระบุเป็นช่วง?กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร
 - 4.3.2 เติมกรด HCl เจือจาง ปริมาณ 40 มิลลิลิตร ตั้งให้เดือด 30 นาที ทิ้งให้เย็น
 - 4.3.3 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน แล้วนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1 ในกรณีที่สารละลายมีสีให้ทำการฟอกสีด้วย Activated charcoal แล้วกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1
- 4.4 วิธีวิเคราะห์
 - 4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.3) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Ammonium acetate buffer ปริมาณ 5 มิลลิลิตร สารละลาย EDTA ปริมาณ 10 มิลลิลิตร และสารละลาย Azomethine H ปริมาณ 5 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 2 ชั่วโมง
 - 4.4.2 นำ Working standard 0, 0.5, 1, 1.5, 2.0 และ 2.5 ppm เติมสารละลาย Ammonium acetate buffer ปริมาณ 5 มิลลิลิตร สารละลาย EDTA ปริมาณ 10 มิลลิลิตร และสารละลาย Azomethine H ปริมาณ 5 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 2 ชั่วโมง

4.4.3 นำสารละลายข้อ 4.4.1 และ 4.4.2 ไปวัดความเข้มข้นของสีด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 415 นาโนเมตร บันทึกค่า Absorbance (A) หรือ Transmittance (%T)

4.4.4 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโบรอน กับ ค่า A หรือ %T ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% B = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

$$\% B_2O_3 = \% B \times 3.2201$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

$$3.2201 = \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล } B_2O_3}{2 \times \text{น้ำหนักอะตอม B}}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

โมลิบดีนัม

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโมลิบดีนัมในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์โดยใช้กรดเข้มข้นในการย่อยตัวอย่างเพื่อให้ได้ปริมาณโมลิบดีนัมทั้งหมด และวัดด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่ความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO₃), AR grade
- สารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม (Mo) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HNO₃ : HCl อัตรา 1 : 3

ผสม 69 - 70% HNO₃ กับ 36 - 38% HCl ในอัตราส่วน 1 : 3 โดยปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย 2% HNO₃

ปิเปต 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม 0 – 10 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 10 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติม 69 - 70% HNO₃ ในปริมาณ 2% โดยปริมาตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี

4.3.1 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วยกรดผสมบนเตาระเหย

4.3.1.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรดผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนได้สารละลายใส ระวังก่อนให้สารละลายแห้ง ที่ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4.3.1.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.1.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3.2 การเตรียมตัวอย่าง โดยการย่อยด้วย Microwave digestion

4.3.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.25xx – 3.xxxx กรัม ใส่ Digestion vessel เติม 69 - 70% HNO₃ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร หรือใส่ตามเครื่อง Microwave digestion กำหนด นำไปย่อยให้สมบูรณ์ใน Microwave digestion โดยใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส และความดัน 40 บาร์ หรือตามเครื่องกำหนด

4.3.2.2 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.3.2.3 กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1 หรือ 4.3.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย 2% HNO₃ เขย่าให้เข้ากัน

4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.4.1) ไปวัดหาปริมาณโมลิบดีนัมด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโมลิบดีนัม กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Mo} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

โมลิบดีนัม

Sodium Thiocyanate Method

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโมลิบดีนัมในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

ใช้ Sodium thiocyanate method โดยย่อยตัวอย่างปุ๋ยด้วยกรดไนตริก (Nitric acid) และไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) ให้โมลิบดีนัมทั้งหมดอยู่ในรูปสารละลาย และให้ทำปฏิกิริยากับอนุมูลไทโอไซยาเนต (Thiocyanate ion) และสแตนนัสคลอไรด์ (Stannous chloride) เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโมลิบดีนัมไทโอไซยาเนต คอมเพล็กซ์ (Molybdenumthiocyanate complex) ซึ่งมีสีเหลืองส้ม (Amber color) วัดความเข้มของสีด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 460 นาโนเมตร

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Spectrophotometer
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เตาระเหย
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Ferric sulfate $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}]$, AR grade
- Hydrochloric acid 36 - 38% (HCl), AR grade
- Nitric acid 69 - 70% (HNO_3), AR grade
- Perchloric acid 69 - 72% (HClO_4), AR grade
- Sodium thiocyanate (NaSCN), AR grade
- Stannous chloride ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), AR grade
- Sulfuric acid 93 - 98% (H_2SO_4), AR grade
- สารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม (Mo) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 กรดผสม HCl : HNO_3 อัตรา 3 : 1

ผสม 36 - 38% HCl กับ 69 - 70% HNO_3 ในอัตราส่วน 3 : 1 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 กรด HCl เจือจาง (1 : 5)

