ข้อมูลข่าวสาร วศ.

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ
กม
อว 4

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

เรื่องที่ 2

การศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี โดย Flame Photometric Method

โดย
นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม
นักวิทยาศาสตร์ 5

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3
กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

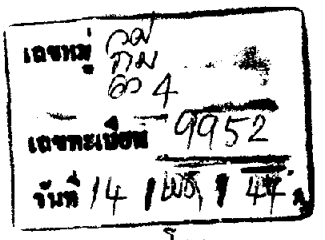
กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

เรื่องที่ 2

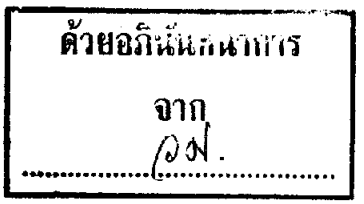
การศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี โดย Flame Photometric Method



โดย

นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม

นักวิทยาศาสตร์ 5



กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

การศึกษาเพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ในปุ๋ยเคมี โดยพัฒนาวิธีการวิเคราะห์จากการตกตะกอนด้วยวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method ซึ่งต้องใช้สารเคมีต่าง ๆ หลายชนิดในขั้นตอนการวิเคราะห์ และใช้เวลาในการวิเคราะห์ประมาณ 2 วัน ,มาเป็นการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ โดยวิธี Flame Photometric Method ซึ่งใช้เวลาในการวิเคราะห์เพียงครึ่งวัน และใช้สารเคมีน้อยชนิดในขั้นตอนการวิเคราะห์ ทำให้สามารถประหยัดงบประมาณด้านสารเคมี และช่วยลดมลพิษจากการใช้สารเคมีในขั้นตอนการวิเคราะห์ โดยทำการศึกษาทดลองกับปุ๋ยเคมีเชิงผสม จำนวน 20 ตัวอย่าง ที่มีปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ในช่วง 4-30% พบว่าผลการวิเคราะห์ด้วยวิธีการทั้ง 2 มีความสอดคล้องกัน แต่การวิเคราะห์ด้วยวิธี Flame Photometric Method จะให้ผลวิเคราะห์สูงกว่าวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method 0.03 ถึง 0.23% ทั้งนี้เป็นสาเหตุมาจากตัวรบกวนการวิเคราะห์ เช่น calcium, magnesium, sodium ฯลฯ ในปุ๋ยเคมีเชิงผสมที่ยังไม่ได้กำจัดออกไป ตามข้อระบุของการใช้เครื่องมือ ที่จำเป็นต้องมีการกำจัดตัวรบกวนต่าง ๆ ออกไป ถ้ามีตัวรบกวนอยู่ในปริมาณสูง ในอัตราส่วนระหว่างตัวรบกวน 2 ถึง 100 ต่อธาตุโพแทสเซียม 1 ส่วน ตามชนิดของตัวรบกวน แต่ในปุ๋ยเคมีเชิงผสมทั่วไปจะมีอัตราส่วนของตัวรบกวนดังกล่าว น้อยกว่า 1 จึงไม่ได้กำจัดตัวรบกวนออกไป

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ

บทนำ 1

วัตถุประสงค์ 2

ขอบเขตของการศึกษาทดลอง 2

เอกสารทางวิชาการ 2

หลักการวิเคราะห์ 3

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 9

สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 10

วิธีการวิเคราะห์ทดลอง 10

ตัวอย่างที่ทำการศึกษาทดลอง 13

ผลการทดลอง 14

วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง 15

ประโยชน์ที่ได้รับ 18

เอกสารอ้างอิง 19

ภาคผนวก ก คำอธิบายความหมายของคำ 20

ภาคผนวก ข เครื่อง Flame Photometer 21

เรื่อง การศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีโดย Flame Photometric Method

บทนำ

ธาตุโพแทสเซียม เป็นธาตุอาหารหลักธาตุหนึ่งในบรรดาธาตุอาหารหลัก 3 ธาตุ คือ ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส และโพแทสเซียม ที่มีความจำเป็นต่อพืชเป็นอย่างยิ่ง ธาตุโพแทสเซียมที่พืชต้องการจะอยู่ในรูปโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ งานวิเคราะห์ปุ๋ยและวัตถุดิบ ฝ่ายวิเคราะห์สารเคมีทางการเกษตร กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ มีหน้าที่วิเคราะห์หาปริมาณธาตุอาหารพืชต่างๆ รวมถึงธาตุโพแทสเซียมที่มีอยู่ในปุ๋ยเคมี การวิเคราะห์ปริมาณธาตุอาหารพืช เพื่อประโยชน์ในการขึ้นทะเบียนปุ๋ย และ/หรือเพื่อการประมูลซื้อขาย โดยให้บริการแก่ หน่วยงานเอกชน หน่วยงานราชการ และประชาชนทั่วไปที่ส่งตัวอย่างมาขอรับการวิเคราะห์ การวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี เป็นการวิเคราะห์ทางเคมี (Chemical analysis) โดยใช้วิธี Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method วิธีนี้ใช้ขั้นตอนและระยะเวลาในการวิเคราะห์ประมาณ 2 วัน ปัจจุบันความก้าวหน้าในการผลิตเครื่องมือในการวิเคราะห์ (Instrumental analysis) ได้ผลิตเครื่องมือวิเคราะห์โดยใช้วิธี Flame Photometric Method วิธีนี้ใช้ขั้นตอนและระยะเวลาในการวิเคราะห์ประมาณครึ่งวัน จึงได้ทำการศึกษาเพื่อพัฒนาการวิเคราะห์ โดยทำการศึกษาเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์ระหว่าง Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method เทียบกับ Flame Photometric Method เพื่อให้การวิเคราะห์เป็นไปอย่างถูกต้องและรวดเร็ว ลดขั้นตอน ระยะเวลาในการวิเคราะห์ และลดปริมาณการใช้สารเคมีในการวิเคราะห์ตัวอย่าง

วัตถุประสงค์/.....

