

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

วศ
กม
อว 18

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 1

การศึกษาพัฒนาการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในน้ยมะพร้าว

โดย

นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม

นักวิทยาศาสตร์ 6ว

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 1

การศึกษาพัฒนาการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปัสสาวะ

เลขที่	๖๗
	กข
	๐๐18
เลขทะเบียน	๙๙๖๖
วันที่	14 / ๒๖ / ๒๕๓๗

โดย

นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม

นักวิทยาศาสตร์ 6ว

ด้วยฉันทนันทนาการ
จาก
(๖๗)

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

การศึกษาพัฒนาการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปฏิกเคมีด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy โดยพัฒนาวิธีวิเคราะห์จากการใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene และใช้สารละลายแลนทานัมเป็นตัวกัณการรบกวนการวิเคราะห์ มาเป็นการใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene และใช้สารละลายโพแทสเซียมเป็นตัวกัณการรบกวนการวิเคราะห์ จากการศึกษาทดลองพบว่า การใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene และใช้สารละลายโพแทสเซียม ความเข้มข้นร้อยละ 0.2 เป็นวิธีที่สามารถใช้วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปฏิก ได้อย่างมีประสิทธิภาพ คือค่า % recovery อยู่ในช่วงร้อยละ 93.2 ถึง 109.9

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ

1. บทนำ

1.1 คำนำ	1
1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์.....	1
1.3 วัตถุประสงค์	7
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	7
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	7
1.6 ความจำเป็นของธาตุแคลเซียมที่มีต่อพืช	2

2. เครื่องมือและสารเคมี

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์	8
2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์	8
2.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม และการเตรียมรีเอเจนท์	8
2.4 การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer	10
2.5 ตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลอง	10

3. วิธีการวิเคราะห์

3.1 การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม โดยการเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 และใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene	12
3.2 การศึกษาทดลองเพื่อทดสอบผลของการเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์	13
3.3 การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยการเติมแลนทานัม ความเข้มข้นร้อยละ 0 ถึง 1.4 และใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene	14
3.4 การศึกษาทดลองเพื่อทดสอบผลของการเติมแลนทานัมร้อยละ 1 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุย	21

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.5 การศึกษาวิธีวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยใช้เปลวไฟชนิด Nitrous oxide-Acetylene	15
3.6 การศึกษาทดลองเพื่อทดสอบผลของการเติมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุย	17
3.7 การศึกษาทดลองวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุยที่มีฟอสเฟต ปริมาณสูง	18
4. ผลการทดลอง	20
5. วิจารณ์ผลการทดลอง	22
6. สรุปผลการทดลอง	29
7. เอกสารอ้างอิง	32
8. ภาคผนวก	
ภาคผนวก 1	
8.1 ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมที่มีการเติมแลนทานัมความเข้มข้น ร้อยละ 0.1	33
8.2 ตารางที่ 2 ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่าง A, B และ C ก่อนและหลัง การเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 1 และ 2 พีพีเอ็ม	33
8.3 ตารางที่ 3 ปริมาณแคลเซียมคำนวณห้กลับค่าความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียมที่เติมเข้าไปในตัวอย่าง	33
8.4 ตารางที่ 4 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง B และ C ที่มีการเติมสารละลาย แลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0 ถึง 1.4	34
8.5 ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง B และ C ที่มีการเติมสารละลายแลนทานัม ร้อยละ 1	34
8.6 ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง B และ C ที่มีการเติมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็ม	34