เจือจาง 36 - 38% HCl ด้วยน้ำกลั่น ในอัตราส่วน 1 : 5 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

4.1.3 กรด HCl เจือจาง (1 : 1)

เจือจาง 36 - 38% HCl ด้วยน้ำกลั่นในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน

- 4.1.4 กรด H_2SO_4 เจือจาง
เจือจาง 93 - 98% H_2SO_4 ด้วยน้ำกลั่นในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน
- 4.1.5 สารละลาย Sodium thiocyanate
ชั่ง Sodium thiocyanate จำนวน 100 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน แล้วเทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน
- 4.1.6 สารละลาย Ferric sulfate
ชั่ง Ferric sulfate จำนวน 5 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร เติมกรด H_2SO_4 เจือจางปริมาณ 10 มิลลิลิตร แล้วเทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
- 4.1.7 สารละลาย Stannous chloride
- 4.1.7.1 ชั่ง Stannous chloride จำนวน 25 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร เติมกรด HCl เจือจาง (1:1) ปริมาณ 100 มิลลิลิตร นำไปต้มจนสารละลายใส ทิ้งไว้ให้เย็น
- 4.1.7.2 เทใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน และถ่ายเก็บไว้ในขวดสีชา
- 4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน
- 4.2.1 สารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม 100 ppm
ปิเปตสารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
- 4.2.2 สารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม 25 ppm
ปิเปตสารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม 100 ppm ปริมาณ 25 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน
- 4.2.3 สารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 และ 2.5 ppm ใช้เป็น Working standard
ปิเปตสารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม 25 ppm ปริมาณ 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตร ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง
- 4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 2.0xxx ระบุเป็นช่วง?กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมกรด ผสมปริมาณ 40 มิลลิลิตร นำไปย่อยบนเตาระเหยจนเกือบแห้ง
- 4.3.2 เติมกรด 36 - 38% HCl ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ย่อยต่อจนเกือบแห้ง
- 4.3.3 เติมกรด HCl เจือจาง (1:5) ปริมาณ 25 มิลลิลิตร เพื่อละลายส่วนที่เหลือ ต้มโดยใช้ไฟอ่อนๆ เป็นเวลา 5 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
- 4.3.4 ถ่ายสารละลายตัวอย่าง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง แล้วนำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

- 4.4.1 นำ Working standard 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 และ 2.5 ppm เติมกรด H_2SO_4 เจือจางปริมาณ 2.5 มิลลิลิตร เติม 69 - 72% $HClO_4$ ปริมาณ 2.5 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Ferric sulfate ปริมาณ 1 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Sodium thiocyanate ปริมาณ 8 มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่น Stannous chloride ปริมาณ 5 มิลลิลิตร ทันทีก่อนที่ ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน และกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 หรือเบอร์ 5 ตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง
- 4.4.2 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.4) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมกรด H_2SO_4 เจือจางปริมาณ 2.5 มิลลิลิตร เติม 69 - 72% $HClO_4$ ปริมาณ 2.5 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Ferric sulfate ปริมาณ 1 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น Sodium thiocyanate ปริมาณ 8 มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่น Stannous chloride ปริมาณ 5 มิลลิลิตร ทันทีก่อนที่ ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน และกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 หรือเบอร์ 5 ตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง
- 4.4.3 นำสารละลายข้อ 4.4.1 และ 4.4.2 ไปวัดด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 460 นาโนเมตร บันทึกค่า Absorbance (A) หรือ Transmittance (%T)
- 4.4.4 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโมลิบดีนัม กับ ค่า A หรือ %T ของ Working standard

หมายเหตุ กรณีสารละลายตัวอย่างมีสี ให้ทำ Correction for sample color โดยทำ Corrective sample ตามข้อ 4.4.1 - 4.4.4 โดยไม่ใส่สารละลาย Sodium thiocyanate และสารละลาย Stannous chloride แล้วนำค่าความเข้มข้นของ Corrective sample ที่ได้ไปหักลบจากค่าความเข้มข้นของตัวอย่างเดียวกัน

5. คำนวณ

$$\% Mo = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

- 6.1 ผลการวิเคราะห์มากกว่าหรือเท่ากับ 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง
- 6.2 ผลการวิเคราะห์น้อยกว่า 1% รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 3 ตำแหน่ง

โซเดียม

Flame Photometric Method

.....