วัตถุประสงค์

1. ศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีด้วยวิธี Flame Photometric Method

2. ศึกษาเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีระหว่างวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method เปรียบเทียบกับวิธี Flame Photometric Method

3. ศึกษาพัฒนาการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีเพื่อ

3.1 ลดขั้นตอนและระยะเวลาในการวิเคราะห์

3.2 ลดปริมาณการใช้สารเคมีในการวิเคราะห์

ระยะเวลาที่ทำการศึกษาทดลอง

ระยะเวลาที่ทำการศึกษาทดลอง เดือนกันยายน 2535 - เดือนกันยายน 2536

ขอบเขตของการศึกษาทดลอง

ตัวอย่างปุ๋ยเคมี ที่มีระดับโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) 4-30%

เอกสารทางวิชาการ

ธาตุโพแทสเซียมเป็นธาตุอาหารหลักที่สำคัญที่พืชต้องการจะอยู่ในรูปโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ เพื่อนำไปใช้ในการสร้างและเคลื่อนย้ายอาหาร พวกแป้ง และน้ำตาลไปเลี้ยงส่วนต่าง ๆ ที่กำลังเจริญเติบโต และส่งไปเก็บไว้เป็นเสบียงที่หัวหรือที่ลำต้น พืชที่มีความต้องการธาตุโพแทสเซียมในปริมาณสูง เช่น มัน มะพร้าว อ้อย ฯลฯ ถ้าพืชขาดธาตุโพแทสเซียม หัวจะลีบ มะพร้าวไม่มัน อ้อยไม่ค่อยมีน้ำตาล และมักเหี่ยวง่าย แคระแกร็น ใบล่างเหลือง เกิดเป็นรอยไหม้ตามขอบใบ ส่วนพืชที่ได้รับธาตุโพแทสเซียมอย่างเพียงพอ พืชจะมีความแข็งแรงไม่ล้มง่าย เซลล์พืชจะอิ่มตัวด้วยน้ำอยู่เสมอ รากมีความสามารถในการดูดน้ำได้ดี และพืชมีการสร้างหัวที่สมบูรณ์ ดังนั้นธาตุโพแทสเซียม จึงมีความจำเป็นต่อคุณภาพของพืชต่าง ๆ

ตามปกติ/.....

ตามปกติในดินจะมีธาตุโพแทสเซียมเป็นจำนวนมาก ในดินบางแห่งอาจมีถึง 10,000 กิโลกรัม ต่อเนื้อที่ 1 ไร่ แต่พืชสามารถใช้ได้เพียง 25-150 กิโลกรัมเท่านั้น เพราะธาตุโพแทสเซียมส่วนใหญ่อยู่ในรูป alumino silicates ที่ไม่ละลายน้ำ ธาตุโพแทสเซียม นอกจากพบตามธรรมชาติที่อยู่ในดินแล้ว ยังได้จากการสังเคราะห์จากโรงงาน โดยการผลิตในรูป ปุ๋ยเชิงเดี่ยว เช่น Potassium sulphate (K_2SO_4) ปุ๋ยเชิงประกอบ เช่น Potassium nitrate (KNO_3) หรือปุ๋ยเชิงผสม เช่น ปุ๋ยเกรด 13-13-21 ปัจจุบันมีการนำเข้าปุ๋ยเคมีจากต่างประเทศเพื่อใช้กับพืชผลทางการเกษตรเป็นจำนวนมาก ปุ๋ยเคมีที่ผลิตเองภายในประเทศและที่นำเข้าจากต่างประเทศ มีความจำเป็นต้องทำการตรวจวิเคราะห์เพื่อทราบว่ามีธาตุอาหารตามที่ผู้ผลิตระบุหรือไม่

หลักการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีมีหลักการวิเคราะห์ดังนี้

- การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ (Instrumental Analysis)
- การวิเคราะห์ทางเคมี (Chemical Analysis)

1. การวิเคราะห์ทางเคมี (Chemical Analysis) ด้วยการตกตะกอน (Gravimetric method) สามารถวิเคราะห์ได้ 2 วิธี คือ

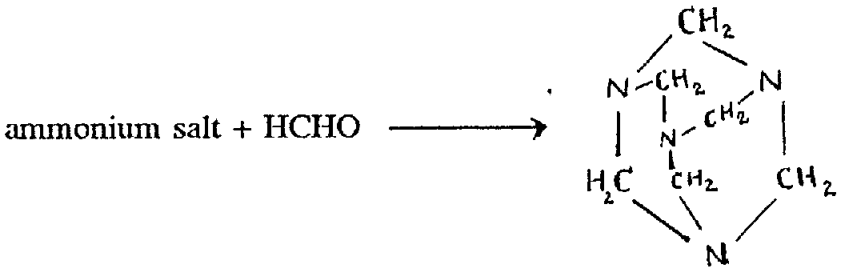
1.1 Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method ใช้วิธีการตกตะกอน potassium salt ด้วย sodium tetraphenylborate ได้ตะกอนสีขาวของ potassium tetraphenylborate

$$\text{potassium salt} + Na(C_6H_5)_4B \longrightarrow K(C_6H_5)_4B$$

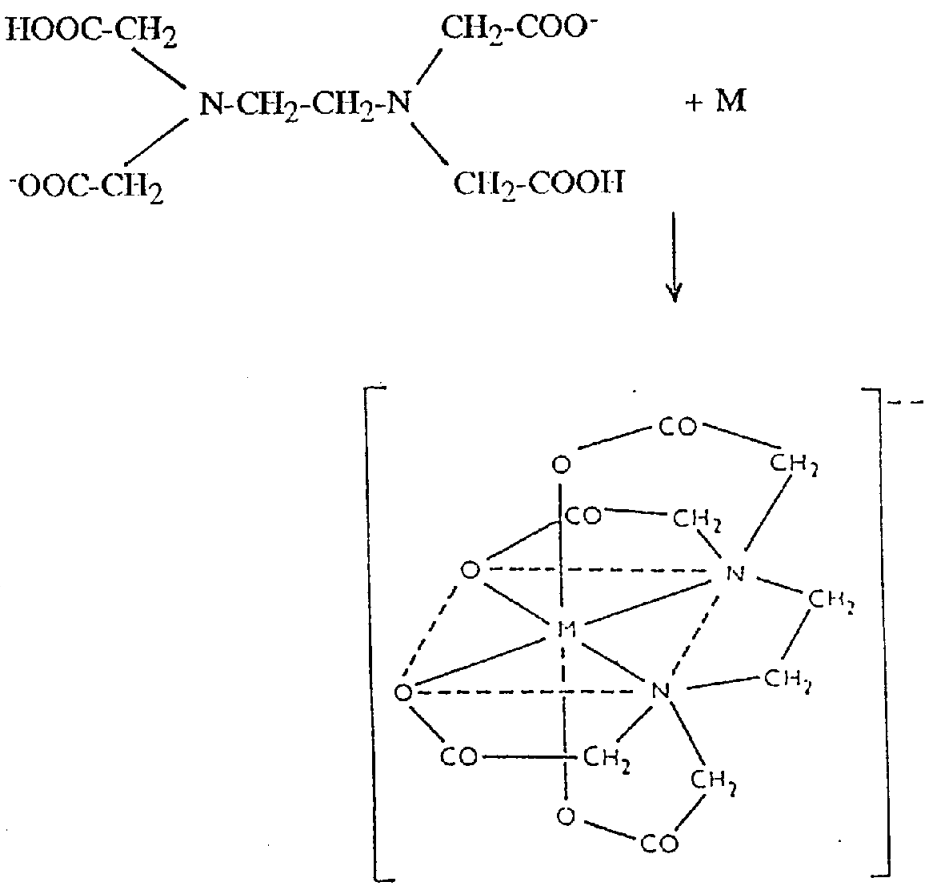
วิธีนี้/.....