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

8.7 ตารางที่ 7 ปริมาณแคลเซียมคำนวณหักลบค่าความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียมที่เติมเข้าไปในตัวอย่าง	35
8.8 ตารางที่ 8 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเติมสารละลาย โพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0 ถึง 0.5	35
8.9 ตารางที่ 9 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเติมสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้น ร้อยละ 0.2	36
8.10 ตารางที่ 10 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเติมโพแทสเซียม ความเข้มข้นร้อยละ 0.2 ของตัวอย่างส่วนที่ 1	36
8.11 ตารางที่ 11 ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่าง A, B และ C ก่อนและ หลังการเติมสารละลาย มาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0.6 พีพีเอ็ม ของตัวอย่างส่วนที่ 1	37
8.12 ตารางที่ 12 ปริมาณแคลเซียมคำนวณหักลบค่าความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียมที่เติมในตัวอย่าง A, B และ C ของตัวอย่างส่วนที่ 1	37
8.13 ตารางที่ 13 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเติมโพแทสเซียม ความเข้มข้นร้อยละ 0.2 ของตัวอย่างส่วนที่ 2	37
8.14 ตารางที่ 14 ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่าง A, B และ C ก่อนและ หลังการเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 1.0 พีพีเอ็ม ของตัวอย่างส่วนที่ 2	37
8.15 ตารางที่ 15 ปริมาณแคลเซียมคำนวณหักลบค่าความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียมที่เติมในตัวอย่าง ของตัวอย่างส่วนที่ 2	38
8.16 ตารางที่ 16 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง D, E และ F ที่มีการเติมโพแทสเซียม ความเข้มข้นร้อยละ 0.2 และใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene	38
8.17 ตารางที่ 17 ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่าง D, E และ F ก่อนและหลังการ เติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0.6 และ 1.0 พีพีเอ็ม	38

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

8.18 ตารางที่ 18 ปริมาณแคลเซียมเมื่อคำนวณห้กลับค่าความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เติมเข้าไปในตัวอย่าง D, E และ F	38
8.19 ตารางที่ 19 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมเปรียบเทียบระหว่าง วิธีการเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 กับวิธีการเติมโพแทสเซียม ความเข้มข้นร้อยละ 0.2	39
8.20 ตารางที่ 20 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความ เข้มข้น 0 ถึง 2.0 พีพีเอ็ม	40
8.21 ตารางที่ 21 % recovery ของการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง ปฏิก A, B, C, D, E และ F ที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม ความ เข้มข้น 0.6 และ 1.0 พีพีเอ็ม ใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene และ ตัวกันการรบกวนโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2	40
8.22 ตารางที่ 22 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่มีปริมาณ ฟอสเฟตอยู่ในอัตราส่วน ฟอสเฟต (P_2O_5) ต่อแคลเซียม (Ca) 0 ถึง 100	41
8.23 ตารางที่ 23 ร้อยละไอออนไนส์ของโลหะ alkali และ โลหะ alkali earth ในเปลวไฟ ชนิด nitrous oxide-acetylene	41

ภาคผนวก 2

1. การคำนวณค่า RSD	42
2. การคำนวณปริมาณแคลเซียม	42
3. การคำนวณค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient)	43
4. การคำนวณ % recovery	43

ภาคผนวก 3

รูปที่ 1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง กับค่าความ เข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0 ถึง 2.0 พีพีเอ็ม	44
รูปที่ 2 เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer	45

1 บทนำ

1.1 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์

ปัจจุบันการวิเคราะห์แคลเซียมในตัวอย่างปุยใช้วิธี Atomic Absorption Spectroscopy โดยใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene และใช้วิธีการเค็มสารละลายแลนทานัมเป็นตัวกันการรบกวน ซึ่งเป็นวิธีที่ไม่สามารถกำจัดตัวรบกวนในปุยที่มีปริมาณฟอสเฟตสูงทั้งนี้จากการศึกษาเอกสารทางวิชาการพบว่า ถ้าปุยมีปริมาณฟอสเฟตต่อแคลเซียมมากกว่า 30 ต่อ 1 จะทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาด โดยทำให้วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมได้น้อยกว่าความเป็นจริง⁽⁷⁾ จึงได้ทำการศึกษาเพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสม พบว่าการเค็มสารละลายโพแทสเซียม และใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene เป็นวิธีที่เหมาะสมสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างปุยที่มีปริมาณฟอสเฟตต่ำจนถึงปริมาณฟอสเฟตสูงได้อย่างถูกต้อง