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมที่ละลายน้ำ ด้วย Flame photometric method โดยวัดหาปริมาณความเข้มของแสงที่ปล่อยออกมา (Intensive of emission) เมื่อสารละลายถูกเผาจนแตกตัวเป็นอะตอมปริมาณความเข้มของแสงจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับปริมาณของโซเดียมในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Flame photometer
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- สารละลายมาตรฐานโซเดียม (Na) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

-

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐานโซเดียม 100 ppm

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโซเดียม 1000 ppm ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐานโซเดียม 0, 5, 10, 15 และ 20 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโซเดียม 100 ppm ปริมาณ 0, 5, 10, 15 และ 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

ชั่งตัวอย่างจำนวน 1.xxxx ระบุเป็นช่วง?กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ถ้าสารละลายมีตะกอน กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.4 วิธีวิเคราะห์

- 4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน (หากไม่ทราบปริมาณโซเดียมในตัวอย่างต้องเตรียมและทดลองวัด เทียบกับสารละลายมาตรฐานก่อน) ไม่ปิเปตวัด 4.3 เลย?
- 4.4.2 นำ Working standard (ข้อ 4.2.2) และสารละลายตัวอย่างข้อ 4.4.1 ไปวัดค่า Intensive of emission ด้วย Flame photometer
- 4.4.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโซเดียม กับ ค่า Intensive of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Na} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

โซเดียม

Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopic Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมที่ละลายน้ำ ด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES) โดยสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้ร้อนขึ้นโดยพลาสมา (plasma) ที่มีพลังงานสูง ซึ่งเกิดจากก๊าซอาร์กอน (argon) สารที่ได้รับพลังงานจะแตกตัวเป็นไอออน (ions) และปล่อยพลังงานแสงออกมาที่มีความยาวคลื่นแตกต่างกัน ปริมาณแสงช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการจะถูกตรวจวัด โดยปริมาณความเข้มของแสงที่วัดได้จะเป็นปริมาณโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลาย

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-OES/ICP-AES)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- สารละลายมาตรฐานโซเดียม (Na) 1000 ppm

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียม 0 – 200 ppm ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโซเดียม 1000 ppm ให้ได้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 – 200 ppm อย่างน้อย 6 ความเข้มข้น ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

4.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 1.0000 กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร

4.2.2 เติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากันอีกครั้ง ถ้าสารละลายมีตะกอน กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1

4.3 วิธีวิเคราะห์

4.3.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.2) ตามความเหมาะสมให้ปริมาณความเข้มข้นอยู่ในช่วงการวัด ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากันไม่ปิเปตวัด 4.2.2 เลย?

4.3.2 นำ Working standard (ข้อ 4.1) และสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3.1) ไปวัดหาปริมาณโซเดียม ด้วย Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

4.3.3 หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่าง กับกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโซเดียม กับ ค่า Intensity of emission ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Na} = \frac{\text{ppm} \times \text{dilution factor}}{\text{wt. of sample (g)} \times 10^6} \times 100$$

โดยที่

$$\text{ppm} = \text{ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จาก กราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

คลอไรด์ Argentometric Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ในปุ๋ยเคมี

2. หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ใช้ Argentometric method โดยนำตัวอย่างปุ๋ยมาละลายน้ำแล้วนำส่วนใสมาไตเตรท กับสารละลายซิลเวอร์ ไนเตรท (Silver nitrate) และมีโพแทสเซียมโครเมต (Potassium chromate) เป็นอินดิเคเตอร์

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- บิวเรต ขนาด 10 มิลลิลิตร
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Activated charcoal, AR grade
- Potassium chromate (K_2CrO_4), AR grade
- Silver nitrate ($AgNO_3$), AR grade
- Sodium chloride (NaCl), AR grade

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลาย Potassium chromate indicator

- 4.1.1.1 ชั่ง Potassium chromate จำนวน 5 กรัม ใส่ปิกรอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร
- 4.1.1.2 เติมสารละลาย Silver nitrate 0.1 โมลาร์ ปริมาณ 2 – 3 หยด หรือจนกระทั่งเกิดตะกอนสีแดง ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง
- 4.1.1.3 กรองตะกอนผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1
- 4.1.1.4 เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย Sodium chloride

ชั่ง Sodium chloride จำนวน 0.3xxx กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเข้าให้เข้ากัน

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐาน Silver nitrate 0.1 โมลาร์

ชั่ง Silver nitrate จำนวน 1.6xxx กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน Silver nitrate 0.1 โมลาร์ (Standardization)

4.2.2.1 ปิเปตสารละลายมาตรฐาน Sodium chloride ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร นำไปไทเทรตหาความเข้มข้นกับสารละลาย Silver nitrate 0.1 โมลาร์ โดยใช้ Potassium chromate เป็น Indicator

4.2.2.2 คำนวณความเข้มข้นของ Silver nitrate

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

4.3.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 1.xxxx – 2.xxxx กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.3.2 กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1 ในกรณีที่สารละลายมีสีทำการฟอกสีด้วย Activated charcoal