วิธีนี้มีตัวรบกวนการวิเคราะห์ (interferences) ที่ต้องกำจัด ได้แก่

- ammonium salt สามารถกำจัดโดยการเติม formaldehyde solution ammonium salt จะทำปฏิกริยากับ formaldehyde เกิดเป็น hexamethylene tetramine



- calcium และ magnesium สามารถกำจัดโดยการเติม EDTA-NaOH calcium และ magnesium จะเกิด complex กับ EDTA ดังสมการ



จากสมการ/.....

จากสมการ formaldehyde จะทำปฏิกริยากับ ammonium salt และจากสมการ EDTA จะเกิด complex กับ calcium และ magnesium กันไม่ให้สารเหล่านี้เกิดปฏิกริยากับ sodium tetraphenylborate ดังนั้นจึงเหลือเฉพาะ potassium salt เท่านั้นที่เกิดปฏิกริยากับ sodium tetraphenylborate ได้ตะกอนสีขาวของ potassium tetraphenylborate

<u>หมายเหตุ</u> - M คือ calcium หรือ magnesium

1.2 Lindo-Gladding Method ใช้หลักการตกตะกอน potassium salt ด้วย chloroplatinic acid ได้ตะกอนสีเหลืองของ potassium chloroplatinate

potassium salt + H_2PtCl_6 ⟶ K_2PtCl_6

วิธีนี้มีตัวรบกวนการวิเคราะห์ (interferences) ที่ต้องกำจัด ได้แก่

- ammonium salt สามารถกำจัดโดยวิธีการเผาไล่

- iron และ aluminium สามารถกำจัดโดยการตกตะกอนด้วย ammonia solution จะเกิดตะกอนของ ferric hydroxide และ aluminium hydroxide แยกออกโดยการกรอง

- calcium สามารถกำจัดโดยการตกตะกอนด้วย ammonium oxalate จะเกิดตะกอนของ calcium oxalate แยกออกโดยการกรอง

เมื่อนำโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (filtrate) มาตกตะกอนด้วย chloroplatinic acid ถ้าในตัวอย่างประกอบด้วย sodium และ magnesium ทั้ง sodium และ magnesium จะทำปฏิกริยากับ chloroplatinic acid เกิดเป็น sodium chloroplatinate และ magnesium chloroplatinate ตกตะกอนพร้อมกับ potassium chloroplatinate แยกตะกอนทั้ง 2ออกดังนี้

แยกตะกอน magnesium chloroplatinate ออกโดยล้างด้วย 20% ammonium chloride solution

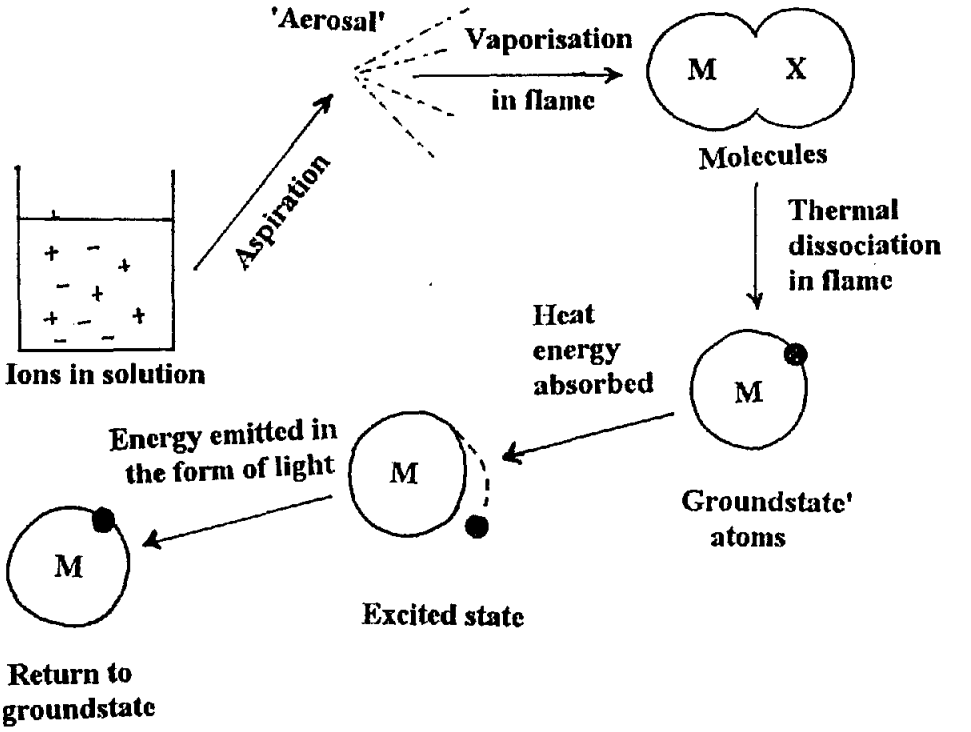
แยกตะกอน sodium chloroplatinate ออกโดยล้างด้วย alcohol ที่มีความเข้มข้นมากกว่า 80% จะได้ตะกอนของ Potassium chloroplatinate

<u>หมายเหตุ</u> ปัจจุบันไม่ได้นำวิธีนี้มาใช้ในการวิเคราะห์ เนื่องจากจะต้องใช้ระยะเวลาประมาณ 3 วัน ในการวิเคราะห์ต่อตัวอย่าง

2.การวิเคราะห์/.....

2. การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ (Instrumental Analysis)

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Flame Photometer โดยวิธี Flame Photometric Method ใช้หลักการของ flame emission โดยการให้พลังงานแก่อะตอมของโพแทสเซียมด้วยเปลวไฟ ทำให้อิเล็คตรอนวงนอกสุดของอะตอมของโพแทสเซียมอยู่ในสภาวะเร้า ซึ่งเป็นสภาวะที่ไม่เสถียร อิเล็คตรอนจะกลับมาสู่สภาวะพื้นซึ่งเสถียรกว่า และเกิดการปล่อยพลังงานออกมาในรูปพลังงานคลื่นแสง วัดปริมาณคลื่นแสงที่ปล่อยออกมา (emission intensity) สามารถคำนวณหาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยได้



รูปที่ 1 ขบวนการการทำงานของเครื่อง Flame Photometer

MX คือ potassium salt

M คือ potassium

ตารางที่ 1/.....

ตารางที่ 1 ช่วงความยาวคลื่นแสงของแต่ละธาตุที่เปล่งออกมา

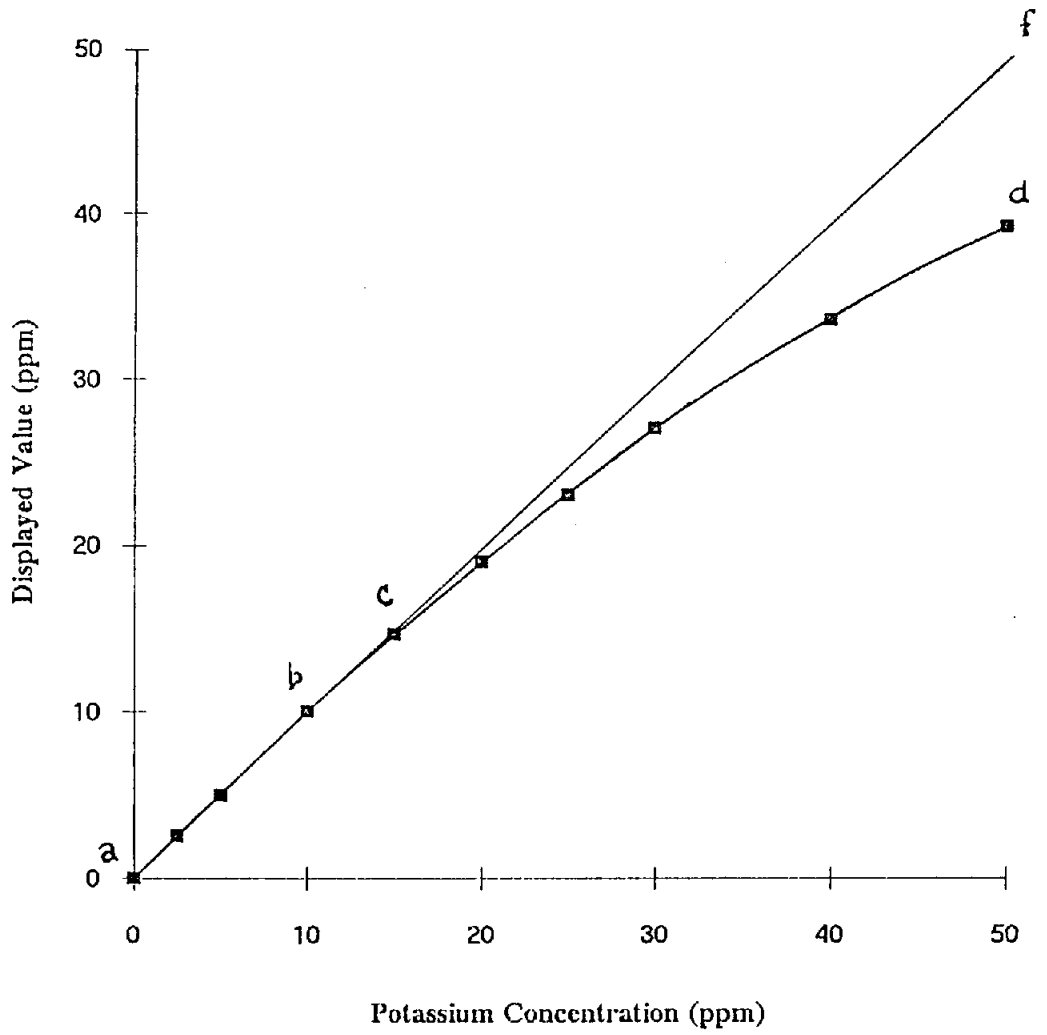
ธาตุ	ความยาวคลื่น (nm)	สีของเปลวไฟ
Barium (Ba)	554	สีเขียว
Calcium (Ca)	662	สีส้ม
Lithium (Li)	670	สีแดง
Potassium (K)	766	สีม่วง
Sodium (Na)	589	สีเหลือง

การวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมในปุ๋ยเคมีด้วยวิธีนี้ จะต้องทำ calibration curve โดยการเตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน 4-5 ระดับความเข้มข้นที่ครอบคลุมถึงค่าที่จะวัดโดยประมาณ นำไปวัดค่าความเข้มของแสงที่เปล่งออกมา (emission intensity) ด้วยเครื่อง Flame Photometer แล้วนำผลมาเขียนกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มของแสงที่เปล่งออกมากับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (standard potassium solution) จากนั้นจึงนำตัวอย่างปุ๋ยมาวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมด้วยเครื่อง Flame Photometer เปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน

ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ พบว่าเครื่องมือต่าง ๆ จะมีช่วงของการวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้นที่ใช้ในการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง (accuracy) และความแม่นยำ (precission) แตกต่างกันไป จึงทำการศึกษาทดลองหาความสัมพันธ์ระหว่าง ความเข้มข้นของโพแทสเซียมที่ทราบค่ากับค่าความเข้มข้นที่อ่านได้จากเครื่อง Flame Photometer โดยเครื่องอ่านค่าได้จากความเข้มของแสงที่เปล่งออกมา วิธีการศึกษาทดลองโดยเตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมที่ทราบค่าความเข้มข้น ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังนี้ 0, 2, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40 และ 50 พีพีเอ็ม นำไปวัดค่าความเข้มข้นด้วยเครื่อง Flame Photometer แล้วเขียนกราฟหาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโพแทสเซียมที่ทราบค่ากับค่าความเข้มข้นที่อ่านได้จากเครื่อง นำมาทำ calibration curve ดังรูปที่ 2

หมายเหตุ/.....

