

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

วศ  
กม  
อว 19

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง  
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2

การศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมีโดย  
Spectrophotometric Molybdovanadophosphate Method

โดย

นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม

นักวิทยาศาสตร์ 6ว

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง  
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2

การศึกษากาววิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมีโดย  
Spectrophotometric Molybdovanadophosphate Method

เลขหมาย	วณ
	กณ
	0019
เลขทะเบียน	4967
วันที่	14 / พ.ค. / 44

โดย

นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม  
นักวิทยาศาสตร์ 6ว

ด้วยอธิบดี
จาก
วณ.

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3  
กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

## บทคัดย่อ

การศึกษาเพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ ( $P_2O_5$ ) ในปุ๋ยเคมี โดยพัฒนาวิธีการวิเคราะห์จากการตกตะกอนด้วยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate โดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริกโมลิบดิก และสารละลายควิโนลีนในขั้นตอนการวิเคราะห์ มาเป็นการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือโดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ใช้สารละลายโมลิบโดวานาเดทในขั้นตอนการวิเคราะห์ จากการศึกษาทดลองพบว่าวิธีการวิเคราะห์โดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate และวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ของปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในช่วงร้อยละ 4 ถึง ร้อยละ 24 ให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ทั้งนี้โดยใช้วิธีการประเมินค่าทางสถิติ t-test ในการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ และจากการศึกษาอิทธิพลของสารเคมีต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์โดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate พบว่าสารเคมีที่มีผลต่อการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตได้แก่ กรดผสมเทอร์นารีที่ใช้ในการย่อยสลายตัวอย่าง และสารละลายโมลิบโดวานาเดท ในการวิเคราะห์ จะต้องใช้สารปริมาณ 5 มิลลิลิตร และ 20 มิลลิลิตร ตามลำดับจึงจะให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง

## สารบัญ

หน้า

### บทคัดย่อ

#### 1. บทนำ

1.1 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์ .....	1
1.2 คำนำ .....	2
1.3 วัตถุประสงค์ .....	8
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ .....	9
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ .....	9

#### 2. เครื่องมือและสารเคมี .....

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ .....	10
2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ .....	10
2.3 วิธีเตรียมรีเอเจนท์ .....	11
2.4 ตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลอง .....	12

#### 3. วิธีการวิเคราะห์ .....

3.1 การเตรียมตัวอย่างปฏึก .....	13
3.2 การวิเคราะห์ปริมาณ .....	14
3.3 การศึกษาอิทธิพลของกรดที่ใช้ในการย่อยสลายตัวอย่างปฏึก .....	16
3.4 การศึกษาชนิดและปริมาณกรดต่างๆในกรดผสมเทอร์นารี ที่มีผลต่อการ develop สีของฟอสเฟต .....	18
3.5 การศึกษาปริมาณของสารละลายโมลิบโดวานาเดท ที่มีผลต่อการเกิดสีของ ฟอสเฟต .....	19

#### 4. ผลการทดลอง .....

#### 5. วิจารณ์ผลการทดลอง .....

#### 6. สรุปผลการทดลอง .....

#### 7. เอกสารอ้างอิง .....

#### 8. ภาคผนวก

##### ภาคผนวก 1

## สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
8.1 ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ โดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate .....	28
8.2 ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ โดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate .....	29
8.3 ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ เปรียบเทียบระหว่าง วิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate กับวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate .....	30
8.4 ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์เปรียบเทียบระหว่าง การใช้กรดผสมเทอร์นารี ปริมาณต่างๆ กันในการย่อยสลายตัวอย่างปุย .....	31
8.5 ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่มีการเติมกรดชนิดต่างๆ .....	32
8.6 ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตความเข้มข้น 20 พีพีเอ็ม ที่มีการเติมสารละลาย โมลิบ โควานาเคทปริมาตร 5 ถึง 50 มิลลิลิตร .....	32
8.7 ตารางที่ 7 ค่า t-distribution ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% .....	33
8.8 ตารางที่ 8 คุณลักษณะและความเป็นพิษของสารเคมี .....	34
ภาคผนวก 2 การคำนวณค่า t (t-distribution) .....	35
ภาคผนวก 3	
รูปที่ 1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง กับค่าความ เข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต 20 ถึง 50 พีพีเอ็ม .....	36
รูปที่ 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรของกรดชนิดต่างๆ กับค่า ความเข้มข้นของฟอสเฟต .....	37
รูปที่ 3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรของสารละลาย โมลิบ โคว านาเคท กับค่าความเข้มข้นของฟอสเฟต .....	38
รูปที่ 4 รูปเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer .....	39

## 1 บทนำ

### 1.1 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมีใช้วิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน โดยใช้สารเคมีคือ กรดซิดริก โมลิบดิก และควิโนลีน จากเอกสารทางวิชาการพบว่า โมลิบดินัมไดรอกไซด์ที่เป็นส่วนผสมของกรดซิดริกโมลิบดิก และสารเคมีควิโนลีน มีอันตรายต่อผู้วิเคราะห์<sup>(7,10)</sup> โดยเฉพาะในการวิเคราะห์มีการต้มสารละลายตัวอย่างกับกรดซิดริกโมลิบดิกจนเดือด และเติมควิโนลีนขณะร้อนทำให้ไอของสารเคมีเหล่านี้สามารถเข้าสู่ผิวหนัง และระบบทางเดินหายใจของผู้วิเคราะห์ได้อย่างรวดเร็ว นอกจากนี้วิธีนี้ยังมีขั้นตอนการวิเคราะห์หลายขั้นตอน โดยหลังจากเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปไอโธฟอสเฟตแล้ว จะต้องต้มตัวอย่างกับสารเคมีทั้ง 2 ชนิดจนเดือด ทำให้เย็นนำไปกรองตะกอน แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิสูงถึง 250 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วชั่งน้ำหนักตะกอน จึงได้ทำการศึกษาพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตในปุ๋ย โดยใช้วิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ซึ่งใช้สารเคมีคือ สารละลายโมลิบโดวานาเดท ซึ่งจากเอกสารทางวิชาการพบว่า สารเคมีแอมโมเนียมโมลิบเดทที่เป็นส่วนผสมของสารโมลิบโดวานาเดทก็มีความเป็นพิษเช่นกัน<sup>(7)</sup> แต่วิธีนี้ไม่ต้องให้ความร้อนในขั้นตอนการเตรียมสาร และในขั้นตอนการวิเคราะห์ จึงมีความปลอดภัยต่อผู้วิเคราะห์มากกว่า และมีขั้นตอนการวิเคราะห์ที่น้อยกว่ากล่าวคือ หลังจากเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปไอโธฟอสเฟตแล้ว นำตัวอย่างมาเติมสารละลายโมลิบโดวานาเดท จากนั้นปรับปริมาตรให้เป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น แล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 10 นาที ก็สามารถนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer แต่วิธีนี้จะต้องทำ calibration curve ด้วย

## 1.2 คำนำ

ฟอสฟอรัสจัดเป็นธาตุอาหารหลักธาตุหนึ่งที่มีความสำคัญอย่างยิ่งที่พืชใช้ในการเจริญเติบโต การพัฒนาเป็นต้นอ่อนของพืชในระยะแรกจะใช้อาหารที่สะสมอยู่ในเมล็ด เพื่อพัฒนาระบบรากก่อน ส่วนของรากจะเป็นส่วนสำคัญที่ใช้ในการดึงดูดอาหารมาสู่ต้นพืช ฟอสฟอรัสเป็นธาตุสำคัญที่ช่วยในการทำให้รากเจริญเติบโต เมื่อพืชโตพอที่จะให้ดอกและผล ฟอสฟอรัสเป็นตัวที่จะทำให้พืชออกดอก ออกผลสมบูรณ์ สรุปรูปหน้าที่ของฟอสฟอรัสได้ดังนี้

1. ช่วยในการแบ่งเซลล์
2. ช่วยในการที่พืชจะเปลี่ยนแป้งเป็นน้ำตาล
3. ช่วยทำให้รากเจริญเติบโตและแข็งแรง
4. ช่วยเร่งในการผลิตผล และเร่งให้พืชสุกเร็วขึ้น
5. ทำให้คุณภาพของพืชดีขึ้น
6. ช่วยในการดูดซึมธาตุไนโตรเจน
7. ช่วยในการดูดซึมพวกไขมัน

การให้ฟอสฟอรัสแก่พืช ต้องให้ในปริมาณที่เพียงพอ ถ้าไม่เพียงพอพืชจะเกิดอาการขาดธาตุฟอสฟอรัส ซึ่งสังเกตได้จาก

1. รากของพืชไม่เจริญเติบโตตามปกติ
2. พืชจะมีลักษณะแคระแกร็น แต่ใบและต้นจะมีสีเขียวเข้ม
3. ใบและต้นพืช เช่นข้าวโพด จะมีลักษณะเป็นสีม่วงเป็นทางๆ
4. พืชแก่ช้ากว่าปกติ<sup>(2)</sup>

ฟอสฟอรัสที่พืชได้รับส่วนใหญ่มาจากปุ๋ยฟอสเฟต ปุ๋ยฟอสเฟตที่นิยมใช้ได้แก่

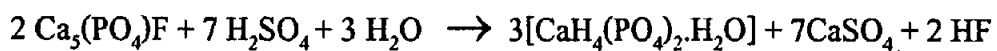
1. ปุ๋ยหินฟอสเฟต (rock phosphate)

ปุ๋ยหินฟอสเฟต (rock phosphate) เป็นปุ๋ยที่ได้จากการนำหินฟอสเฟตที่ขุดได้ตามธรรมชาติมาบดแล้วใช้กับพืชโดยตรง โดยมีได้ผ่านกระบวนการทางเคมีเพื่อเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของหินฟอสเฟตแต่อย่างใด ปุ๋ยนี้จึงมีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำ ประสิทธิภาพของปุ๋ยย่อมแตกต่างกันไปแล้วแต่คุณภาพของหินฟอสเฟตที่ขุดได้ และความละเอียดของหินฟอสเฟต

เนื่องจากการบด ยิ่งถูกบดให้เป็นผงเล็กละเอียดเท่าใดก็ยิ่งทำให้หินฟอสเฟตนั้นมีประสิทธิภาพในการเป็นปุ๋ยฟอสฟอรัสดีขึ้นเท่านั้น<sup>(1)</sup>

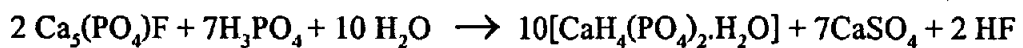
## 2. ซุปเปอร์ฟอสเฟตธรรมดา (ordinary superphosphate)

ซุปเปอร์ฟอสเฟตธรรมดา (ordinary superphosphate) มีปริมาณ  $P_2O_5$  ร้อยละ 16 – 20 เป็นปุ๋ยฟอสเฟตที่สำคัญที่สุด ผลิตได้จากการนำเอาปุ๋ยหินฟอสเฟตมาบดให้ละเอียด (100 – 200 เมช) ผสมกับกรดกำมะถันที่มีความเข้มข้น และปริมาณที่เหมาะสม ทำให้แร่ฟอสเฟตที่ละลายได้ยากกลายเป็นสารซุปเปอร์ฟอสเฟตที่ละลายน้ำได้ง่าย ดังสมการ



## 3. ทริเปิ้ลซุปเปอร์ฟอสเฟต (triple superphosphate) หรือ เอส ที พี (S T P)

ทริเปิ้ลซุปเปอร์ฟอสเฟต (triple superphosphate) มีปริมาณ  $P_2O_5$  ร้อยละ 46 – 48 ผลิตได้จากการนำปุ๋ยหินฟอสเฟตมาทำปฏิกิริยากับกรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) กลายเป็น ทริเปิ้ลซุปเปอร์ฟอสเฟต ดังสมการ