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (ข้อ 4.3) ปริมาณ 5 – 10 มิลลิลิตร หรือตามความเหมาะสมตามปริมาณความเข้มข้นของตัวอย่าง ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร หยดสารละลาย Potassium chromate ลงไป 3 – 4 หยด

4.4.2 ไทเทรตกับสารละลาย Silver nitrate จนถึงจุดยุติ จะได้ตะกอนที่สีส้มแดงของ Silver chromate (Ag_2CrO_4) บันทึกรูป

4.4.3 ทำการวิเคราะห์แบลงค์ (Blank) ตามข้อ 4.4.1 - 4.4.2 โดยไม่ใส่สารละลายตัวอย่าง

5. คำนวณ

5.1 การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน Silver nitrate 0.1 โมลาร์ (Standardization)

$$A = \frac{\text{wt. of NaCl} \times \text{Dilution factor} \times 1}{58.443 \times \text{mL. of AgNO}_3}$$

โดยที่

$$\begin{aligned} A &= \text{ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน Silver nitrate (โมลาร์)} \\ \text{mL. of AgNO}_3 &= \text{ปริมาตรของ Silver nitrate ที่ใช้ไทเทรตกับสารละลาย NaCl} \\ 58.443 &= \text{สมมูลของโซเดียมคลอไรด์} \end{aligned}$$

5.2 การหาปริมาณคลอไรด์ในตัวอย่าง

$$\% \text{ Cl}^- = \frac{A \times (\text{ml. of AgNO}_3 - \text{ml. of Blank}) \times 35.453 \times \frac{100}{w} \times \frac{100}{y}}{1000}$$

โดยที่

A	=	ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน Silver nitrate (โมลาร์)
ml. of AgNO ₃	=	ปริมาตร Silver nitrate ที่ใช้ไตเตรทกับสารละลายตัวอย่าง
ml. of Blank	=	ปริมาตร Silver nitrate ที่ใช้ไตเตรทกับแบลงค์ (Blank)
w	=	น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)
y	=	ปริมาณตัวอย่างที่ปิเปต (มิลลิลิตร)
35.453	=	สมมูลของคลอไรด์

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

ไบยูเรต Copper Complex Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณไบยูเรต ซึ่งเป็นสารพิษปนเปื้อนอยู่ในปุ๋ยยูเรีย

2. หลักการ

ใช้ Copper complex method โดยให้ไบยูเรตในตัวอย่างปุ๋ยยูเรียทำปฏิกิริยากับคอปเปอร์ซัลเฟต (Copper sulfate) ในสารละลายที่มีสภาพเป็นด่าง จะได้สารประกอบเชิงซ้อนสีน้ำเงิน แล้วทำการวิเคราะห์หาปริมาณไบยูเรตด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- Spectrophotometer
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Biuret ($C_2H_5O_2N_3$), AR Grade
- Copper sulfate ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), AR Grade
- Potassium sodium tartrate ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$), AR Grade
- Sodium hydroxide (NaOH), AR Grade

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.8 %

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ จำนวน 8 กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ละลายและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย Copper complex

4.1.2.1 ชั่ง Potassium sodium tartrate จำนวน 40 กรัม ใส่ปิกรขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมสารละลาย 0.8 % NaOH ปริมาณ 800 มิลลิลิตร คนจนละลายหมด

4.1.2.2 เติม Copper sulfate จำนวน 10 กรัม คนจนละลายหมด เทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 0.8% NaOH

4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2.1 สารละลายมาตรฐาน Biuret-N 4 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร

ซึ่ง Biuret จำนวน 0.9813 กรัม (ซึ่งผ่านการอบที่ 105 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง) ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำกลั่น อุณหภูมิห้องจนสารละลายใส ทิ้งให้เย็น แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน

4.2.2 สารละลายมาตรฐาน Biuret-N 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิลิตร ใช้เป็น Working standard

ปิเปตสารละลายมาตรฐาน Biuret-N 4 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร ปริมาณ 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 20 มิลลิลิตร

4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

ซึ่งตัวอย่างจำนวน 3.xxxx กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาณ 20 มิลลิลิตร เขย่าให้ละลาย

4.4 วิธีวิเคราะห์

4.4.1 นำสารละลายมาตรฐานข้อ 4.2.2 และสารละลายตัวอย่างข้อ 4.3 เติมสารละลาย Copper complex ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากันตั้งทิ้งไว้ 30 นาที

4.4.2 นำไปวัดความเข้มของสีด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร บันทึกค่า Absorbance (A) หรือ Transmittance (%T)