<u>หมายเหตุ</u> เครื่อง Flame Photometer 410 ของ CIBA-CORNING ผู้ผลิตได้ออกแบบให้มีการแปลงสัญญาณจาก ค่าความเข้มของแสงที่เปล่งออกมา (emission intensity) เป็นค่าความเข้มข้นของโพแทสเซียม (displayed value) โดยอ่านค่าได้จากเครื่องโดยตรง



รูปที่ 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม(standard potassium solution)ที่ได้จากการเจือจางสารละลายมาตรฐานที่ทราบค่าความเข้มข้นกับค่าความเข้มข้นของโพแทสเซียมที่อ่านได้จากเครื่อง(displayed value)

จากกราฟ/.....

จากกราฟ a,f เป็นเส้นตรงที่ลากขึ้นเพื่อแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมที่ได้จากการเตรียม (potassium concentration) กับค่าความเข้มข้นของโพแทสเซียมที่อ่านได้จากเครื่อง (displayed value)

ช่วงความเข้มข้น 0-10 ppm (a,b) เป็นช่วงที่ curveมี maximum lincarity จึงเป็นช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสม สำหรับทำการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมในปุ๋ยเคมี

ช่วงความเข้มข้น 10-15 ppm (b,c) เป็นช่วงที่ curve เริ่มมีแนวโน้มเป็นเส้นโค้งลง

ช่วงความเข้มข้น 15-50 ppm (c,d) เป็นช่วงที่ curve เป็นเส้นโค้งมากขึ้น ถ้าทำการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมในช่วงนี้ผลวิเคราะห์จะอ่านค่าได้น้อยกว่าความเป็นจริง

การวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำด้วยวิธีนี้ มีตัวรบกวนการวิเคราะห์ (interferences) ได้แก่ sodium, calcium และ magesium ซึ่งธาตุเหล่านี้จะทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาด เมื่อมีอยู่ในปริมาณมาก ๆ ในอัตราส่วนต่อไปนี้

- Na : K ในอัตราส่วน 2 : 1
- Ca : K ในอัตราส่วน 20 : 1

และ - Mg : K ในอัตราส่วน 20 : 1

โดยปกติในปุ๋ยเคมีทั่วไปจะมีอัตราส่วนของธาตุเหล่านี้ต่อธาตุโพแทสเซียมน้อยกว่า 1

นอกจากนี้ anion บางชนิดก็สามารถรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมได้เช่นกัน โดยการที่มี anion ในปริมาณมาก ๆ ในอัตราส่วนต่อไปนี้

- phosphate ion : K ในอัตราส่วน 50 : 1

และ - sulfate ion : K ในอัตราส่วน 100 : 1

จะสามารถทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาดได้

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

Flame Photometer 410 ของ CIBA-CORNING

Dilutor 805 ของ CIBA-CORNING

สารเคมีที่ใช้/.....

สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

1. $Na(C_6H_5)_4B$ GR (Merck 6669)
2. NaOH GR (Merck 6495)
3. $Na_2H_2C_{10}H_{12}N_2O_8.2H_2O$ GR (Merck 8418)
4. HCl GR (Merck 317)
5. HCHO GR (Merck 4003)
6. $AlCl_3$ GR (Merck 1084)

วิธีการศึกษาทดลอง

1. นำตัวอย่างปุ๋ยที่จะวิเคราะห์มาบดให้ละเอียด
2. ชั่งตัวอย่างปุ๋ยที่บดละเอียด 1-3 กรัม ให้ได้มวลแน่นอน ใส่ใน volumetric flask ขนาด 250 มิลลิลิตร
3. เติมน้ำกลั่น และเขย่า 30 นาที เพื่อให้ potasium salt ส่วนที่ละลายน้ำได้ ละลายอยู่ในชั้นน้ำ
4. เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร
5. กรองโพแทสเซียมส่วนที่ละลายน้ำ (filtrate) และแบ่งเป็น 2 ส่วน โดย

ส่วนที่ 1 วิเคราะห์โดย Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method

ส่วนที่ 2 วิเคราะห์โดย Flame Photometric Method

5.1 วิเคราะห์โดย Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method

นำโพแทสเซียมส่วนที่ละลายน้ำมาวิเคราะห์โดยปิเปตให้ได้ปริมาณโพแทสเซียม (K) ที่จะทำการวิเคราะห์อยู่ในช่วง 12-25 มิลลิกรัม เติม reagent

- hydrochloric acid จำนวน 2 มิลลิลิตร
- formaldehyde จำนวน 5 มิลลิลิตร

และ - EDTA-NaOH จำนวน 5 มิลลิลิตร เพื่อกำจัด interferences

ตามอย่าง/....

กวนอย่างสม่ำเสมอพร้อมหยด sodium tetraphenylborate solution เข้มข้น 2.44% จาก burette ในอัตราเร็ว 1-2 หยดต่อวินาที จำนวน 10 มิลลิลิตร เพื่อให้ sodium tetraphenylborate ทำปฏิกริยากับ potassium ion เกิดเป็นตะกอนสีขาวของ potassium tetraphenylborate นำไปกรองผ่าน gooch crucible ที่ปูด้วย microfiber filter ล้างด้วยสารละลาย sodium tetraphenylborate เข้มข้น 0.1 % จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นอีก 2 ครั้ง นำไปอบที่อุณหภูมิ 120°ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนักตะกอนของ potassium tetraphenylborate นำไปคำนวนหาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

วิธีคำนวณปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

$$\%K_2O = \frac{0.1314*W_1*V*100}{V_a*W}$$

W_1 คือ น้ำหนักตะกอน $K(C_6H_5)_4B$, กรัม

V คือ ปริมาตรทั้งหมดของตัวอย่างปุ๋ย, มิลลิลิตร

V_a คือ ปริมาตรที่ pipette มาทำการวิเคราะห์, มิลลิลิตร

W คือ น้ำหนักตัวอย่างปุ๋ย, กรัม

<u>หมายเหตุ</u> EDTA-NaOH เตรียมโดยการละลาย disodium ethylenediaminetetra acetate 10 กรัม กับ sodium hydroxide 8 กรัมในน้ำ แล้วเติมสารละลาย sodium tetraphenylborate 6-10 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำให้ได้ปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตร

5.2 วิเคราะห์โดย Flame Photometric Method

5.2.1 การเตรียมเครื่อง Flame Photometer

- เตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังนี้ 0, 400, 1000 และ 2000 พีพีเอ็ม

- เจือจางให้ได้ความเข้มข้น 0, 2, 5 และ 10 พีพีเอ็ม โดยใช้เครื่อง dilutor ที่สามารถเจือจางได้ 200 เท่า

วัดค่า/.....