## 4. ปุ๋ยกัวโน (guano deposit)

ปุ๋ยกัวโน (guano deposit) เกิดจากการสะสมตัวของมูลนก มูลค้างคาว แบ่งเป็น  
- แหล่งขี้กิ้ง (bird guano) เกิดจากการสะสมตัวของมูลนกกินปลาเกาะที่มีน้ำท่วมถึง  
- แหล่งขี้ค้างคาว (bat guano) มักเกิดภายในถ้ำหินปูน ในแถบภูมิภาคร้อนชื้น ซึ่งมีค้างคาวมาก

## 5. ปุ๋ยกระดูก (bone meal)

กระดูก (bone meal) ส่วนใหญ่ประกอบด้วยแคลเซียมฟอสเฟต  $[(Ca_3(PO_4)_2)]$   
ปุ๋ยกระดูก นอกจากมี ฟอสฟอรัส ยังมีไนโตรเจนอยู่บ้างเล็กน้อย

## 6. ปุ๋ยเบสิกสแลก (basic slag)

ปุ๋ยเบสิกสแลก (basic slag) เป็นปุ๋ยฟอสเฟตซึ่งผลิตได้จากวัตถุที่เป็นผลพลอยได้จาก



อุตสาหกรรมถลุงเหล็ก ปุ๋ยนี้มีคุณสมบัติเป็นค้างเพราะมีส่วนประกอบของปุ๋นสูง และมีคุณสมบัติละลายน้ำได้ยากเช่นเดียวกับหินฟอสเฟต ดังนั้นประสิทธิภาพในการละลายของปุ๋ยชนิดนี้จะดีขึ้นเมื่อใช้กับดินที่มีปฏิกิริยาเป็นกรด

#### 7. ปุ๋ยแอมโมเนียมฟอสเฟต (ammonium phosphate)

ปุ๋ยแอมโมเนียมฟอสเฟต (ammonium phosphate) เตรียมจากก๊าซแอมโมเนีย (anhydrous ammonia) ทำปฏิกิริยากับ กรดฟอสฟอริก (phosphoric acid) แบ่งได้เป็น 2 ชนิดคือ

- ปุ๋ยโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต (monoammonium phosphate) มีปริมาณไนโตรเจน (N) ร้อยละ 10 และปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ ( $P_2O_5$ ) ร้อยละ 53
- ปุ๋ยไดแอมโมเนียมฟอสเฟต (diammonium phosphate) มีปริมาณไนโตรเจน (N) ร้อยละ 18 และปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ ( $P_2O_5$ ) ร้อยละ 46

#### ความเป็นประโยชน์ของธาตุฟอสฟอรัส

ความเป็นประโยชน์ของธาตุฟอสฟอรัสในดินที่พืชดึงดูไปใช้ได้ง่าย และจะมากขึ้น แลไหนดจะขึ้นอยู่กับสภาพระดับ pH ของดินเป็นอย่างมาก ปุ๋ยฟอสเฟตที่ใส่ลงไปดินจะเป็นประโยชน์ต่อพืชที่ปลูกได้มากที่สุดเมื่อดินมี pH อยู่ในช่วง 6.0 ถึง 7.0 เมื่อดินมี pH สูงหรือต่ำกว่าช่วงนี้ ความเป็นประโยชน์ของธาตุฟอสฟอรัสในดินก็จะลดน้อยลง เพราะไปทำปฏิกิริยากับแร่ธาตุต่างๆ ในดินได้ง่ายขึ้น และแปรสภาพเป็นสารประกอบที่ละลายน้ำยากกว่า ปุ๋ยฟอสเฟตที่ใส่ในดินจะไม่เป็นประโยชน์ต่อพืชทั้งหมด แต่จะสูญเสียไปโดยทำปฏิกิริยากับแร่ธาตุต่างๆ ในดิน แปรสภาพเป็นสารประกอบที่ละลายน้ำยากเสียกว่าร้อยละ 80 ซึ่งเราเรียกว่าฟอสเฟตถูกตรึง ซึ่งไม่อาจเป็นประโยชน์ต่อพืชได้ ปุ๋ยฟอสเฟตจะถูกตรึงได้ง่ายและมากขึ้นไปกว่านี้ได้อีก ถ้าดินมี pH สูงหรือต่ำกว่าช่วง pH ดังกล่าวข้างต้น ธาตุฟอสฟอรัสในดินที่จะเป็นประโยชน์ต่อพืชได้จะต้องอยู่ในรูปของอนุมูลของสารประกอบที่เรียกว่า ฟอสเฟตไอออน ( $H_2PO_4^-$  และ  $HPO_4^{2-}$ ) ซึ่งจะต้องละลายอยู่ในน้ำในดิน ดังนั้นการใส่ปุ๋ยฟอสเฟตจึงไม่ควรคลุกเคล้าให้เข้ากับดิน เพราะจะยิ่งทำให้ปุ๋ยทำปฏิกิริยากับแร่ธาตุต่างๆ ในดินได้เร็วยิ่งขึ้น แต่ควรจะใส่แบบเป็นจุดหรือโรยเป็นแถบให้ลึกลงไปในดินบริเวณของรากของพืช การเคลื่อนย้ายอนุมูลฟอสเฟตในดินจะช้ามากหรือแทบจะไม่เคลื่อนย้ายเลย ใส่ไว้ตรงไหนก็มักจะอยู่ตรงนั้น พืชจะดึงดูปุ๋ยฟอสเฟตได้ก็โดยจะแผ่รากเข้าสู่จุดที่เราใส่ปุ๋ย ซึ่งผิดกับปุ๋ยไนโตรเจนเมื่อโรยบน

ผิวดินถึงแม้ร่น้ำ ปุ๋ยไนโตรเจนก็จะเคลื่อนที่เข้าหารากได้โดยง่าย แต่ปุ๋ยฟอสเฟตนั้นเมื่อใส่บนผิวดินก็จะอยู่บนผิวดิน ถึงแม้ร่น้ำส่วนที่ละลายได้ก็จะเคลื่อนที่ลงไปดินไม่ไกล เพราะจะตรึงอยู่กับแร่ธาตุต่างๆ ในดินหมด จึงไม่มีโอกาสเข้าถึงรากได้ ส่วนรากที่อยู่ในดินข้างล่างก็จะไม่มีโอกาสแผ่กระจายขึ้นมาบนผิวดินได้เช่นกัน ดังนั้นถ้าจะใส่ปุ๋ยฟอสเฟตให้ได้ผลดีที่สุดจึงต้องใส่ให้ลึกลงมาใต้ผิวดินในบริเวณของรากของพืช ปุ๋ยฟอสเฟตนี้ถึงแม้จะอยู่ใกล้ชิดกับรากก็จะเป็นอันตรายแก่รากแต่อย่างใด

### หลักการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตในปุ๋ยเคมี

ฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมี คือ ฟอสเฟตที่ละลายน้ำรวมกับฟอสเฟตที่ละลายใน 2-ไฮดรอกซี-1,2,3-โพรเพนไตรคาร์บอกซีเลต (2-hydroxy-1,2,3-propanetricarboxylate) หรือที่เรียกกันทั่วไปว่าซีเตรต ซึ่งเป็นฟอสเฟตส่วนที่ไม่ละลายน้ำ แต่พืชสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในการเจริญเติบโตได้ นักวิทยาศาสตร์ได้หาวิธีวิเคราะห์ฟอสเฟตในส่วนนี้ จนพบว่าวิธีที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ ทำโดยสกัดด้วยน้ำปุ๋ยคัวยสารละลายแอมโมเนียมซีเตรตที่เป็นกลาง\* ซึ่งเป็นวิธีที่สามารถหาปริมาณฟอสเฟต ที่มีค่าใกล้เคียงกับปริมาณฟอสเฟตในดิน ที่ละลายออกมาเป็นประโยชน์กับพืชมากที่สุดในช่วง pH 6-7 \*\*

การวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์แบ่งเป็น 2 ขั้นตอนคือ

ขั้นตอนที่ 1 การเตรียมตัวอย่าง

ขั้นตอนที่ 2 การหาปริมาณ

ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อหาปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ จะต้องนำตัวอย่างปุ๋ยมาสกัดส่วนที่ละลายน้ำออกจากส่วนที่ไม่ละลายน้ำ จากนั้นนำส่วนที่ไม่ละลายน้ำมาสกัดส่วนที่ละลายในซีเตรต แล้วจึงนำส่วนที่ละลายน้ำและส่วนที่ละลายในซีเตรตมารวมกัน จะได้เป็นส่วนของฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ จากนั้นจึงนำมาหาปริมาณในขั้นตอนที่ 2

ขั้นตอนการหาปริมาณฟอสเฟตมีหลักการวิเคราะห์ดังนี้

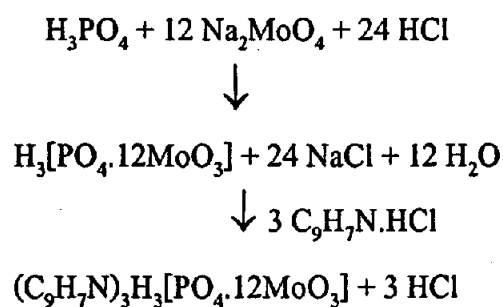
1. การตกตะกอนโดย Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate Method
2. การวิเคราะห์โดย Spectrophotometric Molybdovanadophosphate Method

\* Waggaman, Wm.H. Phosphoric acid, phosphates and phosphatic fertilizers. New York: Guinn, 1952, p. 356 - 357

\*\* Bear, Firman E. Chemistry of the soil. New York: Reinhold, 1952, p. 430 - 431

## หลักการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตโดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate

วิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate เป็นการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตในตัวอย่างปฏิกิริยาโดยวิธีการตกตะกอน สิ่งสำคัญคือต้องเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูป orthophosphoric acid โดยการย่อยสลายด้วยกรดไนตริก(HNO<sub>3</sub>) จากนั้นเติมสารละลายกรดซิตริกโมลิบดิก (citric molybdic acid) และสารละลายควิโนลีนไฮโดรคลอไรด์ (quinoline hydrochloride) จะเกิดเป็นตะกอนสีเหลืองของควิโนลีนฟอสโฟโมลิบเดท (quinoline phosphomolybdate) ดังสมการ



จากน้ำหนักตะกอนของควิโนลีนฟอสโฟโมลิบเดท นำมาคำนวณปริมาณฟอสเฟตในตัวอย่างปฏิกิริยาดังนี้

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 = \frac{\text{น้ำหนักตะกอน, กรัม} \times 0.03207 \times 100}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง, กรัม}}$$

ค่า 0.03207 คำนวณจาก  $\frac{\text{น้ำหนักโมเลกุลของ P}_2\text{O}_5}{2 \times \text{น้ำหนักโมเลกุลของ } (\text{C}_9\text{H}_7\text{N})_3\text{H}_3[\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3]}$

การวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้มีตัวรบกวนการวิเคราะห์คือ

- อาซีนิก(arsenic,[As(V)]) จะรบกวนการวิเคราะห์โดยเกิดการตกตะกอนร่วมในรูปควิโนลิเนียม โมลิบโดอาซีนเนท (quinolinium molybdoarsenate)
- วานาเดียม (vanadium(V)) จะรบกวนการวิเคราะห์แต่ถ้ารีดิวซ์ (reduce) ให้อยู่ในรูปวานาเดียม (vanadium(IV)) จะไม่รบกวนการวิเคราะห์
- เซอร์โคเนียม (zirconium(IV)), แทนทาลัม (tantalum(V)) และ ทังสเตน(tungsten(VI)) จะรบกวนการวิเคราะห์อย่างมาก<sup>(5)</sup>