1.2 คำนำ

แคลเซียมเป็นธาตุอาหารรองที่มีความจำเป็นต่อการเจริญเติบโตของพืช การที่พืชจะเจริญเติบโตได้ดี ต้องมีการให้ธาตุอาหารต่างๆในปริมาณที่เหมาะสม ถ้าให้ธาตุอาหารมากเกินไปหรือน้อยเกินไป ย่อมเป็นอันตรายต่อการเจริญเติบโตของพืช ดังนั้นการให้ธาตุอาหารแก่พืช จำเป็นต้องทราบว่าเป็นตัวอย่างปุยมีธาตุอาหารที่พืชต้องการในปริมาณเท่าใด การวิเคราะห์จะเป็นวิธีที่ทำให้ทราบปริมาณของธาตุอาหาร การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างโดยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy นอกจากการเตรียมตัวอย่างปุยจะต้อง ถูกต้องเหมาะสมแล้ว ยังต้องคำนึงถึงตัวรบกวนที่มีในปุยที่นำมาทำการวิเคราะห์ด้วย ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาทดลอง เพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสม โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมทดแทนการใช้สารละลายแลนทานัมในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์แคลเซียม ซึ่งเป็นวิธีที่ดีกว่าสามารถวิเคราะห์แคลเซียมในปุยที่มีปริมาณฟอสเฟตต่ำถึงปริมาณฟอสเฟตสูงได้อย่างถูกต้อง นอกจากนี้สามารถลดปริมาณโลหะหนักที่ต้องใช้ในขั้นตอนการวิเคราะห์ และประหยัดงบประมาณจากการใช้โพแทสเซียมที่มีราคาถูกกว่าแลนทานัมในการวิเคราะห์

1.2.1 ความจำเป็นของธาตุแคลเซียมที่มีต่อพืช

แคลเซียมจัดเป็นธาตุอาหารรองที่พืชมีความต้องการในการเจริญเติบโต โดยที่แคลเซียมมีความสำคัญต่อพืชดังนี้

1. ช่วยเพิ่มความแข็งแรงของเนื้อเยื่อเซลล์พืช เนื่องจากแคลเซียมเป็นส่วนประกอบของผนังเซลล์ (แคลเซียม เท็คเตด)
2. ช่วยกระตุ้นการทำงานของเอนไซม์ในพืช ทำให้การปฏิบัติงานต่างๆ ของเซลล์พืชอยู่ในสภาพปกติ
3. ทำให้ธาตุต่างๆ สามารถละลายเป็นอาหารพืชได้
4. ช่วยแก้ความเป็นกรดของดินที่ใช้ในการปลูกพืช แคลเซียมที่ใช้แก้ความเป็นกรดของดินจะอยู่ในรูปของ

4.1 หินปูน (limestone)

หินปูนมีส่วนประกอบของแคลเซียมคาร์บอเนต และแมกนีเซียมคาร์บอเนต ประสิทธิภาพของหินปูนที่จะไปทำปฏิกิริยากับดินที่เป็นกรดเพื่อช่วยลดความเป็นกรดลงจะรวดเร็วหรือช้าเพียงใด ขึ้นกับความละเอียดของหินปูนที่ใช้ หินปูนที่บดละเอียดมากจะเป็นหินปูนที่มีคุณค่าดีกว่าหินปูนซึ่งบดอย่างหยาบๆ และสามารถใช้ในจำนวนน้อยกว่าหินปูนที่บดหยาบ ปกติแล้วหินปูนที่จะใช้ได้ผลดีในการใส่เพื่อแก้ความเป็นกรดในดินนั้นจะต้องนำมาบดให้ละเอียดจน 50% ของผงปูนที่บดได้ทั้งหมดมีขนาดเล็กพอที่จะลอดผ่านรูตะแกรงร้อนซึ่งมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของรู 0.25 มิลลิเมตร และ 30% ของผงปูนทั้งหมด ก็จะต้องขนาดเล็กพอที่จะผ่านลวดรูตะแกรงร้อนซึ่งมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเล็กลงไปอีกเพียง 0.15 มิลลิเมตร

นอกจากขนาดของเม็ดปูน หรือความละเอียดของปูนแล้ว คุณภาพของปูนแต่ละชนิดที่จะขึ้นอยู่กับความบริสุทธิ์ของแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีอยู่ ปกติแล้วหินปูนที่มีเกรดพอใช้ได้หรือมีคุณค่าในการทำละลายกรดในดินได้ดี จะต้องมีส่วนประกอบของแคลเซียมคาร์บอเนตอยู่ไม่ต่ำกว่า 80%