- วัดค่าความเข้มข้นของโพแทสเซียมที่ได้จากการเตรียม ด้วยเครื่อง Flame Photometer แล้วนำผลมาเขียนกราฟระหว่าง ความเข้มข้นที่ได้จากการเตรียมที่ทราบค่าความเข้มข้นของโพแทสเซียม (potassium concentration) กับ ความเข้มข้นที่อ่านได้ (displayed value)

5.2.2 การวิเคราะห์ตัวอย่าง

- นำตัวอย่างโพแทสเซียมส่วนที่ละลายน้ำที่มีปริมาณโพแทสเซียม (K) ที่เตรียมไว้ในช่วง 600-1000 พีพีเอ็ม ปริมาตร10 มิลลิลิตร มาวิเคราะห์โดยผ่านเครื่อง dilutor ที่สามารถเจือจาง (dilute) ได้ 200 เท่า แล้วจึงผ่าน sample solution ที่เจือจางแล้วเข้าไปใน เครื่อง Flame Photometer เพื่ออ่านค่าความเข้มข้น นำค่าที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

วิธีคำนวณปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมี

$$\%K_2O = \frac{0.0241*C*V}{W}$$

C คือ ค่าความเข้มข้นของโพแทสเซียม, พีพีเอ็ม

V คือ ปริมาตรทั้งหมดของตัวอย่างปุ๋ย, มิลลิลิตร

W คือ น้ำหนักตัวอย่างปุ๋ย, กรัม

<u>หมายเหตุ</u> - การเตรียมตัวอย่างเพื่อหาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ จะต้องผ่านตัวอย่างเข้าไปในเครื่อง dilutor ที่สามารถเจือจางได้ 200 เท่า เพื่อทำให้ตัวอย่างปุ๋ยที่จะทำการวิเคราะห์มีปริมาณโพแทสเซียม (K) ไม่เกิน 10 พี พี เอ็ม ทั้งนี้เพื่อให้ได้ช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสมตามที่ทำการศึกษาทดลองและที่ทำ calibration curve ไว้

ตัวอย่าง/.....

ตัวอย่างที่ทำการศึกษาทดลอง

เป็นตัวอย่างปุ๋ยที่นำเข้าจากต่างประเทศ และปุ๋ยที่ผลิตภายในประเทศ

ตัวอย่างที่	เกรดปุ๋ย	บริษัทผู้ผลิต
1.	16-5-4	บริษัท วรรณวิมล จำกัด ประเทศไทย
2.	16-8-4	ห้างหุ้นส่วนจำกัด รังสิตเศรษฐกิจการเกษตร ประเทศไทย
3.	18-4-5	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
4.	18-4-5	บริษัท วรรณวิมล จำกัด ประเทศไทย
5.	18-10-6	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
6.	18-10-6	บริษัท วรรณวิมล จำกัด ประเทศไทย
7.	14-4-9	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
8.	14-4-9	บริษัท วรรณวิมล จำกัด ประเทศไทย
9.	20-3-12	บริษัท ไทยเซ็นทรัลเคมี จำกัด ประเทศไทย
10.	16-8-14	บริษัท วรรณวิมล จำกัด ประเทศไทย
11.	14-14-14	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
12.	15-15-15	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
13.	17-17-17	บริษัท ไทยเซ็นทรัลเคมี จำกัด ประเทศไทย
14.	17-17-17	บริษัท ไทยเซ็นทรัลเคมี จำกัด ประเทศไทย
15.	12-12-18	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
16.	15-7-18	บริษัท สามัคคีพัฒนา จำกัด ประเทศไทย
17.	20-20-20	บริษัท คับบลิวบริสเตอร์เฟลด์ จำกัด ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
18.	13-13-21	บริษัท ซินเฮ เคมีคอลล์ จำกัด ประเทศสาธารณรัฐเกาหลี
19.	16-12-24	บริษัท เซาว์เคมี บี.วี. ประเทศฮอลแลนด์
20.	6-20-30	บริษัท คับบลิวบริสเตอร์เฟลด์ จำกัด ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน

<u>หมายเหตุ</u> เกรดปุ๋ย 16-15-4 หมายถึง ปริมาณธาตุอาหารที่มีอยู่ในปุ๋ยอธิบายได้ดังนี้

- ตัวเลขชุดแรก 16 หมายถึง ในตัวอย่างปุ๋ยมีปริมาณธาตุอาหารไนโตรเจน ทั้งหมดคำนวณเป็น N ร้อยละ 16.0
- ตัวเลขชุดที่สอง 5 หมายถึง ในตัวอย่างปุ๋ยมีปริมาณธาตุอาหารฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ คำนวณเป็น P_2O_5 ร้อยละ 5.0
- ตัวเลขชุดที่สาม 4 หมายถึง ในตัวอย่างปุ๋ยมีปริมาณธาตุอาหารโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ คำนวณเป็น K_2O ร้อยละ 4.0

ผลการศึกษา/.....

ผลการศึกษาทดลอง

ตารางที่ 2 ผลการศึกษาทดลอง

ตัวอย่าง หมายเลข	เกรดปุ๋ย	Gravimetric Method $\%K_2O$ (a)	Photometric Method $\%K_2O$ (b)	b-a
1.	16-5-4	5.06	5.14	0.08
2.	16-8-4	4.21	4.25	0.04
3.	18-4-5	5.30	5.40	0.10
4.	18-4-5	6.76	6.93	0.17
5.	18-10-6	6.57	6.60	0.03
6.	18-10-6	7.15	7.18	0.03
7.	14-4-9	8.99	9.05	0.06
8.	14-4-9	10.01	10.17	0.16
9.	20-3-12	11.94	12.15	0.21
10.	16-8-14	14.64	14.72	0.08
11.	14-14-14	13.86	14.07	0.21
12.	15-15-15	15.77	15.86	0.09
13.	17-17-17	18.47	18.56	0.09
14.	17-17-17	18.36	18.47	0.11
15.	12-12-18	18.28	18.51	0.23
16.	15-7-18	20.91	21.03	0.12
17.	20-20-20	18.00	18.20	0.20
18.	13-13-21	21.67	21.83	0.16
19.	6-12-24	24.17	24.37	0.20
20.	6-20-30	34.83	35.00	0.17