ปฏิกิริยาส่วนใหญ่จะไม่มีตัวรบกวนเหล่านี้ จึงสามารถนำวิธีนี้มาใช้ในการวิเคราะห์ปฏิกิริยาได้

## หลักการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตโดยวิธี Spectrophotometric Molybdo vanadophosphate

วิธี Spectrophotometric molybdo vanadophosphate เป็นการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตโดยทำให้ฟอสเฟตเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่เรียกว่าโมลิบโดวานาโดฟอสเฟต (molybdo vanadophosphate) ซึ่งสารประกอบเชิงซ้อนนี้อาจใช้คำขึ้นต้นว่าฟอสโฟ (phospho) หรือวานาโด (vanado) หรือโมลิบโด (molybdo) ก็ได้ แต่ถ้าเป็นการเรียกชื่อโดยเรียงตามตัวอักษร จะเรียกว่าโมลิบโดฟอสโฟวานาเคต (molybdo phosphovanadate) สารประกอบเชิงซ้อนนี้มีสีเหลือง สามารถดูดกลืนแสงได้ดีที่ความยาวช่วงคลื่น 400 นาโนเมตร จึงสามารถทำการวิเคราะห์ปริมาณโดยใช้เครื่อง UV-VIS spectrophotometer วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนนี้ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร<sup>(4)</sup>

การวิเคราะห์โดยวิธีนี้มีขั้นตอนคือ

การเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปสารประกอบเชิงซ้อนทำโดย

- ทำการย่อยสลายฟอสเฟตในตัวอย่างป้อนให้อยู่ในรูป orthophosphoric acid โดยใช้กรดเปอร์คลอริก ( $\text{HClO}_4$ ) หรือใช้กรดผสมของเปอร์คลอริก ไนตริก และซัลฟูริก โดยที่กรดเปอร์คลอริกจะทำหน้าที่ทำลายสารอินทรีย์ต่างๆ และย่อยสลายซิเตรตด้วย ส่วนกรดซัลฟูริกจะทำหน้าที่ไฮโดรไลซ์สารประกอบนอนโอโรฟอสเฟต (non-orthophosphate) การใช้กรดผสม 3 ชนิดจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสารอินทรีย์ซิเตรต และ เปลี่ยนฟอสเฟตในรูปต่างๆ ให้อยู่ในรูป orthophosphoric acid<sup>(11)</sup>

- เติมสารละลายโมลิบโดวานาเคตลงใน orthophosphoric acid เพื่อให้เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนโมลิบโดวานาโดฟอสเฟต วิธีเติมสารละลายโมลิบโดวานาเคตสามารถเติมสารละลายวานาเคตและโมลิบโดแคตแยกกันหรือนำมาผสมรวมกัน แล้วจึงเติมลงในสารละลายตัวอย่างเพื่อให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อน แต่วิธีหลังจะเป็นวิธีที่นิยมใช้

การวัดความเข้มข้นของฟอสเฟตในตัวอย่างป้อน ทำโดย

- วัดการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนโมลิบโดวานาโดฟอสเฟต ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตรด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer วิธีนี้จะต้องทำ standard curve ก่อน โดยนำสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต

( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) ที่ความเข้มข้นต่างๆ กัน มาทำปฏิกิริยากับสารละลายโมลิบโดวานาเดท แล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน จากนั้นนำมาเขียนกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสง กับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน จากค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างนำมาคำนวณปริมาณฟอสเฟตในตัวอย่างปุย

การวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้มีตัวรบกวนการวิเคราะห์คือ

- ซิลิกา(silica) จะทำปฏิกิริยากับสารละลายโมลิบโดวานาเดท เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีเหลืองของซิลิโค โมลิบเดท (silicomolybdate complex) ทำให้ค่าที่วัดได้สูงกว่าความเป็นจริง

- สารที่มีคุณสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ (reducing agent) ต่างๆ เช่น แอลกอฮอล์(alcohol) ไอออนสแตนนัส (stannous ion) จะรีดิวซ์สารละลายโมลิบโดวานาเดทให้กลายเป็น โมลิบดีนัมบลู (molybdenum blue)

- ซิเตรต(citrate) ตาเตรต(tartrate) ออกซาเลท (oxalate) จะทำปฏิกิริยากับโมลิบดีนัม (molybdenum)

- เหล็ก(Fe(III)) ปริมาณมากจะรบกวนการวิเคราะห์ แต่ถ้าอยู่ในสารละลายกรดเปอร์คลอริก โดยที่ไม่มีคลอไรด์ ( $\text{Cl}^-$ ) และซัลเฟต ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) เหล็กจะไม่เกิดสีและไม่รบกวนการวิเคราะห์ แต่อย่างไรก็ตามถ้าตัวอย่างมีปริมาณเหล็ก และ ซิลิกอนมาก จะไม่นิยมวิเคราะห์โดยวิธีนี้ แต่จะใช้วิธี heteropoly blue และวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 650 หรือ 830 นาโนเมตร แทน<sup>(3,5)</sup>

### 1.3 วัตถุประสงค์

1. เพื่อปรับปรุงวิธีวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมี โดยศึกษาเปรียบเทียบการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมีโดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate กับวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate
2. เพื่อศึกษาอิทธิพลของสารเคมีต่างๆ ที่มีผลต่อการวิเคราะห์โดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate

#### 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1. สามารถปรับปรุงวิธีการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมีด้วยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ทดแทนการวิเคราะห์ด้วยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate
2. วิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate สามารถประหยัดงบประมาณด้านสารเคมี เมื่อเทียบกับวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate
3. การศึกษานี้ทำให้ทราบถึงอิทธิพลของสารเคมีต่างๆ ที่มีผลต่อการวิเคราะห์โดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate จึงสามารถใช้เป็นแนวทางที่จะป้องกันไม่ให้เกิดข้อผิดพลาดต่างๆ ในการวิเคราะห์ อันจะเป็นสาเหตุให้ผลการวิเคราะห์ ผิดพลาดหรือคลาดเคลื่อนได้

#### 1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

มิถุนายน 2539 - ตุลาคม 2541

## 2 เครื่องมือ และสารเคมี

### 2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- เครื่องชั่งไฟฟ้า (electronic balance)
- เตาไฟฟ้า (hotplate)
- เครื่องเขย่า (shaker bath)
- เตาอบ (oven)
- เครื่อง UV-VIS Spectrophotometer
- ชุดทำน้ำบริสุทธิ์ระบบคิไอออนไนซ์ (deionizer)
- ปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump)
- เครื่องแก้วใช้ในห้องปฏิบัติการ

### 2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

- แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ammonium hydroxide)
- แอมโมเนียม โมลิบเดต (ammonium molybdate)
- แอมโมเนียม เมตาวานาเดต (ammonium metavanadate)
- กรดซิตริก (citric acid)
- กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid)
- โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์ (molybdenum trioxide)
- กรดไนตริก (nitric acid)
- กรดเปอร์คลอริก (perchloric acid)
- โพแทสเซียม ไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (potassium dihydrogen phosphate)
- ควิโนลีน (quinoline)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide)

หมายเหตุ สารเคมีในข้อ 2.2 ใช้ชนิด reagent grade

### 2.3 วิธีเตรียมรีเอเจนท์ (reagent)

#### 1. สารละลายแอมโมเนียมซิเตรต (ammonium citrate solution)

- ละลายกรดซิตริกจำนวน 370 กรัมในน้ำกลั่นปริมาตร 1.5 ลิตร
- เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ที่มีความเข้มข้นของแอมโมเนีย (NH<sub>3</sub>) ร้อยละ 28-29 ปริมาตร 345 มิลลิลิตร
- นำไปปรับ pH ให้ได้ pH 7.0 ด้วยสารละลายกรดซิตริก หรือสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์
- จากนั้นนำไปวัดค่าความถ่วงจำเพาะ และปรับให้ได้ค่าความถ่วงจำเพาะเท่ากับ 1.09
- ในกรณีที่สารละลายเข้มข้นเกินไปและค่าความถ่วงจำเพาะสูงกว่า 1.09 ทำให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนอ่านค่าความถ่วงจำเพาะได้เท่ากับ 1.09

#### 2. สารละลายกรดซิตริก โมลิบดีค (citric-molybdic acid reagent)

- ละลายโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ออกไซด์จำนวน 54 กรัม และโซเดียมไฮดรอกไซด์จำนวน 12 กรัมในน้ำร้อนปริมาตร 400 มิลลิลิตร แล้วทิ้งไว้ให้เย็น
- ละลายกรดซิตริกจำนวน 60 กรัม ในสารละลายที่มีกรดไฮโดรคลอริกปริมาตร 140 มิลลิลิตร และน้ำกลั่นปริมาตร 200 มิลลิลิตร แล้วทิ้งไว้ให้เย็น
- ค่อย ๆ เทส่วนผสมของสารละลายโมลิบดีนัมออกไซด์ ลงไปในส่วนผสมของสารละลายกรดซิตริก โดยกวนตลอดเวลาแล้วทิ้งไว้ให้เย็น
- กรองสารละลายที่ได้ แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่น

#### 3. สารละลายควิโนลีน (quinoline solution)

- เติมควิโนลีนปริมาตร 50 มิลลิลิตร ในสารละลายผสมระหว่างกรดไฮโดรคลอริก 60 มิลลิลิตร และ น้ำกลั่น 300 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ให้เย็น
- ปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่น



#### 4. กรดผสมเทอร์นารี (ternary acid mixture)

- เติมกรดซัลฟูริกปริมาตร 20 มิลลิลิตรลงในกรดไนตริกปริมาตร 100 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน
- เติมกรดเปอร์คลอริกความเข้มข้นร้อยละ 70 ปริมาตร 40 มิลลิลิตร

#### 5. สารละลายโมลิบโดวานาเดท (molybdovanadate reagent)

- ละลายแอมโมเนียมโมลิบเดตเตตราไฮเดรท (ammonium molybdate tetrahydrate) จำนวน 40 กรัมในน้ำร้อนปริมาตร 400 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ให้เย็น
- ละลายแอมโมเนียมเมตาวานาเดท (ammonium metavanadate) จำนวน 2 กรัมในน้ำร้อน ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ให้เย็น จากนั้นเติมกรดเปอร์คลอริกความเข้มข้นร้อยละ 70 ปริมาตร 250 มิลลิลิตร
- ค่อย ๆ เทสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต ลงในสารละลายผสมของแอมโมเนียมเมตาวานาเดทที่เตรียมไว้ข้างต้น แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 2 ลิตร

#### 6. สารละลายมาตรฐานฟอสเฟต

- อบโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $KH_2PO_4$ ) ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- ชั่งโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตให้มีปริมาณฟอสเฟต ( $P_2O_5$ ) อยู่ 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9 และ 1.0 มิลลิกรัมต่อ มิลลิลิตร

### 2.4 ตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

ตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ ( $P_2O_5$ ) ในช่วงร้อยละ 4 ถึง 24 จำนวน 18 ตัวอย่าง