4.4.3 หาคความเข้มข้น Biuret-N ของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างกับกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ Biuret-N (มิลลิลิตร) และ ค่า A หรือ %T ของ Working standard

5. คำนวณ

$$\% \text{ Biuret - N} = \frac{(\text{ml. of Biuret - N}) \times 1 \times 4 \times 100}{\text{wt. of sample (g)} \times 1000}$$

$$\% \text{ Biuret} = \frac{(\text{ml. of Biuret - N}) \times 0.9813}{\text{wt. of sample (g)}}$$

โดยที่

$$4 = \text{ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่เตรียม (มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร)}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

ขนาดเม็ดปุย Dry Sieving Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เป็นการวิเคราะห์หาขนาดเม็ดปุยโดยวิธีร่อนด้วยตะแกรงร่อนมาตรฐาน เพื่อหาขนาดของเม็ดปุย

2. หลักการ

หาขนาดเม็ดปุยโดยวิธีร่อนผ่านตะแกรงร่อนมาตรฐาน เพื่อสามารถแยกเม็ดปุยขนาดใหญ่ที่ปะปนอยู่กับเม็ดปุยขนาดเล็กออกจากกัน

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องเขย่าตะแกรงร่อน (Sieve shaker)
- เครื่องชั่ง ทศนิยม 2 ตำแหน่ง
- ตะแกรงร่อนมาตรฐานเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 นิ้ว
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

-

4. วิธีการ

4.1 ชั่งตัวอย่างประมาณ 100 กรัม ใส่ปิกเกอร์แก้ว บนตีก้นน้ำหนัก

4.2 เทตัวอย่างลงในตะแกรงร่อนมาตรฐาน โดยเรียงเป็นชั้นให้ขนาดรูใหญ่อยู่ด้านบนและชั้นล่างรูเล็กกว่า ซึ่งรองรับด้วยจานรองรับตัวอย่างอยู่ด้านล่าง ปิดฝา

4.3 เขย่าด้วยเครื่องเขย่าตะแกรงร่อน ประมาณ 8 นาที

4.4 ชั่งน้ำหนักตัวอย่างในตะแกรงร่อนมาตรฐานบนสุดและในจานรองรับตัวอย่าง บนตีก้นน้ำหนัก

5. คำนวณ

$$\% \text{ ขนาดเม็ดปุย} = \frac{[a - (b + c)]}{a} \times 100$$

โดยที่

- a = น้ำหนักตัวอย่างทั้งหมด (กรัม)
- b = น้ำหนักตัวอย่างที่เหลือนบนตะแกรงร่อนมาตรฐานชั้นบนสุด (กรัม)
- c = น้ำหนักตัวอย่างที่เหลือนในจานรองรับ (กรัม)

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

ความละเอียดของอนุภาคปุ๋ย Wet Sieving Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เป็นการวิเคราะห์หาความละเอียดของปุ๋ยหินฟอสเฟต

2. หลักการ

หาความละเอียดของอนุภาคปุ๋ยหินฟอสเฟต โดยใช้น้ำเป็นตัวช่วยในการแยกอนุภาคละเอียดออกจากอนุภาคขนาดใหญ่ผ่านตะแกรงร่อนมาตรฐาน

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- ตะแกรงร่อนมาตรฐานเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 นิ้ว ขนาดตามความต้องการ
- ตู้อบ (Hot air oven)
- โถดูดความชื้น (Desiccator)
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

-

4. วิธีการ

- 4.1 ชั่งตัวอย่างที่ไม่ผ่านการบด ประมาณ 20 กรัม ใส่ปิกเกอร์แก้ว บนตีกน้ำหนัก
- 4.2 เทตัวอย่างลงในตะแกรงร่อนมาตรฐานขนาดตามที่ต้องการ
- 4.3 ใช้น้ำชะเบาๆ ระวังไม่ให้ตัวอย่างกระเด็นออกนอกตะแกรงร่อนมาตรฐาน
- 4.4 ล้างตัวอย่างที่เหลืออยู่ในตะแกรงร่อน ด้วยน้ำลงในปิกเกอร์แก้ว
- 4.5 รินน้ำส่วนบนออก
- 4.6 นำตัวอย่างที่เหลือไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 4.7 นำตัวอย่างออกมาใส่ Desiccator ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วชั่งน้ำหนัก

5. คำนวณ

$$\% \text{ อนุภาคที่ผ่านตะแกรงร่อน} = \frac{(a-b)}{a} \times 100$$

โดยที่

a = น้ำหนักตัวอย่างทั้งหมด (กรัม)

b = น้ำหนักตัวอย่างที่เหลือในตะแกรงร่อนมาตรฐานขนาดตามที่ต้องการ (กรัม)