หมายเหตุ a คือ ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ ที่ได้จากค่าเฉลี่ยของการทดลองแบบ duplicate โดยวิธีการตกตะกอนแบบ Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method

b คือ ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำที่ได้จากค่าเฉลี่ยของการทดลองแบบ duplicate โดยวิธีการวิเคราะห์ด้วย Flame Photometric Method

b-a คือ ผลของความแตกต่างระหว่างการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำด้วยวิธี Flame Photometric Method กับ วิธีการตกตะกอนแบบ Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method

วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

จากการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีเชิงผสมเกรดต่าง ๆ พบว่า

ปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) 4-10% ได้แก่ปุ๋ยเกรด 16-5-4, ปุ๋ยเกรด 16-8-4, ปุ๋ยเกรด 18-4-5, ปุ๋ยเกรด 18-10-6 และปุ๋ยเกรด 14-4-9 เมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธี Flame Photometric Method ให้ผลวิเคราะห์สูงกว่าการวิเคราะห์ด้วยวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenyborate Method 0.03 ถึง 0.17%

ปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) 11-20% ได้แก่ปุ๋ยเกรด 20-3-12, ปุ๋ยเกรด 16-8-14, ปุ๋ยเกรด 14-14-14, ปุ๋ยเกรด 15-15-15, ปุ๋ยเกรด 17-17-17, ปุ๋ยเกรด 12-12-18, ปุ๋ยเกรด 15-7-18 และปุ๋ยเกรด 20-20-20 เมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธี Flame Photometric Method ให้ผลวิเคราะห์สูงกว่าการวิเคราะห์ด้วยวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenyborate Method 0.08 ถึง 0.23%

และปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) 21-30% ได้แก่ปุ๋ยเกรด 13-13-21, ปุ๋ยเกรด 6-12-24 และปุ๋ยเกรด 6-20-30 เมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธี Flame Photometric Method ให้ผลวิเคราะห์สูงกว่าการวิเคราะห์ด้วยวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenyborate Method 0.16 ถึง 0.20%

จากผล/.....

ภรมวิทยาศาสตร์บริการ

จากผลการวิเคราะห์ดังกล่าว สรุปได้ว่าการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีเชิงผสมด้วยวิธี Flame Photometric Method ให้ผลการวิเคราะห์สอดคล้องกับวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method แต่พบว่าการวิเคราะห์ด้วยวิธี Flame Photometric Method จะให้ผลวิเคราะห์สูงกว่าวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method เล็กน้อย ทั้งนี้มีสาเหตุมาจากตัวรบกวนการวิเคราะห์ที่มีอยู่ในปุ๋ยเคมีเชิงผสม ได้แก่ calcium, magnesium, sodium ฯลฯ

ในการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมด้วยวิธี Flame Photometric Method ไม่ได้กำจัดตัวรบกวนต่าง ๆ เหล่านี้ ซึ่งจากการศึกษาเอกสารทางวิชาการในขั้นต้น ได้กล่าวถึงอิทธิพลของตัวรบกวนไว้ว่า จะต้องมีตัวรบกวนในปริมาณมากๆ ในอัตราส่วน ตัวรบกวน 2 ถึง 100 ต่อธาตุโพแทสเซียม 1 ส่วน ตามชนิดของตัวรบกวน ที่จะมีผลต่อการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียม และในปุ๋ยเคมีโดยปกติจะมีอัตราส่วนระหว่าง ตัวรบกวนต่อธาตุโพแทสเซียมน้อยกว่า 1 จึงไม่ได้กำจัดตัวรบกวนออกไป ตัวรบกวนเหล่านี้จึงเป็นสาเหตุทำให้ผลการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมสูงกว่าวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenyl borate Method เล็กน้อย ในขณะที่การวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ ด้วยวิธีตกตะกอนแบบ Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method มีการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ได้แก่ ammonium salt, magnesium และ calcium ออกไป ก่อนจะทำการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียม

จากการศึกษาทดลองของ Ford, O.W. ที่ได้ตีพิมพ์ผลงานการศึกษาทดลองการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีเชิงผสม ในวารสาร J. Assoc. Offic. Agr. Chemists. พบว่าการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำในปุ๋ยเคมีเชิงผสมเกรด 3-18-9, เกรด 10-10-10 และ เกรด 3-9-18 เมื่อทำการวิเคราะห์ปริมาณด้วยวิธี Flame Photometric Method ให้ผลวิเคราะห์สูงกว่าวิธีตกตะกอนแบบ Lindo-Gladding Method 0.09%, 0.21% และ 0.18% ตามลำดับ ดังผลการทดลองใน ตารางที่ 3

ตารางที่ 3/.....

ตารางที่ 3 แสดงผลวิเคราะห์เปรียบเทียบปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ (K_2O) ในปุ๋ยเคมีเชิงผสม โดยการวิเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนแบบ Lindo-Gladding Method เปรียบเทียบกับวิธี Flame Photometric Method

ตัวอย่าง หมายเลข	เกรดปุ๋ย	Gravimetric Method (a)	Photometric Method (b)	b-a
1.	3-18-9	9.40	9.49	0.09
2.	10-10-10	9.27	9.48	0.21
3.	3-9-18	17.38	17.56	0.18

หมายเหตุ a คือ ผลการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ โดยการตกตะกอนแบบ Lindo-Gladding Method

b คือ ผลการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ ด้วยวิธี Flame Photometric Method

b-a คือ ผลของความแตกต่างระหว่างการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำด้วยวิธี Flame Photometric Method กับ วิธีการตกตะกอนแบบ Lindo-Gladding Method

ผลจากการศึกษาทดลอง และข้อมูลการศึกษาทดลองจากเอกสารทางวิชาการแสดงให้เห็นถึงผลการวิเคราะห์ที่สอดคล้องกันของวิธีตกตะกอนแบบ Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method และ Lindo-Gladding Method กับวิธี Flame Photometric Method ในการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีเชิงผสม อย่างไรก็ตามการศึกษาและพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมในปุ๋ยเคมี สมควรที่จะมีการศึกษาต่อเนื่องต่อไป เพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์ให้ได้ผลดียิ่งขึ้น โดยการพิจารณาถึงอิทธิพลของตัวรบกวนต่าง ๆ และวิธีการกำจัดตัวรบกวน ที่มีผลต่อการวิเคราะห์ปริมาณ โพแทสเซียมในปุ๋ยเคมีเชิงผสมโดยวิธี Flame Photometric Method