4.2 ปูนมาร์ล(Marl)

มาร์ล คือหินปูนแคลเซียมคาร์บอเนตชนิดหนึ่ง ซึ่งเกิดขึ้นตามธรรมชาติ และพบกันมากในดินใต้หนองน้ำ หรือใต้ทะเลสาบ มาร์ลมีลักษณะเป็นผงขุ่นและนุ่มโดยมีดินเหนียวและอินทรีย์วัตถุตลอดจนแมกนีเซียมคาร์บอเนตปะปนอยู่ด้วย คุณภาพของปูนมาร์ลใช้เพื่อแก้ความเป็นกรดของดินแตกต่างกันไปตามชนิดของปูนมาร์ลที่ขุดได้เนื่องจากปูนมาร์ลที่ขุดได้มีความชื้นสูง ก่อนใช้จึงจำเป็นต้องตากให้แห้งเสียก่อนโดยไม่จำเป็นต้องบดให้ละเอียดอีกแต่อย่างใด เพราะปกติปูนมาร์ลเป็นผงขุ่นอยู่แล้ว

4.3 ปูนเผาและปูนช้้น (Quick and slaked limes)

ปูนเผาหรือปูนช้้น ผลิตได้โดยการนำหินปูนดิบต่างๆ ไป ซึ่งมีแคลเซียมและแมกนีเซียมคาร์บอเนต เป็นส่วนประกอบสำคัญ มาเผาในความร้อนสูงกว่า 900°C เมื่อหินปูนถูกความร้อนขนาดนั้นก็จะขับแก๊สคาบอนไดออกไซด์ ให้ระเหยออกไปหมด คงเหลือเป็นแคลเซียมและแมกนีเซียมออกไซด์ ซึ่งเรียกว่า ปูนเผา เมื่อเติมน้ำลงไป ปูนเผา(quick lime) ก็จะได้ปูนช้้น (slaked lime) ซึ่งเป็นแคลเซียม และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ปูนเผา หรือปูนช้้นนี้จะมีฤทธิ์ความเป็นด่างแรงและแสดงปฏิกิริยาเร็วกว่าหินปูนดิบมาก การใช้ปูนเผา หรือปูนช้้นจึงจำเป็นต้องปฏิบัติด้วยความระมัดระวังอย่าใส่ให้มากเกินไป และต้องใส่ก่อนปลูกพืชอย่างน้อย 2 อาทิตย์ การใส่ก็ต้องหว่านให้สม่ำเสมอและพยายามให้คลุกเคล้ากับดินผิวหน้าให้มากที่สุด มิฉะนั้นอาจจะเกิดผลร้ายแก่พืชที่ปลูกได้

4.4 ชี้เถ้า

ไม้เนื้อแข็งสดๆ เมื่อถูกนำมาเผาจนเป็นเถ้าถ่านแล้ว ชี้เถ้า นั้นจะมีแคลเซียมออกไซด์ ประมาณ 30-40% และมีโพแทช (K_2O) อยู่ 4-6 % นอกจากนั้นก็มีซิลิกา (SiO_2) และแร่ธาตุอื่นๆ อยู่บ้างอย่างละเล็กน้อย การใช้ชี้เถ้าปริมาณมากๆ แทนการใช้ปูนมักจะให้ผลดีในการแก้ความเป็นกรดของดินไม้พื้หินปูนต่างๆ ไป เพราะชี้เถ้าจะไปช่วยเพิ่มธาตุฟอสฟอรัส และโพแทสเซียมในดินได้ทางหนึ่ง

5. ช่วยแก้ความเป็นด่างของดิน

ตามปกติแล้วดินที่มีปฏิกิริยาเป็นด่าง (alkali soils) มักจะเป็นดินเหนียวที่ประกอบด้วย