### 3 วิธีการวิเคราะห์

#### 3.1 การเตรียมตัวอย่างปุย(ตามวิธี AOAC ข้อ 2.037)

1. บดตัวอย่างปุยให้ละเอียด
2. ชั่งตัวอย่างปุย 1 กรัมให้ได้มวลแน่นอน ใส่บนกระดาษกรองเบอร์ 42 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 9 เซนติเมตร ที่วางอยู่บนกรวยกรองและต่ออยู่กับขวดกรองขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นต่อขวดกรองเข้ากับปั๊มสุญญากาศ
3. เติมน้ำกลั่นที่ละน้อยบนตัวอย่าง และทำการกรองด้วยปั๊มสุญญากาศจนกระทั่งได้ปริมาตรของของเหลวส่วนที่กรองได้ (filtrate) ประมาณ 250 มิลลิลิตร ภายในเวลา 1 ชั่วโมง
4. นำส่วน filtrate ใส่ใน volumetric flask ขนาด 500 มิลลิลิตร
5. นำส่วนของแข็งที่อยู่บนกระดาษกรองพร้อมกระดาษกรองใส่ใน erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายแอมโมเนียมซีเตรต ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปิดด้วยจุกยาง
6. นำไปแช่ในเครื่องเขย่าอุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำให้เย็นทันที
7. นำสารในข้อ 6 เปรวมกับสารในข้อ 4 แล้วเติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร จากนั้นตั้งทิ้งไว้เป็นเวลาไม่น้อยกว่า 2 ชั่วโมง
8. กรองสารละลายในข้อ 7 (filtrate ที่กรองได้คือฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์) นำมาแบ่งเป็น 2 ส่วนโดย  
ส่วนที่ 1 วิเคราะห์โดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate  
ส่วนที่ 2 วิเคราะห์โดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate

### 3.2 การวิเคราะห์ปริมาณ

#### 1. การวิเคราะห์โดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate

- ปิเปต filtrate ส่วนที่ 1 ให้ได้ปริมาณฟอสเฟต ( $P_2O_5$ ) ไม่เกิน 25 มิลลิกรัม ใส่ใน erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร

- เติม 1:1 กรดไนตริก ปริมาตร 10 มิลลิลิตร และน้ำกลั่นปริมาตร 50 มิลลิลิตร นำไปต้มเดือดเป็นเวลา 10 นาที

- เติมน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร และสารละลายกรดซิดริก โมลิบดิก ปริมาตร 30 มิลลิลิตร นำไปต้มเดือดเป็นเวลา 2-3 นาที

- เติมสารละลายควิโนลีนจากบิวเรตปริมาตร 10 มิลลิลิตร โดย 4 มิลลิลิตรแรก ค่อยๆ หยดทีละหยด

- ทิ้งไว้ให้เย็น นำมากรองตะกอนด้วย gooch crucible ที่ปูด้วย glass microfiber filter ชนิด GF/A ที่รูน้าหนัก ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น จากนั้นนำตะกอนที่ได้ไปอบที่ อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

- ทำให้เย็นใน dessicator แล้วชั่ง

- วิธีคำนวณ

$$\text{ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์} = \frac{\text{น้ำหนักตะกอน, กรัม} \times 100 \times 0.03207}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง, กรัม}}$$

(คำนวณเป็น  $P_2O_5$ ) ร้อยละ โดยน้ำหนัก

ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ตามตารางที่ 1

#### 2. การวิเคราะห์ปริมาณโดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate

การเตรียม standard curve

- เตรียมสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตความเข้มข้น 20, 25, 30, 35, 40, 45 และ 50 พีพีเอ็ม โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตที่มีความเข้มข้น 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9 และ 1.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ใส่ใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร

- เติมกรดเปอร์คลอริก ปริมาตร 2 มิลลิลิตร

- เติมน้ำกลั่น 45 มิลลิลิตร และเติมสารละลายโมลิบโดวานาเคท 20 มิลลิลิตร โดยใช้ burette หรือ pipette จากนั้นเติมน้ำกลั่นให้ได้ 100 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมกันดี ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที

- นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer โดยปรับเครื่องให้อ่านค่า 0 ด้วยสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตความเข้มข้น 2 พีพีเอ็ม

หมายเหตุ การเตรียมสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต ความเข้มข้น 2 พีพีเอ็ม ทำโดยบีเปิดสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตที่มีความเข้มข้น 0.4 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ใส่ใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นให้ได้ 100 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมเข้ากันดี จะได้สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตความเข้มข้น 20 พีพีเอ็ม จากนั้นบีเปิดสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตความเข้มข้น 20 พีพีเอ็ม ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติมกรดเปอร์คลอริก และสารละลายโมลิบโดวานาเคท เช่นเดียวกับวิธีข้างต้น

การเตรียมตัวอย่าง

- บีเปิด filtrate ส่วนที่ 2 ปริมาตร 5 มิลลิลิตร(ในกรณีตัวอย่างปฏิมิ ปริมาณฟอสเฟตน้อย ให้บีเปิด filtrate ปริมาตร 10 มิลลิลิตร)ใส่ใน erlenmeyer flask ขนาด 125 มิลลิลิตร เติม ternary acid mixture ปริมาตร 5 มิลลิลิตร

- ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150-200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที และย่อยสลายจนกระทั่งเป็นสารละลายใส และเกิดควันสีขาวเป็นเวลา 5 นาที ทิ้งไว้ให้เย็น

- เติมน้ำกลั่นปริมาตร 15 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่ออีก 5 นาที ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วถ่ายใส่ volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร

- เติมน้ำกลั่นปริมาตร 45 มิลลิลิตร เติมสารละลายโมลิบโดวานาเคท ปริมาตร 20 มิลลิลิตร โดยใช้ burette หรือ pipette แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมกันดี ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที

- นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง  
UV-VIS Spectrophotometer

ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ตามตารางที่ 2

### 3.3 การศึกษาอิทธิพลของกรดที่ใช้ในการย่อยสลายตัวอย่างปุ๋ย

การวิเคราะห์โดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate การย่อยสลายตัวอย่างปุ๋ยต้องใช้กรดที่เหมาะสม ทั้งชนิดและปริมาณเพื่อทำลายสารอินทรีย์ต่างๆ ถ้าใช้ปริมาณกรดน้อยเกินไปอาจไม่เพียงพอที่จะทำลายสารอินทรีย์ต่างๆ และเปลี่ยนรูปของฟอสเฟตในตัวอย่างให้อยู่ในรูป orthophosphoric acid แต่ถ้าใช้กรดปริมาณมากเกินไป จะมีผลต่อการเกิดสี (develop) ของฟอสเฟต จึงได้ทำการทดลองเพื่อศึกษาผลของกรดที่มีต่อการเกิดสีของฟอสเฟต โดยวิธี Spectrophotometric molybdovanadophosphate

#### ขั้นตอนการศึกษาทดลอง

##### 1. การเตรียมตัวอย่างเพื่อหาปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ย

1. บดตัวอย่างปุ๋ยให้ละเอียด
2. ชั่งตัวอย่างปุ๋ย 1 กรัมให้ได้มวลแน่นอน ใส่บนกระดาษกรองขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 9 เซนติเมตร ที่วางอยู่บนกรวยกรองและต่ออยู่กับขวดกรองขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นต่อขวดกรองเข้ากับปั๊มสุญญากาศ
3. เติมน้ำกลั่นที่ระเหยบนตัวอย่าง และทำการกรองด้วยปั๊มสุญญากาศจนกระทั่งได้ปริมาตรของ filtrate ประมาณ 250 มิลลิลิตร ภายในเวลา 1 ชั่วโมง
4. นำส่วน filtrate ใส่ใน volumetric flask ขนาด 500 มิลลิลิตร
5. นำส่วนของแข็งที่อยู่บนกระดาษกรองพร้อมกระดาษกรองใส่ใน erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายแอมโมเนียมซีเตรต ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปิดด้วยจุกยาง
6. นำไปแช่ในเครื่องเขย่าอุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำให้เย็นทันที

7. นำสารในข้อ 6 เทรวมกับสารในข้อ 4 แล้วเติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร จากนั้นตั้งทิ้งไว้เป็นเวลาไม่น้อยกว่า 2 ชั่วโมง
8. กรองสารละลายในข้อ 7

## 2. การวิเคราะห์ปริมาณ

### การเตรียม standard curve

- เตรียม standard curve ตามหัวข้อ 3.2 ข้อ 2 หน้า 14

### การเตรียมตัวอย่าง

- ปิเปต filtrate ในข้อ 8 ปริมาตร 5 มิลลิลิตรใส่ใน erlenmeyer flask จำนวน 3 ใบโดย

flask ใบที่ 1 นำมาเติมกรดผสมเทอร์นารีปริมาตร 5 มิลลิลิตร

flask ใบที่ 2 นำมาเติมกรดผสมเทอร์นารีปริมาตร 10 มิลลิลิตร

flask ใบที่ 3 นำมาเติมกรดผสมเทอร์นารีปริมาตร 15 มิลลิลิตร

- ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150-200 องศาเซลเซียส ย่อยสลายจนกระทั่งเป็นสารละลายใส และเกิดควันสีขาวเป็นเวลา 5 นาที ทิ้งไว้ให้เย็น

- เติมน้ำกลั่นปริมาตร 15 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่ออีก 5 นาที ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วถ่ายใส่ volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร

- เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 45 มิลลิลิตร เติมสารละลายโมลิบโดวานาเคทปริมาตร 20 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมกันดี ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที

- นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

### 3.4 การศึกษาชนิดและปริมาณกรดต่างๆ ในกรดผสม กรดผสมเทอร์นารี ที่มีผลต่อการ develop สีของฟอสเฟต

กรดผสมเทอร์นารี เป็นสารละลายผสมของกรด 3 ชนิดคือ กรดซัลฟูริก, กรดไนตริก และ กรดเปอร์คลอริก ที่ใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ต่างๆ รวมทั้งเปลี่ยนฟอสเฟตในรูปต่างๆ ให้เป็น orthophosphoric acid จากการศึกษาในเบื้องต้นพบว่า การใช้กรดผสมเทอร์นารีปริมาณ มากเกินไปในการย่อยสลายตัวอย่าง มีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงลดลง จึงได้ทำการศึกษา ทดลองเพื่อต้องการทราบว่ากรดชนิดใดในกรดผสมเทอร์นารี ในปริมาณเท่าใดที่มีผลทำให้ขัด ขวางการเกิดสีของฟอสเฟต

#### ขั้นตอนการศึกษาทดลอง

##### 1. การเตรียม standard curve

- เตรียม standard curve ตามหัวข้อ 3.2 ข้อ 2 หน้า 14

##### 2. การเตรียมตัวอย่าง

- บีบอัดสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตความเข้มข้น 20 พีพีเอ็ม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวน 16 ใบ

- เติมน้ำกลั่นปริมาตร 45 มิลลิลิตรใน flask ทั้ง 16 ใบ

- เติมกรดผสมเทอร์นารี ปริมาตร 2, 5, 10, 15 มิลลิลิตร ใน volumetric flask ใบที่ 1-4

- เติมกรดไนตริกปริมาตร 2, 5, 10, 15 มิลลิลิตร ใน volumetric flask ใบที่ 5-8

- เติมกรดซัลฟูริกปริมาตร 2, 5, 10, 15 มิลลิลิตรใน volumetric flask ใบที่ 9-12

- เติมกรดเปอร์คลอริกปริมาตร 2, 5, 10, 15 มิลลิลิตร ใน volumetric flask ใบที่ 13-16

- เติมสารละลายโมลิบโดวานาเคทปริมาตร 20 มิลลิลิตร ใน volumetric flask ทั้ง 16 ใบ

- เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันดี ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที

- นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตรด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