ประโยชน์ที่ได้รับ

1. สามารถปรับปรุงและพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ ในปุ๋ยเคมีด้วยวิธี Flame Photometric Method ทดแทนการวิเคราะห์ด้วยวิธี Gravimetric Sodium Tetraphenylborate Method

2. สามารถลดขั้นตอน และระยะเวลาในการวิเคราะห์จากเวลา 2 วัน ลดลงเหลือครึ่งวัน

3. สามารถลดมลภาวะจากการใช้สารเคมีในการวิเคราะห์ เนื่องจากวิธี Flame Photometric Method ไม่ต้องใช้สารเคมีต่าง ๆ ได้แก่ formaldehyde, hydrochloric acid, sodium hydroxide, disodium ethylenediaminetetraacetate และ sodium tetraphenyl borate ในการตกตะกอน potassium salt ทำให้ไม่มีของเสียจากการใช้สารเคมี เหล่านี้ในขั้นตอนการวิเคราะห์

4. สามารถประหยัดงบประมาณด้านสารเคมี ที่จะต้องใช้จ่ายในข้อ 3

เอกสารอ้างอิง

1. Burriel F.-Marti and Raminej-Munoz Flame Photometry. Elsevier Publishing Company, 1959, p. 327

2. Corning 410 Flame Photometer Instruction Manual, Corning Limited, 1984

3. Ford, O.W. Determination of potash in fertilizers. Report on potash. J. Assoc. Offic. Agr. Chemists. 1953, vol 36, p.650-652

4. Official Methods of Analysis of Fertilizers. Kogusuri, Tokyo, Japan, 1982, p. 29-32

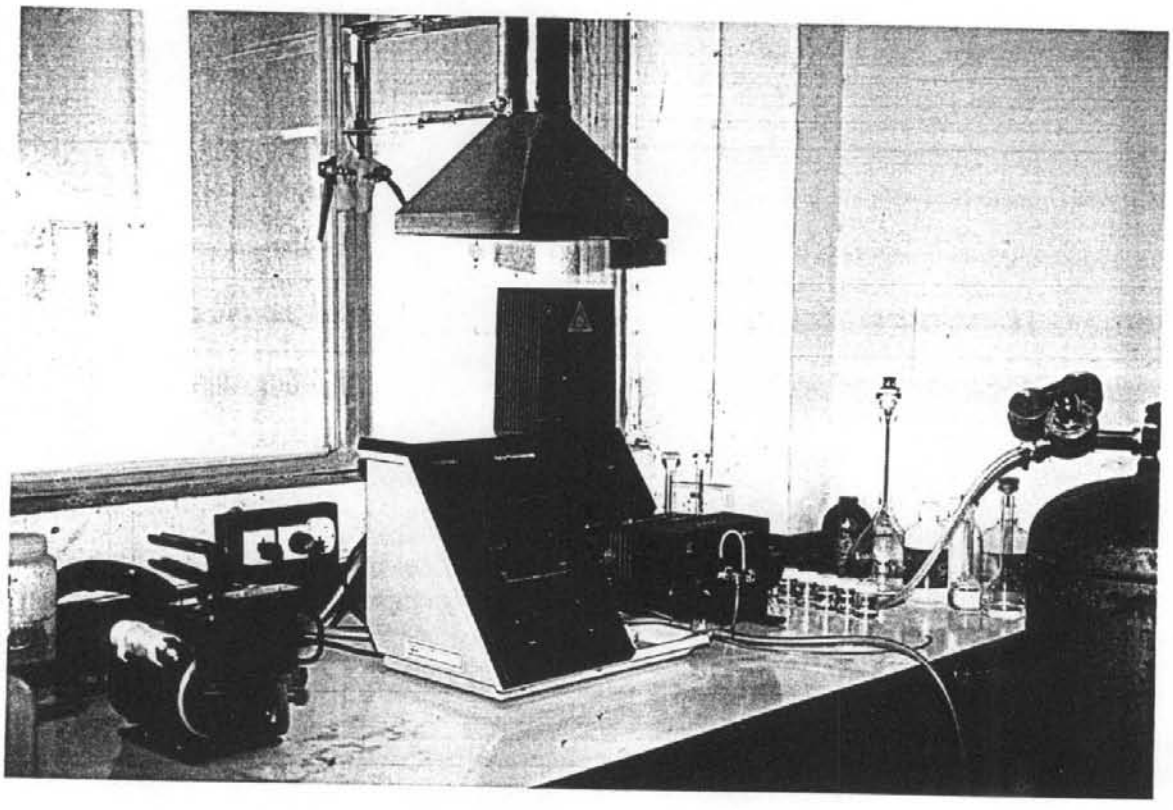
5. Sidney Williams. Potassium, Lindo-Gladding Method. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Arlington, Virginia, AOAC, 1984, p. 20

ภาคผนวก ก

คำอธิบายความหมายของคำ

1. $Na(C_6H_5)_4B$ คือ Sodium tetraphenylborate
2. $K(C_6H_5)_4B$ คือ Potassium tetraphenyborate
3. HCHO คือ Formaldehyde
4. H_2PtCl_6 คือ Chloroplatinic acid
5. K_2PtCl_6 คือ Potassium chloroplatinate
6. NaOH คือ Sodium hydroxide
7. HCl คือ Hydrochloric acid
8. $AlCl_3$ คือ Aluminium trichloride
9. $Na_2H_2C_{10}H_{12}N_2O_8.2H_2O$ คือ Disodium ethylenediaminetetraacetate (EDTA)
10. ammonium salt คือ สารประกอบจำพวกเกลือ แอมโมเนียม เช่น ammonium sulfate $(NH_4)_2SO_4$, ammonium nitrate (NH_4NO_3) และ ammonium chloride (NH_4Cl) เป็นต้น
11. reagent คือ สารเคมีที่ใช้ในปฏิกริยาเคมี หรือทำให้เกิดปฏิกริยาเคมี
12. complex compound คือ สารประกอบเชิงซ้อน
13. interferences คือ ตัวรบกวนการวิเคราะห์ หรือตัวแทรกสอด
14. filtrate คือ ของเหลวใสที่ได้จากการกรอง

ภาคผนวก ข



เครื่อง Flame Photometer