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

อินทรีย์วัตถุ อินทรีย์คาร์บอน Walkley and Black Method

1. ขอบข่ายและวัตถุประสงค์

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณอินทรีย์วัตถุ และอินทรีย์คาร์บอน ในปุ๋ยอินทรีย์เคมี

2. หลักการ

ประยุกต์ใช้วิธีของ Walkley and Black โดยย่อยตัวอย่างปุ๋ยอินทรีย์เคมีด้วยกรดซัลฟูริก (Sulfuric acid) แล้วทำการออกซิไดซ์อินทรีย์คาร์บอนในตัวอย่างปุ๋ยด้วยกรดโครมิกที่มากเกินพอ จากนั้นไตเตรทกรดโครมิกที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาด้วยสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟต ผลวิเคราะห์ที่ได้จะมีค่าเป็น 77 เปอร์เซ็นต์ของอินทรีย์คาร์บอนที่มีอยู่จริง คำนวณหาปริมาณอินทรีย์วัตถุ โดยใช้สมมติฐานของการหาปริมาณอินทรีย์วัตถุในดินซึ่งระบุว่าปริมาณอินทรีย์คาร์บอนจะคิดเป็น 58 เปอร์เซ็นต์ของอินทรีย์วัตถุในดิน

3. เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี

3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร
- เครื่องแก้ว และวัสดุอื่นๆ ที่ใช้ในการปฏิบัติการวิเคราะห์

3.2 สารเคมี

- Ferrous sulfate ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) หรือ Ammonium ferrous sulfate ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), AR grade
- O-phenanthroline indicator ($\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), AR grade
- Potassium dichromate ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), AR grade
- Sulfuric acid 93 - 98% (H_2SO_4), AR grade

4. วิธีการ

4.1 การเตรียมรีเอเจนต์ (Reagent)

4.1.1 สารละลายมาตรฐาน Potassium dichromate (Oxidizing agent) 1 นอร์มอล

ชั่ง Potassium dichromate ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง จำนวน 49.0247 กรัม ใส่ปิกรขนาด 600 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร คนให้ละลายหมด ถ่ายและล้างใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน

4.1.2 สารละลาย Ferrous sulfate (Reducing agent) 0.5 นอร์มอล

4.1.2.1 ชั่ง Ferrous sulfate จำนวน 139.0085 กรัม (หรือใช้ Ammonium ferrous sulfate จำนวน 196.07 กรัม) ใส่ปิกรขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 600 มิลลิลิตร คนให้ละลายหมด ถ่ายและล้างใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร

4.1.2.2 เติม 93 - 98% H_2SO_4 ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรเป็น 1000 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

4.1.3 สารละลาย O-phenanthroline ferrous sulfate indicator

ชั่ง O-phenanthroline จำนวน 0.74 กรัม และ Ferrous sulfate จำนวน 0.35 กรัม ใส่ปิกรเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร คนจนละลายหมด

4.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

4.2.1 ชั่งตัวอย่างจำนวน 0.1xxx – 0.5xxx กรัม ใส่ Erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร หรือ 250 มิลลิลิตร

4.2.2 ปิเปตสารละลาย Potassium dichromate ปริมาณ 10 มิลลิลิตร เติมลงไปในตัวอย่าง

4.2.3 เติม 93 - 98% H₂SO₄ ปริมาณ 15 มิลลิลิตร ลงไปในสารละลายตัวอย่าง ข้อ 4.2.2 อย่างช้าๆ ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในตู้ดูดควัน 16 ชั่วโมง

4.2.4 เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร เติมสารละลาย O-phenanthroline ferrous sulfate ปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร

4.3 วิธีวิเคราะห์

นำสารละลายตัวอย่างมาไตเตรทด้วยสารละลาย Ferrous sulfate จนได้สารละลายสีเขียว และเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นน้ำตาลปนแดง แสดงว่าถึงจุดยุติ บันทึกผล

หมายเหตุ ทำแบลงค์ (Blank) โดยไม่ใส่ตัวอย่าง เตรียมและวิเคราะห์เช่นเดียวกับตัวอย่าง

5. การคำนวณ

$$\% \text{ อินทรีย์คาร์บอน (OC)} = \frac{0.3896 \times N \times B(C - D)}{\text{wt. of sample (g)} \times C}$$

$$\% \text{ อินทรีย์วัตถุ (OM)} = \frac{\% \text{ OC}}{58} \times 100$$

(Equivalent to soil)

โดยที่

B = ปริมาตรของ K₂Cr₂O₇ ที่เติมลงไปในตัวอย่าง และแบลงค์ (มิลลิลิตร)