### 3.5 การศึกษาปริมาณของสารละลาย โมลิบโดวานาเคท ที่มีผลต่อการเกิดสีของฟอสเฟต

สารละลายโมลิบโดวานาเคท ประกอบด้วยสารเคมี 2 ชนิดคือ แอมโมเนียมเมตาวานาเคท และแอมโมเนียมเฮปตาโมลิบเคท เป็นสารเคมีที่ใช้ในการทำให้ฟอสเฟตเกิดสี ตามวิธี AOAC กำหนดให้เติมสารละลายนี้ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ลงในสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต และในตัวอย่างปฏึก การเติมสารละลายนี้ในปริมาณน้อย หรือมากกว่าที่กำหนด ย่อมจะทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาดไป จึงได้ทำการทดลองเพื่อศึกษาผลของการเติมสารละลายโมลิบโดวานาเคท ในปริมาณต่างๆ กันว่ามีผลอย่างไรต่อการเกิดสีของฟอสเฟต

#### ขั้นตอนการศึกษาทดลอง

##### 1. การเตรียม standard curve

- เตรียม standard curve ตามหัวข้อ 3.2 ข้อ 2 หน้า 14

##### 2. การเตรียมตัวอย่าง

- ปิ่เปิดสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตความเข้มข้น 20 พีพีเอ็ม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวน 7 ใบ

- เติมน้ำกลั่นปริมาตร 45 มิลลิลิตร

- เติมกรดเปอร์คลอริกปริมาตร 2 มิลลิลิตรลงใน volumetric flask ทั้ง 7 ใบ

- เติมสารละลายโมลิบโดวานาเคท ปริมาตร 5, 10, 15, 20, 30, 40 และ 50 มิลลิลิตร ในแต่ละ volumetric flask ตามลำดับ

- เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมกันดี ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที

- นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตรด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer



#### 4 ผลการทดลอง

- 4.1 ผลการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ร้อยละ 4 – 24 จำนวน 18 ตัวอย่าง โดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate โดยทำการทดลองแบบ triplicate แสดงในตารางที่ 1
- 4.2 ผลการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ร้อยละ 4 – 24 จำนวน 18 ตัวอย่าง โดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate โดยทำการทดลองแบบ triplicate แสดงในตารางที่ 2
- 4.3 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ เปรียบเทียบระหว่างวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate กับวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 3
- 4.4 ผลการศึกษาอิทธิพลของกรดที่ใช้ในการย่อยสลายตัวอย่างปุ๋ย พบว่าการใช้กรดปริมาณมาก ในการย่อยสลายตัวอย่าง จะขัดขวางการเกิดสีของฟอสเฟต ดังแสดงในตารางที่ 4
- 4.5 ผลการศึกษานิวเคลและปริมาณกรดต่างๆ ในกรดผสมเทอร์นารีที่มีผลต่อการ develop สีของ ฟอสเฟต พบว่ากรดที่มีผลต่อการเกิดสีของฟอสเฟตจากมากไปหาน้อยได้แก่ กรดซัลฟูริก > กรดผสมเทอร์ นารี > กรดไนตริก > กรดเปอร์คลอริก ดังแสดงในตารางที่ 5 และรูปที่ 1
- 4.6 ผลการศึกษาปริมาณของสารละลายโมลิบโดวานาเดท ที่มีผลต่อการเกิดสีของฟอสเฟต พบว่าปริมาณสารละลายโมลิบโดวานาเดทมีผลต่อการดูดกลืนแสงของฟอสเฟต เมื่อเติม สารละลายโมลิบโดวานาเดทมากขึ้น ค่าการดูดกลืนแสงจะเพิ่มมากขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 6 และรูปที่ 2

## 5 วิจารณ์ผลการทดลอง

### 5.1 การวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ เปรียบเทียบระหว่างวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate กับวิธี Spectrophotometric Molybdovanado phosphate

ตารางที่ 3 การวิเคราะห์และประเมินค่าทางสถิติโดยใช้ t-test เพื่อเปรียบเทียบผลการศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมีพบว่า การวิเคราะห์โดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate และวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ของ ปุ๋ยเกรด 0-4-0 เกรด 15-5-30 เกรด 25-7-7 เกรด 24-8-8 เกรด 14-10-30 เกรด 13-13-21 จำนวน 2 ตัวอย่าง เกรด 15-15-15 เกรด 16-16-8 จำนวน 3 ตัวอย่าง เกรด 16-16-16 เกรด 4-16-24 จำนวน 2 ตัวอย่าง เกรด 16-20-0 เกรด 8-24-24 เกรด 9-24-24 และเกรด 12-24-12 ให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ทั้งนี้โดยพิจารณาจากค่า t (t-distribution) ที่ได้จากการคำนวณมีค่าน้อยกว่าค่า t จากตารางคือ 2.78 สรุปได้ว่าปุ๋ยที่มีปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ ( $P_2O_5$ ) ในช่วงร้อยละ 4 ถึง 24 เมื่อวิเคราะห์โดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate และวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 นั่นคือสามารถใช้วิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ทดแทนวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate ในการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมีได้

หมายเหตุ 1. วิธีการคำนวณค่า t คูในภาคผนวก 2

2. ค่า t จากตารางคูในภาคผนวก 1 ตารางที่ 7

## 5.2 การศึกษาอิทธิพลของกรดที่ใช้ในการย่อยสลายตัวอย่างปุ๋ย

จากตารางที่ 4 ทำการย่อยสลายสารละลายตัวอย่างปุ๋ยเคมีเกรด 16-16-16 ด้วยกรดผสมเทอร์นารีปริมาตร 5 มิลลิลิตร ให้ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ร้อยละ 15.54 เมื่อเพิ่มปริมาณกรดผสมเทอร์นารีในการย่อยสลายสารละลายตัวอย่างเป็น 10 มิลลิลิตร พบว่าให้ผลการวิเคราะห์ที่น้อยลงคือร้อยละ 15.01 เมื่อเพิ่มปริมาณกรดเป็น 15 มิลลิลิตร พบว่าให้ผลการวิเคราะห์ที่น้อยลงอย่างมากคือร้อยละ 8.61

ปุ๋ยเคมีเกรด 16-16-8 เกรด 9-24-24 และเกรด 12-24-12 ก็ให้ผลการวิเคราะห์ที่น้อยลงเช่นเดียวกัน ทั้งนี้เนื่องจากการใช้กรดปริมาณมากเกินไปในการย่อยสลายสารละลายตัวอย่าง ทำให้มีกรดเหลืออยู่ในสารละลายตัวอย่างมาก ยังมีปริมาณกรดเหลือมาก ยิ่งทำให้ขัดขวางการเกิดสีของฟอสเฟต เมื่อเกิดสีน้อย การอ่านค่าการดูดกลืนแสงก็ลดลงเป็นผลให้การวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตได้น้อยกว่าความเป็นจริง

## 5.3 การศึกษาชนิดและปริมาณกรดต่างๆ ในกรดผสมเทอร์นารี ที่มีผลต่อการ develop

### สีของฟอสเฟต

ตารางที่ 5 และรูปที่ 1 การศึกษาผลของกรดชนิดต่างๆ ได้แก่ กรดผสมเทอร์นารี กรดซัลฟูริก กรดไนตริก และ กรดเปอร์คลอริก พบว่าเมื่อมีการเติมกรดทั้ง 4 ชนิด ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย มาตรฐานฟอสเฟต ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้อยู่ในช่วง 19.98 ถึง 20.04 พีพีเอ็ม ยกเว้นกรดซัลฟูริก ที่อ่านค่าความเข้มข้นได้เพียง 19.14 พีพีเอ็ม แสดงว่ากรดซัลฟูริก ปริมาตร 2 มิลลิลิตร มีผลทำให้ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟตลดลงถึง 0.86 พีพีเอ็ม สรุปได้ว่า กรดซัลฟูริกมีผลต่อการเกิดสีมากกว่ากรดผสมเทอร์นารี กรดไนตริก และกรดเปอร์คลอริก

เมื่อเพิ่มปริมาณของกรดทั้ง 4 ชนิดเป็น 5 มิลลิลิตร พบว่า กรดเปอร์คลอริก และกรดไนตริก มีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตลดลงเพียงเล็กน้อย อ่านค่าได้ 19.78 และ 19.52 พีพีเอ็ม ตามลำดับ ส่วนกรดผสมเทอร์นารีอ่านค่าได้ 17.9 และกรดซัลฟูริก ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ทำให้สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตไม่เกิดสี อ่านค่าความเข้มข้นได้เท่ากับ 0 พีพีเอ็ม เมื่อเพิ่มปริมาณของกรดทั้ง 3 ชนิดเป็น 10 มิลลิลิตร (ยกเว้นกรดซัลฟูริก) พบว่ากรดเปอร์คลอริกมีผลทำให้ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟตลดลงเหลือ 14.88 พีพีเอ็ม

ส่วนกรดไนตริก และกรดผสมเทอร์นารีมีผลทำให้ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟตที่อ่านได้ต่ำกว่า 4 พีพีเอ็ม

เมื่อเพิ่มปริมาณของกรดทั้ง 3 ชนิดเป็น 15 มิลลิลิตร (ยกเว้นกรดซัลฟูริก) พบว่า กรดเปอร์คลอริก มีผลทำให้ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟตลดลงเหลือ 3.32 พีพีเอ็ม ในขณะที่กรดอื่นๆ อีก 2 ชนิด ไม่สามารถอ่านค่าความเข้มข้นของฟอสเฟตได้

สรุปได้ว่า กรดที่มีผลต่อการเกิดสีของฟอสเฟตจากมากไปหาน้อยได้แก่ กรดซัลฟูริก > กรดผสมเทอร์นารี > กรดไนตริก > กรดเปอร์คลอริก ในการย่อยสลายสารตัวอย่างจึงควรหลีกเลี่ยงการใช้กรดซัลฟูริกในปริมาณมาก เนื่องจากจะยับยั้งการเกิดสีของฟอสเฟต และจากการทดลองพบว่ากรดเปอร์คลอริกมีผลในการยับยั้งการเกิดสีของฟอสเฟตน้อยที่สุด จึงนิยมใช้ในการย่อยสลายตัวอย่าง แต่มีข้อควรระวังคือจะต้องไม่ให้ตัวอย่างแห้ง มิฉะนั้นจะเกิดการระเบิด

#### 5.4 การศึกษาปริมาณของสารละลายโมลิบโดวานาเคท ที่มีผลต่อการเกิดสีของฟอสเฟต

ตารางที่ 6 และรูปที่ 2 การเติมสารละลายโมลิบโดวานาเคทปริมาตรต่างๆ กัน ลงในสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตความเข้มข้น 20 พีพีเอ็ม เพื่อให้เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีเหลือง พบว่าการเกิดสีเหลืองของสารประกอบเชิงซ้อนโมลิบโดวานาโคฟอสเฟต เป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับปริมาตรของสารละลายโมลิบโดวานาเคทที่เติมครั้งนี้ เมื่อเติมสารละลายโมลิบโดวานาเคท ปริมาตร 5 มิลลิลิตร สามารถอ่านค่าความเข้มข้นได้เพียง 17.7 พีพีเอ็ม เมื่อเพิ่มปริมาตรเป็น 10 และ 15 มิลลิลิตร พบว่าค่าความเข้มข้นเพิ่มเป็น 19.5 และ 19.7 พีพีเอ็ม เมื่อเพิ่มปริมาตรเป็น 20 มิลลิลิตร พบว่าอ่านค่าความเข้มข้นได้ 20.0 พีพีเอ็ม เมื่อเพิ่มปริมาตรเป็น 30, 40 และ 50 มิลลิลิตร พบว่าความเข้มข้นที่อ่านได้เพิ่มขึ้นอีกเป็น 20.4, 20.8 และ 21.2 พีพีเอ็ม แสดงว่า ปริมาณของสารละลายโมลิบโดวานาเคท มีผลต่อการดูดกลืนแสงของฟอสเฟต ยิ่งเติมสารละลายโมลิบโดวานาเคทมากขึ้น ยิ่งมีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มมากขึ้น จึงทำให้ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟตที่อ่านได้เพิ่มมากขึ้น