C = ปริมาตรของ FeSO₄·7H₂O ที่ไตเตรทพอดีกับ K₂Cr₂O₇ ในแบลงค์ (มิลลิลิตร)

D = ปริมาตรของ FeSO₄·7H₂O ที่ไตเตรทพอดีกับ K₂Cr₂O₇ ในตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

N = ความเข้มข้นเป็นนอร์มอลของสารละลายมาตรฐาน K₂Cr₂O₇

0.3896 = มิลลิกรัมสมมูลของคาร์บอน x เปอร์เซ็นต์การคืนกลับของการเปลี่ยนรูปของอินทรีย์คาร์บอนที่ถูกออกซิไดส์ได้ง่ายเป็นอินทรีย์คาร์บอนทั้งหมด

$$\frac{12}{4000} = \text{มิลลิกรัมสมมูลของคาร์บอน}$$

$$\frac{100}{77} = \text{ร้อยละการคืนกลับของการเปลี่ยนรูปของ OC ที่ถูกออกซิไดส์ได้ง่ายเป็น Total OC}$$

$$\frac{100}{58} = \text{ค่าคงที่ตามสมมุติฐานของการหาปริมาณอินทรีย์วัตถุในดิน}$$

6. รายงานผลการวิเคราะห์

รายงานผลด้วยตัวเลขทศนิยม 1 ตำแหน่ง

เอกสารอ้างอิง

- แม่น อมรสิทธิ์ และอมร เพชรสม. ๒๕๕๒. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. บริษัท ชวนพิมพ์ ๕๐ จำกัด, กรุงเทพฯ. ๒๗๖ หน้า.
- Allison, L. E. 1965. Organic Carbon. Methods of Soil Analysis, Part 2, ed. C. A. Black. Agronomy No. 9, Monograph Series, American Society of Agronomy, Madison, Wis., pp. 1367-78.
- APHA, AWWA and WEF. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th ed. Part 4000: Inorganic Nonmetallic Constituents. United Book Press, Inc., Baltimore, MD.
- ASTM, 2007. Standard Test Method for Total Nitrogen in Peat Materials: D 2973-71, pp. 311-312. Annual Book of ASTM Standards 2007. ASTM International, West Conshohocken, PA.
- Latimer, George W. (ed). 2012. Official Methods of Analysis of AOAC International. 19th ed. AOAC International, Gaithersburg, MD.
- The National Institute of Agro-Environmental Sciences. 1987. Official Methods of Analysis of Fertilizers. Foundation Norin Kosaikai, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, Japan.

รูปแบบรายงานผลการทดสอบ

ส่วนที่ 1

(รายละเอียดตามเอกสาร คำชี้แจงประกอบรายงานผลการทดสอบ)

รายงานผลการทดสอบตัวอย่างปฏิก

ส่วนที่ 2

(รายละเอียดตามเอกสาร คำชี้แจงประกอบรายงานผลการทดสอบ)

Lab.No. รหัสตัวอย่าง หรือ เลขที่ตัวอย่าง

วันรับ/ทดสอบตัวอย่าง

วันส่งรายงาน

รายการทดสอบ	ผลทดสอบ	ผู้ทดสอบ	วิธีทดสอบ	รายการทดสอบ	ผลทดสอบ	ผู้ทดสอบ	วิธีทดสอบ
ส่วนที่ 5 รายการทดสอบระบุเป็น ภาษาอังกฤษหรือ ภาษาไทยโดยเรียงลำดับ รายการ (รายละเอียด ตามเอกสารคำชี้แจง ประกอบรายงานผลการ ทดสอบ)							

รายงานนี้ - รับรอง เฉพาะตัวอย่างที่ส่งมานี้เท่านั้น ห้ามนำไปโฆษณาเพื่อการค้าใดๆทั้งสิ้น
- วิธีทดสอบ ตามประกาศกรมวิชาการเกษตร

- ถ้ามีชุด ฆ่า ชีด ตก ไม่รับรองรายงาน
- ND = Non Detection

ส่วนที่ 3

(รายละเอียดตามเอกสาร คำชี้แจงประกอบรายงานผลการทดสอบ)

ลงชื่อ
(.....)

ส่วนที่ 4

(รายละเอียดตามเอกสาร คำชี้แจงประกอบรายงานผลการทดสอบ)

ลงชื่อ
(.....)

คำชี้แจงประกอบตัวอย่างรายงานผลการทดสอบ

ส่วนที่ 1 ประกอบด้วยรายละเอียดห้องปฏิบัติการ เช่น ชื่อห้องปฏิบัติการ, ที่อยู่, โลโก้, เลขที่เอกสาร ฯลฯ

ส่วนที่ 2 ประกอบด้วยรายละเอียดตามประเภทการนำไปใช้งาน ได้แก่

ตัวอย่างที่ 1 รายละเอียด เพื่อประกอบการขึ้นทะเบียน

ชื่อตัวอย่าง.....	สูตร
ลักษณะปฏิกิริยา.....	สี.....
ชื่อสามัญ (ถ้ามี).....	
ชื่อการค้า	เครื่องหมายการค้า
ผู้ขอขึ้นทะเบียน	
ผู้ผลิต	
ส่งจาก (ถ้ามี) : กรณีเป็นผู้ผลิตแบบแบ่งบรรจุ	

ตัวอย่างที่ 2 เพื่อวัตถุประสงค์อื่น ตามที่ผู้รับบริการต้องการ

ชื่อตัวอย่าง.....	สูตร
ลักษณะปฏิกิริยา.....	สี.....
*** อื่นๆตามที่ผู้รับบริการต้องการ ***	

- ชื่อตัวอย่าง หมายถึง ประเภทต่างๆของปฏิกิริยาได้แก่ ปฏิกิริยาเชิงเดี่ยว,เชิงประกอบ,เชิงผสม,ธาตุอาหารรอง-เสริม
- สูตร หมายถึง ปริมาณธาตุอาหาร
- ลักษณะปฏิกิริยา หมายถึง ลักษณะของปฏิกิริยาเป็น เม็ด,เกล็ด,ผง,B/B(แบบคลุกเคล้า),ปฏิกิริยาน้ำ
- สี ที่ปรากฏเห็นได้ซึ่งอาจมีมากกว่า 1 สี
- มีการบ่งชี้เฉพาะของตัวอย่างด้วย Lab. No.หรือรหัสตัวอย่างหรือเลขที่ตัวอย่าง

ส่วนที่ 3 เป็นการลงนามโดยผู้ควบคุม หรือ หัวหน้าห้องปฏิบัติการ (อาจไม่มีก็ได้แต่ต้องมีการควบคุมในระบบงาน)

ส่วนที่ 4 เป็นการลงนามโดยผู้มีอำนาจในการอนุมัติรายงานผลการทดสอบซึ่งผูกพัน รับผิดชอบตามกฎหมาย มีการประทับตราบริษัท

ส่วนที่ 5 รายการทดสอบระบุเป็นภาษาอังกฤษหรือภาษาไทยโดยเรียงลำดับรายละเอียดดังนี้

ลำดับที่	รายการวิเคราะห์	
	ภาษาอังกฤษ	ภาษาไทย
1	pH	ความเป็นกรด-ด่าง
2	Moisture Content	ความชื้น
3	Specific Gravity	ความถ่วงจำเพาะ
4	Total Nitrogen	ไนโตรเจนทั้งหมด
5	Ammonium Nitrogen	แอมโมเนียมไนโตรเจน
6	Nitrate Nitrogen	ไนเตรทไนโตรเจน
7	Urea Nitrogen	ยูเรียไนโตรเจน
8	Total Phosphorus	ฟอสฟอรัสทั้งหมด
9	Water Soluble Phosphorus	ฟอสฟอรัสที่ละลายน้ำ
10	Citrate Insoluble Phosphorus	ฟอสฟอรัสที่ไม่ละลายในสารละลายแอมโมเนียมซิเตรท
11	Available Phosphorus	ฟอสฟอรัสที่เป็นประโยชน์
12	Water Soluble Potassium	โพแทสเซียมที่ละลายน้ำ
13	Calcium Oxide	แคลเซียมออกไซด์
14	Magnesium Oxide	แมกนีเซียมออกไซด์
15	Total Calcium	แคลเซียมทั้งหมด
16	Total Magnesium	แมกนีเซียมทั้งหมด
17	Total Sulfur	กำมะถันทั้งหมด
18	Total Iron	เหล็กทั้งหมด
19	Total Zinc	สังกะสีทั้งหมด
20	Total Manganese	แมงกานีสทั้งหมด
21	Total Copper	ทองแดงทั้งหมด
22	Total Cobalt	โคบอลต์ทั้งหมด
23	Total Molybdenum	โมลิบดีนัมทั้งหมด
24	Boron	โบรอน
25	Chloride	คลอไรด์
26	Sodium	โซเดียม
27	Biuret	ไบยูเรต
28	Biuret Nitrogen	ไบยูเรตไนโตรเจน
29	Organic Matter	อินทรีย์วัตถุ
30	Fineness	ความละเอียด
31	Particle size	ขนาด

หมายเหตุ - ฟอสฟอรัส รายงานผลในรูป P_2O_5 (Phosphorus pentaoxide)
 - โพแทสเซียม รายงานผลในรูป K_2O (Potassium oxide)