ดังนั้นในการวิเคราะห์ จะต้องใช้อุปกรณ์ที่มีความละเอียดเช่น burette หรือ pipette เพื่อใช้ในการตวงสารละลายโมลิบโดวานาเคทลงในสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต และสารละลายตัวอย่าง เนื่องจากสารละลายโมลิบโดวานาเคทปริมาตรที่ต่างกัน มีผลต่อการเกิดสีของฟอสเฟต

## 6 สรุปผลการทดลอง

การวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมีโดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate สามารถนำมาใช้วิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในปุ๋ยเคมีทดแทนวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate ได้ ทั้งนี้จากการวิเคราะห์และประเมินค่าทางสถิติโดยใช้ t-test พบว่าปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ ( $P_2O_5$ ) ในช่วง ร้อยละ 4 ถึง 24 เมื่อวิเคราะห์โดยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate เทียบกับวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

**วิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate มีข้อดีคือ**

1. มีขั้นตอนการวิเคราะห์ที่รวดเร็ว เมื่อเทียบกับวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate เนื่องจากวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate หลังจากย่อยสลายตัวอย่างปุ๋ยแล้ว จะมีขั้นตอนการเติมสารเคมี 2 ขั้นตอน โดยขั้นตอนแรกเติมสารละลายกรดซัลฟูริกโมลิบดีกัม ขั้นตอนที่ 2 เติมสารละลายควิโนลีน และในแต่ละขั้นตอนต้องมีการต้มสารละลายตัวอย่างจนเดือด และมีการทำให้เย็น ส่วนขั้นตอนสุดท้ายคือการอบตะกอนที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส จะต้องทำให้เย็นอีกเพื่อชั่งน้ำหนักตะกอน สำหรับวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate หลังจากย่อยสลายตัวอย่างปุ๋ยแล้ว นำไปเติมสารละลายโมลิบดีควานาเคท จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนได้ 100 มิลลิลิตร และตั้งทิ้งไว้ 10 นาที ก็สามารถนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ แต่วิธีนี้จะต้องทำ standard curve ด้วย

2. ปลอดภัยต่อผู้วิเคราะห์ เมื่อเปรียบเทียบกับวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate เนื่องจากวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate มีขั้นตอนการเติมควิโนลีน ซึ่งสามารถเกิดอันตรายต่อผู้วิเคราะห์คือ ไอร้อนอาจลวกมือผู้วิเคราะห์ได้ นอกจากนี้ผู้วิเคราะห์และผู้อยู่ข้างเคียงจะสูดดมไอของควิโนลีนซึ่งเป็นพิษต่อร่างกาย

3. วิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ใช้สารเคมีน้อยกว่า วิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate จึงสามารถช่วยลดมลภาวะจากการใช้สารเคมี ในการวิเคราะห์โดยในตัวอย่างนํย 1 ตัวอย่าง

วิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate ใช้สารเคมีดังนี้

กรดซัลฟูริก	3.6	กรัม
โซเดียมไฮดรอกไซด์	0.72	กรัม
โมลิบดีนัมออกไซด์	3.24	กรัม
กรดไฮโดรคลอริก	9.6	มิลลิลิตร
ควิโนลีน	1	มิลลิลิตร

วิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate ใช้สารเคมีดังนี้

แอมโมเนียมเฮพตาโมลิบเดท	0.8	กรัม
แอมโมเนียมเมตาวานาเดท	0.04	กรัม
กรดเปอร์คลอริก	9	มิลลิลิตร

อย่างไรก็ตาม การวิเคราะห์โดยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate จำเป็นต้องคำนึงถึงสิ่งต่างๆ ดังนี้

1. ต้นทุน วิธีนี้จะมีการลงทุนในเบื้องต้นที่สูงกว่าวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate เนื่องจากต้องใช้เครื่องมือพิเศษคือ UV-VIS Spectrophotometer และเมื่อใช้งานไประยะหนึ่ง หลอดกำเนิดแสงมีการเสื่อม ต้องมีการเปลี่ยนใหม่ จึงทำให้ต้นทุนด้านเครื่องมือสูงกว่าวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate แต่เครื่องมือดังกล่าวนอกจากจะใช้วิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตแล้ว ยังสามารถวิเคราะห์สารอื่นๆ ที่ใช้ปฏิกิริยาการเกิดสารเชิงซ้อน และการดูดกลืนแสงได้ เช่นการวิเคราะห์ปริมาณไบยูเรตในนํย

2. ปริมาณน้ำที่ใช้ วิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate จะใช้น้ำปริมาณน้อยกว่าวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate แต่ต้องใช้น้ำที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่า จึงต้องมีการลงทุนในด้านเครื่องมือสำหรับผลิตน้ำที่มีความบริสุทธิ์

### วิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate มีข้อควรระวังดังนี้

1. การย่อยสลายตัวอย่าง จะต้องใช้ปริมาตรของกรดตามที่กำหนดคือ 5 มิลลิลิตร ไม่ควรใช้ปริมาตรกรดมากกว่าที่กำหนด เนื่องจากจะทำให้ผลการวิเคราะห์ที่ได้น้อยกว่าความเป็นจริง
2. การเติมสารละลายโมลิบโดวานาเดทในสารละลายมาตรฐาน และในตัวอย่างปฏิกิริยาจะต้องเติมในปริมาตรที่กำหนดคือ 20 มิลลิลิตร ไม่ควรเติมน้อยกว่าหรือมากกว่าที่กำหนดเนื่องจากการใช้ปริมาตรของสารละลายนี้น้อยเกินไปจะทำให้ผลวิเคราะห์ต่ำกว่าความเป็นจริง และการใช้ปริมาตรของสารละลายนี้มากเกินไปจะทำให้ผลวิเคราะห์สูงกว่าความเป็นจริง
3. วิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate มีการใช้เครื่องมือ UV-VIS Spectrophotometer ในการวิเคราะห์ ผู้วิเคราะห์จะต้องมีความรู้ ความเข้าใจในการใช้เครื่องมือเป็นอย่างดี เพื่อสามารถทำการวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง
4. สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเจนฟอสเฟตที่ใช้ในการเตรียม standard curve จะต้องมีความเข้มข้นที่ถูกต้อง แน่นนอน จึงจะทำให้ผลการวิเคราะห์ถูกต้อง

## 7 เอกสารอ้างอิง

## เอกสารอ้างอิง

1. กระทรวงเกษตร กรมการข้าว กองวิชาการ หลักการใช้ปุ๋ยเคมี. พระนคร: โรงพิมพ์สำนักทำเนียบนายกรัฐมนตรี, 2505, หน้า57
2. นงเยาว์ ทองตัน, อาหารของพืช, วารสารเคมี. กรุงเทพมหานคร: โรงพิมพ์ยูไนเต็คโปรดักชั่น, ปีที่ 3, 2522, หน้า21
3. Charlot, G. Colorimetric determination of elements. New York : Elsevier, 1964, p.340
4. Ettore, Leslie S. and Snell, Foster Dee Encyclopedia of industrial chemical analysis. New York: Interscience, 1973, vol.17, p.66
5. Halmann, M. Analytical chemistry of phosphorous compounds. New York: Wiley-Interscience, 1972, p.24, 32
6. Helrich, Kenneth. Official methods of analysis of the association of official analytical chemists. Virginia: Arlington, AOAC, 1990, p. 12-17
7. Lenga, Robert E., The sigma-aldrich library of chemical safety data. U.S.A: Sigma-Aldrich Corporation, 1985, p. 122, 1327, 1580
8. Miller, J.C. and Miller, J.N. Statistics for analytical chemistry. England: Ellis horwood, 1988, p. 55, 216
9. Sax, Irving N. and Sr., Richard I. Lewis. Hawley's condensed chemical dictionary. New York: Van Nostran Reinhold Company, 1987, p. 68, 795, 990
10. Sittig, Marshall. Handbook of toxic and hazardous chemicals and carcinogens. New Jersey: Noyes Publication, 1985, p 764
11. Sweeney, Rose A., Performance criteria proposed for automated determination of direct available  $P_2O_5$  in fertilizer. Journal of the association of official analytical chemists. Arlington : AOAC, May/June 1985, vol.68 No.3, p.467



## 8. ภาคผนวก

## ภาคผนวก 1

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ ( $P_2O_5$ ), ร้อยละ โดยวิธี

Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate

เกรดปุ๋ย	portion I	Portion II	portion III	ค่าเฉลี่ย
0-4-0	2.7228	2.6577	2.8272	2.7359
15-5-30	5.9787	6.1193	5.7902	5.9627
25-7-7	7.4737	7.5361	7.5649	7.5249
24-8-8	8.2091	8.1621	7.9968	8.1227
14-10-30	10.6294	10.2218	10.6572	10.5028
13-13-21	12.6856	12.7815	13.0488	12.8386
13-13-21	13.3169	13.0167	13.3881	13.2406
15-15-15	13.4649	13.4201	13.5659	13.4836
16-16-8	16.9267	16.5879	16.9158	16.8101
16-16-8	17.1624	17.0992	17.1669	17.1429
16-16-8	17.0778	16.9112	16.6595	16.8828
16-16-16	15.6567	15.3861	15.6823	15.5750
4-16-24	20.1844	20.3136	20.4214	20.3065
4-16-24	21.8573	21.8189	21.7702	21.8154
16-20-0	20.4961	20.8247	20.8282	20.7163
8-24-24	24.2374	24.2944	24.2828	24.2715
9-24-24	23.5039	23.7356	23.8406	23.6934
12-24-12	25.0053	25.0963	24.8400	24.9805

หมายเหตุ เกรดปุ๋ย X-Y-Z หมายถึงปริมาณของธาตุอาหารในปุ๋ยคิดเป็นร้อยละโดยน้ำหนักดังนี้

- X หมายถึง ปริมาณธาตุอาหารไนโตรเจนทั้งหมดคำนวณเป็น N
- Y หมายถึง ปริมาณธาตุอาหารฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์คำนวณเป็น  $P_2O_5$
- Z หมายถึง ปริมาณธาตุอาหารโพแทสเซียมที่ละลายน้ำคำนวณเป็น  $K_2O$

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ ( $P_2O_5$ ), ร้อยละ โดยวิธี

Spectrophotometric Molybdovanadophosphate

เกรคปุ๋ย	portion I	portion II	portion III	ค่าเฉลี่ย
0-4-0	2.7650	2.5630	2.9237	2.7506
15-5-30	5.8636	5.9785	5.7589	5.8670
25-7-7	7.4494	7.4231	7.4698	7.4474
24-8-8	8.0326	8.0015	7.9525	7.9955
14-10-30	10.7468	10.1725	10.6243	10.5145
13-13-21	12.6558	12.6869	12.8563	12.7330
13-13-21	13.3592	13.2106	13.5135	13.3611
15-15-15	13.5144	13.3553	13.4728	13.4475
16-16-8	17.0990	16.4698	16.8750	16.8164
16-16-8	17.1064	17.0188	17.0602	17.0618
16-16-8	16.9670	16.7376	16.7861	16.8302
16-16-16	15.5953	15.3605	15.6553	15.5370
4-16-24	20.3147	20.1280	20.4891	20.3106
4-16-24	21.9809	21.8550	21.6743	21.8367
16-20-0	20.6129	20.8290	20.8776	20.7732
8-24-24	24.1110	24.2276	24.0687	24.1358
9-24-24	23.5058	23.5917	23.7177	23.6051
12-24-12	24.8423	24.9245	24.6698	24.8122

**ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ เปรียบเทียบระหว่างวิธี  
Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate กับวิธี Spectrophotometric  
Molybdovanadophosphate**

เกรดปุ๋ย	Gravimetric Method %P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (a)	Spectrophotometric Method %P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (b)	a-b	t
0-4-0	2.74	2.75	-0.01	0.13
15-5-30	5.96	5.87	0.09	0.84
25-7-7	7.52	7.45	0.07	2.60
24-8-8	8.12	8.00	0.12	1.86
14-10-30	10.50	10.51	-0.01	0.05
13-13-21	12.84	12.73	0.11	0.84
13-13-21	13.24	13.36	-0.12	0.84
15-15-15	13.48	13.45	0.03	0.56
16-16-8	16.81	16.81	0.00	0.02
16-16-8	17.14	17.06	0.08	2.43
16-16-8	16.88	16.83	0.05	0.38
16-16-16	15.58	15.54	0.04	0.29
4-16-24	20.31	20.31	0.00	0.03
4-16-24	21.82	21.84	-0.02	0.23
16-20-0	20.72	20.77	-0.05	0.42
8-24-24	24.27	24.14	0.13	2.68
9-24-24	23.69	23.61	0.08	0.75
12-24-12	24.98	24.81	0.17	1.59

- หมายเหตุ a** คือปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ ที่ได้จากค่าเฉลี่ยของการทดลองแบบ triplicate โดยการวิเคราะห์ด้วยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate Method
- b** คือปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ ที่ได้จากค่าเฉลี่ยของการทดลองแบบ triplicate โดยวิธีการวิเคราะห์ด้วยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate
- a-b** คือ ผลของความแตกต่างระหว่างการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ ด้วยวิธี Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate กับวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate
- t** คือ t-distribution หรือ student -t distribution ได้จากการคำนวณ

**ตารางที่ 4** ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์เปรียบเทียบระหว่างการ ใช้กรดผสมเทอร์นารี ปริมาณต่างๆ กันในการย่อยสลายตัวอย่างปุ๋ย

เกรดปุ๋ย	ปริมาณฟอสเฟตที่เป็นประ โยชน์ ( $P_2O_5$ ) ร้อยละ				
	a	B	c	a-b	a-c
16-16-16	15.54	15.01	8.61	0.53	6.93
16-16-8	17.06	15.92	6.66	1.14	10.40
9-24-24	23.61	21.86	10.15	1.75	13.46
12-24-12	24.81	23.77	15.38	1.04	9.43

- หมายเหตุ a** คือ ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่ได้จากการย่อยสลายตัวอย่าง โดยใช้กรดผสมเทอร์นารีปริมาตร 5 มิลลิลิตร
- b** คือ ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่ได้จากการย่อยสลายตัวอย่าง โดยใช้ กรดผสมเทอร์นารีปริมาตร 10 มิลลิลิตร
- c** คือ ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่ได้จากการย่อยสลายตัวอย่าง โดยใช้ กรดผสมเทอร์นารีปริมาตร 15 มิลลิลิตร
- a-b** คือ ผลของความแตกต่างระหว่างการย่อยสลายตัวอย่าง โดยใช้ กรดผสมเทอร์นารี ปริมาตร 5 มิลลิลิตร กับ 10 มิลลิลิตร
- a-c** คือ ผลของความแตกต่างระหว่างการย่อยสลายตัวอย่าง โดยใช้ กรดผสมเทอร์นารี ปริมาตร 5 มิลลิลิตร กับ 15 มิลลิลิตร

**ตารางที่ 5** ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตที่มีการเติมกรดชนิดต่างๆ ปริมาตร 2-15 มิลลิลิตร

ปริมาตรกรด (มิลลิลิตร)	ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟต( $P_2O_5$ ), พีพีเอ็ม			
	กรดผสมเทอร์นารี	กรดไนตริก	กรดซัลฟูริก	กรดเปอร์คลอริก
2	19.98	20.04	19.14	20.00
5	17.9	19.52	0.00	19.78
10	0.30	3.34	-	14.88
15	-0.18	-0.02	-	3.32

- หมายเหตุ** - ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟตเมื่อมีการเติมกรดผสมเทอร์นารี และกรดไนตริก ปริมาตร 15 มิลลิลิตร อ่านค่าได้ -0.18 และ -0.02 พีพีเอ็ม ตามลำดับเนื่องจากเมื่อเติมกรดทั้ง 2 ชนิดลงไป ทำให้ไม่เกิดการ develop สีเหลือง จึงทำให้อ่านค่าการดูดกลืนแสงได้ต่ำกว่า 0 ซึ่งเป็นค่าติดลบ เมื่อ software ของเครื่องทำการประมวลผลค่าความเข้มข้นจึงมีค่าติดลบ
- ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟตเมื่อเติมกรดซัลฟูริก ปริมาตร 10 และ 15 มิลลิลิตร ลงไป ทำให้ไม่เกิดการ develop สีเหลือง เช่นกัน จึงไม่ได้ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสง

**ตารางที่ 6** ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตความเข้มข้น 20 พีพีเอ็ม ที่มีการเติมสารละลาย โมลิบโดวานาเคท ปริมาตร 5 ถึง 50 มิลลิลิตร

ปริมาตรสารละลายโมลิบโดวานาเคท มิลลิลิตร	ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟต ( $P_2O_5$ ) พีพีเอ็ม
5	17.7
10	19.5
15	19.7
20	20.0
30	20.4
40	20.8
50	21.2

ตารางที่ 7 ค่า t-distribution ที่ระดับความเชื่อมั่น 95%<sup>(8)</sup>

Number of degrees of freedom	Value of $t$ for a confidence interval of 95% Critical value of $t$ for P values of 0.05
1	12.71
2	4.30
3	3.18
4	2.78
5	2.57
6	2.45
7	2.36
8	2.31
9	2.26
10	2.23

**ตารางที่ 8 คุณสมบัติและความเป็นพิษของสารเคมีแอม โมเนียม โมลิบเดท, แอม โมเนียมเมตาโมลิบเดท(ใช้วิเคราะห์ด้วยวิธี Spectrophotometric Molybdovanadophosphate) สารเคมี โมลิบดินัม ไตรออกไซด์ และควิโนลิน (ใช้วิเคราะห์ด้วยวิธี**

**Gravimetric Quinolinium Molybdophosphate)**

สารเคมี	แอม โมเนียม โมลิบเดท	แอม โมเนียมเมตาโมลิบเดท	โมลิบดินัม ไตรออกไซด์	ควิโนลิน
ลักษณะทางกายภาพ	เป็นผลึกสีขาว ละลายน้ำ ไม่ละลายในแอลกอฮอล์	เป็นผลึกสีขาว ละลายเล็กน้อยในน้ำ	เป็นผงสีขาว ละลายเล็กน้อยในน้ำ ละลายได้ดีในด่างและกรด	เป็นของเหลวไม่มีสี เมื่อเก็บไว้นานจะทำให้มีสี เข้มขึ้น ละลายในน้ำ, แอลกอฮอล์ และอีเทอร์
ความเป็นพิษ	มีความเป็นพิษปานกลาง	มีความเป็นพิษต่ำ	มีความเป็นพิษสูง	มีความเป็นพิษปานกลาง
Oral-rat LD <sub>50</sub>	333 มิลลิกรัม/กิโลกรัม	-	125 มิลลิกรัม/กิโลกรัม	331 มิลลิกรัม/กิโลกรัม
อันตรายต่อร่างกาย	ถ้ามีการกลืน สูดดม หรือซึม ผ่านทางผิวหนัง จะทำให้เกิด อาการระคายเคืองต่อเยื่อ ทางเดินหายใจ ผิวหนัง และตา	-	ถ้ามีการกลืน สูดดม หรือซึม ผ่านทางผิวหนัง อาจทำให้ ถึงตายได้ นอกจากนี้ทำให้ เกิดการระคายเคืองต่อ เยื่อทางเดินหายใจ ผิวหนัง และตา	ถ้ามีการกลืน สูดดม หรือซึม ผ่านทางผิวหนัง จะทำให้เกิด อาการระคายเคืองต่อเยื่อ ทางเดินหายใจ ผิวหนัง และตา นอกจากนี้ยังพบว่าสารนี้ ทำให้เกิดมะเร็งในหนูด้วย <sup>(79,10)</sup>

**หมายเหตุ Oral-rat LD<sub>50</sub> หมายถึง ปริมาณของสารที่ทำให้หนูตายไป 50% เมื่อให้สารนี้แก่หนูทางปาก**



## ภาคผนวก 2

สูตรการคำนวณ ค่า t (t-distribution)<sup>(8)</sup>

$$t = (\bar{x}_1 - \bar{x}_2) / s \sqrt{(1/n_1 + 1/n_2)}$$

$$s^2 = \{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2\} / (n_1 + n_2 - 2)$$

$$s = \sqrt{s^2}$$

$$s_1 = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n_1 - 1}}$$

$$s_2 = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n_2 - 1}}$$

$t$  หมายถึง ค่าการแจกแจงแบบ t

$s^2$  หมายถึง ค่าความแปรปรวนที่ได้จากการคำนวณผลจากข้อมูลชุดที่ 1 และชุดที่ 2

$s$  หมายถึง ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ได้จากการคำนวณผลจากข้อมูลชุดที่ 1 และชุดที่ 2

$n_1$  หมายถึง จำนวนข้อมูลชุดที่ 1

$n_2$  หมายถึง จำนวนข้อมูลชุดที่ 2

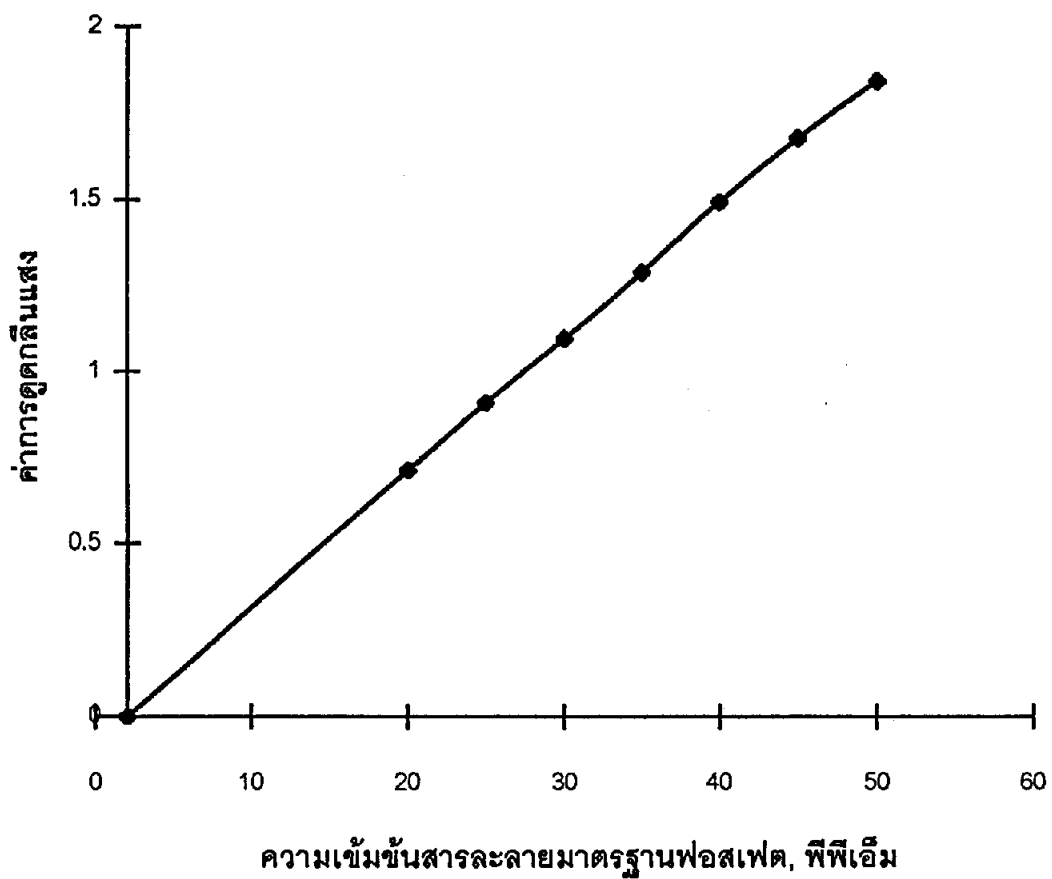
$s_1$  หมายถึง ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลชุดที่ 1

$s_2$  หมายถึง ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลชุดที่ 2

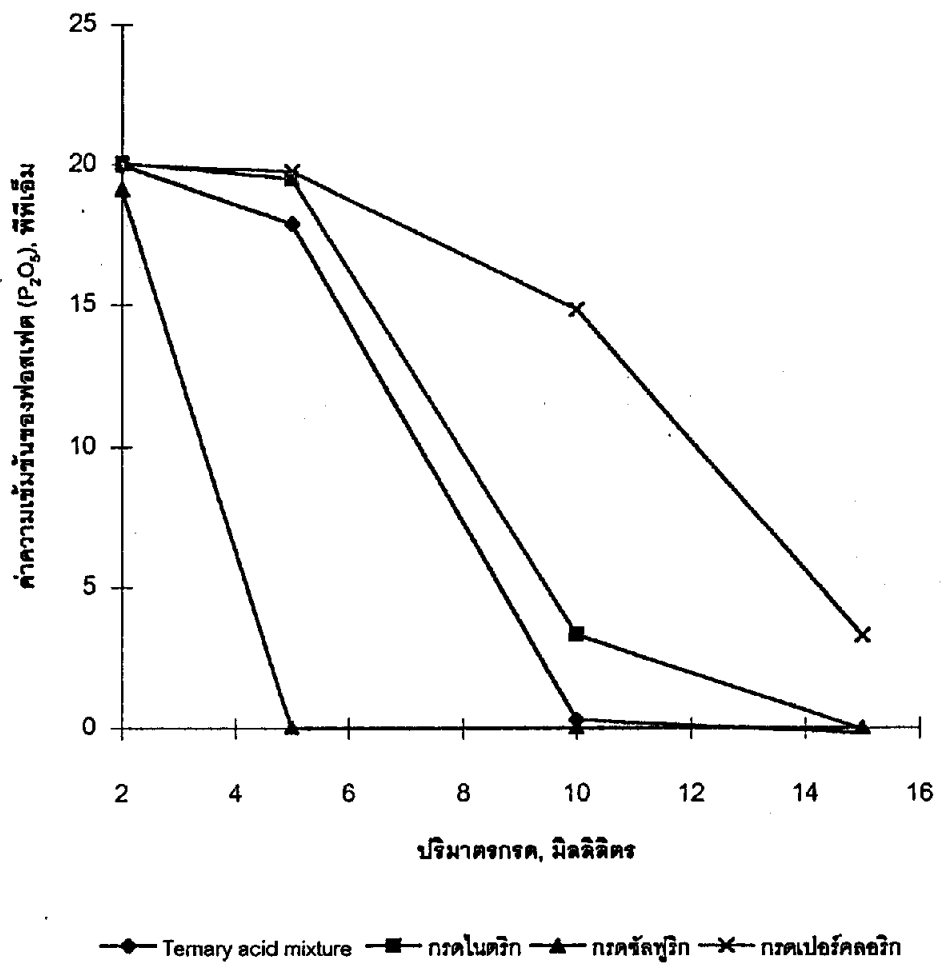
$\bar{x}_1$  หมายถึง ค่าเฉลี่ยของข้อมูลชุดที่ 1

$\bar{x}_2$  หมายถึง ค่าเฉลี่ยของข้อมูลชุดที่ 2

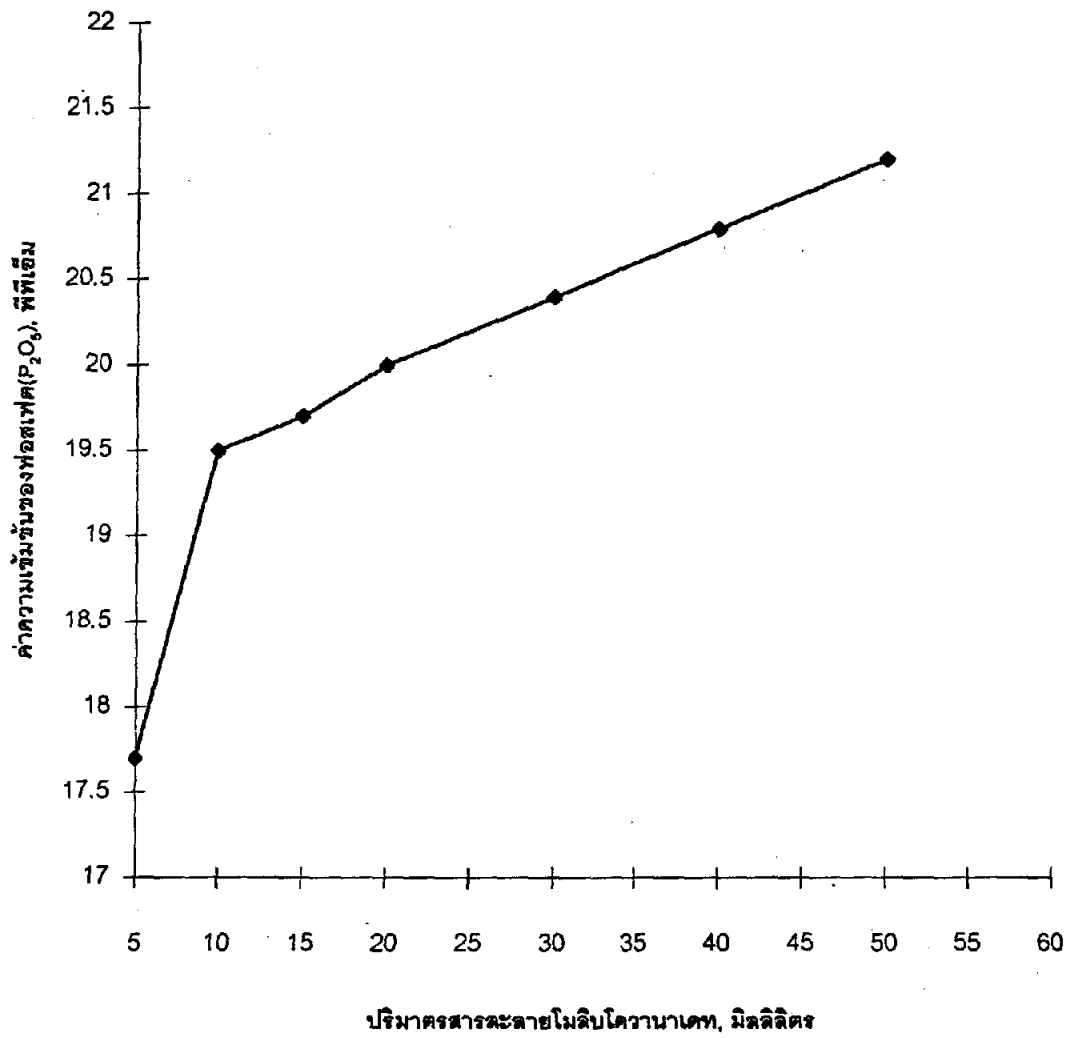
## ภาคผนวก 3



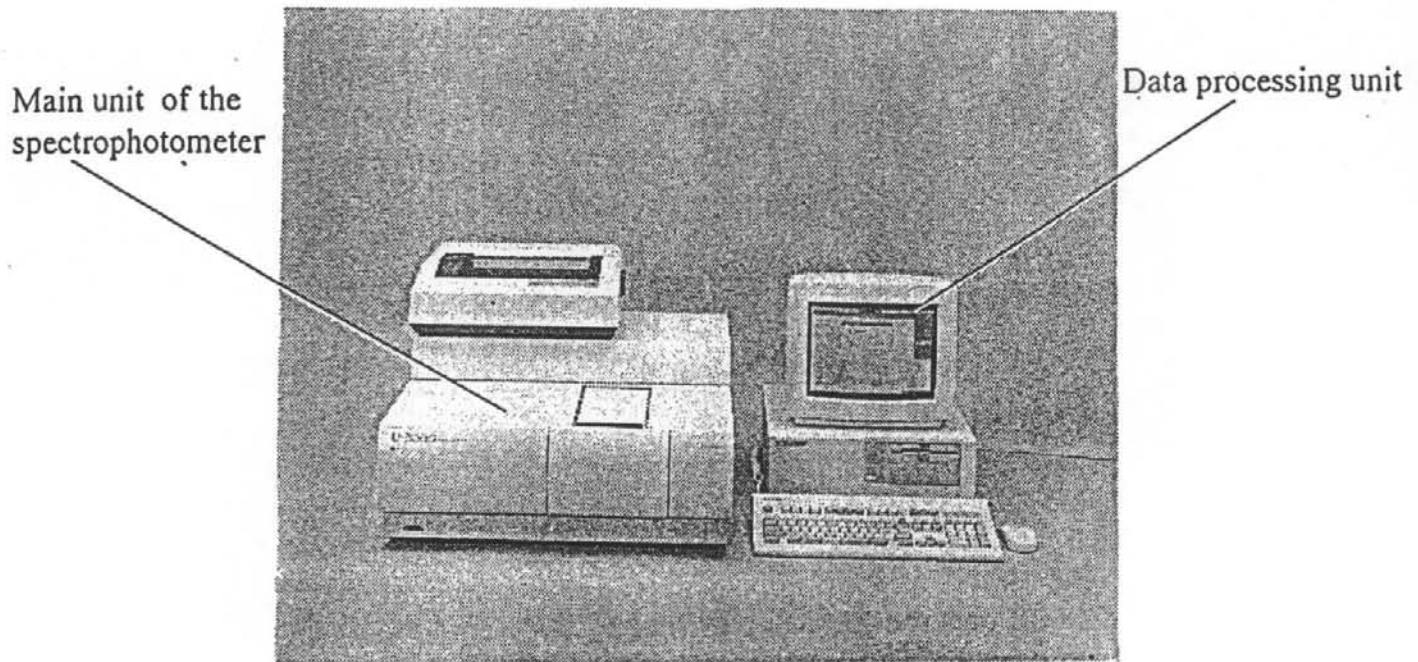
รูปที่ 1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง กับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต 20 ถึง 50 พีพีเอ็ม



รูปที่ 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของกรวดชนิดต่างๆ กับค่าความเข้มข้นของฟอสเฟต



รูปที่ 3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของสารละลายโมลิบโดวานาเคท กับ ค่าความเข้มข้นของฟอสเฟต



รูปที่ 4 เครื่อง UV-VIS Spectrophotometer