ธาตุโซเดียม (sodium clay) หรือมีโซเดียมคาร์บอเนตอยู่ในดินมาก วิธีแก้ไขปรับปรุงโดยการใส่
 วัตถุที่ให้ธาตุแคลเซียมต่างๆ เช่นยิบซัมลงไปดิน เพื่อให้ธาตุแคลเซียมไปแทนที่ธาตุโซเดียม
 ในเม็ดดินเหนียวให้มากที่สุด จะช่วยลดความเป็นค่างของดินได้ การใส่ผงยิบซัม (calcium
 sulphate) ให้คลุกเคล้ากับดินผิวหน้าและมีการรดน้ำเข้าไปชะล้างธาตุโซเดียมจากดินให้ละลาย
 ออกมามากๆ แล้วจึงระบายน้ำออกทิ้งไปก็เป็นวิธีที่ใช้ได้ผลดีมาก ในการปรับปรุงแก้ไขดินที่
 เป็นค่างเพราะหลังจากใส่ผงยิบซัมลงในดินแล้ว โซเดียมคาร์บอเนตในดินจะเข้าทำปฏิกิริยากับ
 ยิบซัมแล้วเปลี่ยนเป็นแคลเซียมคาร์บอเนต ส่วนโซเดียมซัลเฟตที่เหลือหลังจากทำปฏิกิริยาแล้ว
 ก็จะละลายและถูกชะล้างออกจากดินพร้อมกับน้ำที่ถูกระบายออกมา

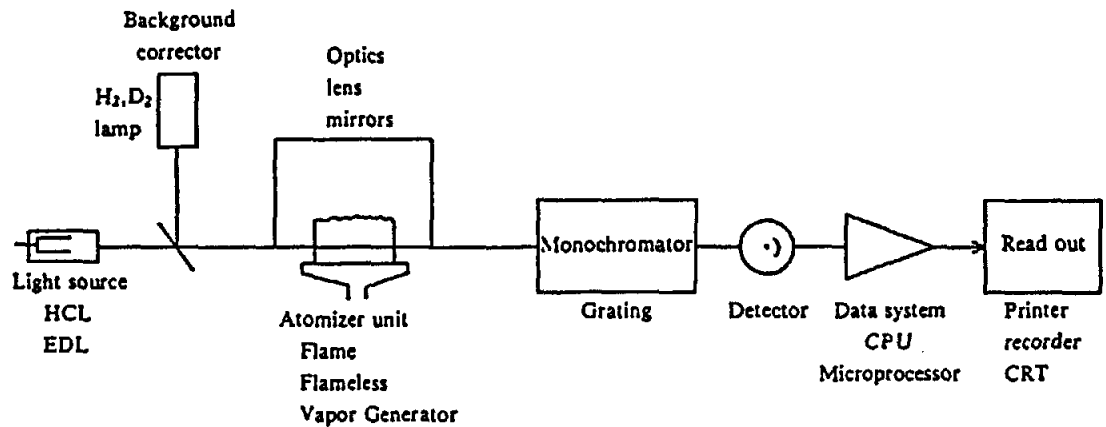
6. ช่วยแก้ความเป็นพิษในดินที่เป็นกรด

ในดินที่เป็นกรด มักจะมี อะลูมิเนียม เหล็ก และแมงกานีส ละลายอยู่ในปริมาณที่เป็น
 พิษต่อพืชการเติมแคลเซียมในดินในรูปของปูน จะช่วยทำให้ความเป็นพิษของสารต่างๆ ลดน้อย
 ลง โดยทำให้เกิดการตกตะกอนของ อะลูมิเนียม เหล็ก และ แมงกานีส^(1,6)

จากที่กล่าวมาจะเห็นว่าแคลเซียมมีประโยชน์ต่อพืชมากมาย อย่างไรก็ตามการเพิ่ม
 แคลเซียมลงไปดิน ในปริมาณมากเกินไปก็จะทำให้เกิดผลเสียเช่นกันคือ จะทำให้เกิดภาวะ
 ไม่สมดุลในธาตุอาหาร โดยจะทำให้เกิดการขาดแคลนธาตุอาหารบางชนิด เช่น แมกนีเซียม (Mg)
 สังกะสี (Zn) และ โบรอน (B)⁽³⁾

1.2.2 หลักการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปุ๋ยเคมีโดยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy

Atomic Absorption เป็นขบวนการที่ อะตอมเสรีของแคลเซียมดูดกลืนพลังงานในรูป
 ของแสงในช่วงความยาวคลื่น 422.7 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่มีพลังงานพอที่จะทำให้
 ทำให้อิเล็กตรอนของแคลเซียมอะตอมเกิดการเปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้นไปสู่สถานะกระตุ้น
 ปริมาณของแสงที่ดูดกลืนที่ความยาวคลื่นนี้ จะเพิ่มขึ้นเมื่อจำนวนอะตอมของแคลเซียมมี
 มากขึ้น ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนกับความเข้มข้นของแคลเซียมที่มีใน
 สารละลายมาตรฐานที่รู้ความเข้มข้นแน่นอน สามารถใช้วิเคราะห์หาความเข้มข้นของแคลเซียม
 ในสารตัวอย่างได้ โดยการวัดปริมาณแสงที่ตัวอย่างดูดกลืน



แผนภาพองค์ประกอบของเครื่อง atomic absorption spectrophotometer

องค์ประกอบของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

องค์ประกอบที่สำคัญของ Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) มี 5 ส่วนคือ

1. แหล่งกำเนิดแสง (light source) ใช้เป็น hollow cathode lamps(HCL) โดยใช้กระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์

2. ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรี (atomizer)

การวิเคราะห์โดยเทคนิค AAS จะประสบความสำเร็จมากน้อยเพียงใดขึ้นอยู่กับปริมาณอะตอมเสรีของธาตุที่ทำการวิเคราะห์ ซึ่งจะดูดกลืนคลื่นแสงที่มีความยาวคลื่นที่เหมาะสม(จาก HCL) ดังนั้นกระบวนการผลิตอะตอมเสรี ต้องมีประสิทธิภาพสูง อุปกรณ์สำคัญที่เกี่ยวข้องกับการทำให้เกิดอะตอมเสรีคือ nebulizer, spray chamber(ห้องพ่น) และ burner (หัวเผา) โดย nebulizer จะทำหน้าที่ดูดสารละลายใส่ แล้วเปลี่ยนเป็นละอองเล็กๆ (mist) ใน spray chamber ซึ่งประมาณร้อยละ 10 ของละอองเหล่านี้จะผสมกับตัวออกซิไดส์และเชื้อเพลิงในห้องพ่น และถูกนำเข้าสู่ burner ทำให้เกิดอะตอมเสรีด้วยความร้อนจากเปลวไฟที่เหมาะสม ส่วนที่เหลืออีกร้อยละ 90 ไหลออกทางท่อน้ำทิ้ง burner ที่ใช้จะต้องเลือกให้เหมาะสมกับชนิดของเปลวไฟที่ใช้ในการวิเคราะห์ burner ที่ใช้กับเปลวไฟชนิด air-acetylene จะมีขนาดของช่องที่ทำให้เกิดเปลวไฟ (slot) ยาว 10 เซนติเมตร และ burner ที่ใช้กับเปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene จะมีขนาดของช่องที่ทำให้เกิดเปลวไฟยาว 5 เซนติเมตร ซึ่งเปลวไฟทั้ง 2 ชนิดจะมีอุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดยที่เปลวไฟชนิด air-acetylene จะให้อุณหภูมิสูงสุด 2,300 องศาเซลเซียส ส่วนเปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene จะให้อุณหภูมิสูงสุด 3,000 องศาเซลเซียส

3. โมโนโครเมเตอร์ (monochromator) ใช้แยกแสงให้ได้ความยาวคลื่นของแสงที่ต้องการ

4. ดีเทคเตอร์ (detector) ใช้วัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสง

5. เครื่องประมวลผลและอ่านผล (data system and readout units)

ผลกระทบของสิ่งรบกวนการวิเคราะห์ (Interference Effects)

การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปุ๋ยเคมี ตัวรบกวนการวิเคราะห์มักจะเกิดจาก

1. chemical effect คือผลจากการมีธาตุอื่นๆ ได้แก่ ฟอสเฟต ซัลเฟต หรือ แอนไอออนที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบบางตัว ทำให้ผลการหาปริมาณของแคลเซียมได้น้อยกว่าปกติ เมื่อใช้ air-acetylene flame หรือเมื่อใช้เปลวไฟอุณหภูมิต่ำ ทั้งนี้เพราะมีการเกิดสารประกอบที่อยู่ตัวบางชนิดเรียกว่า refractory compound จึงทำให้การแตกตัวเป็นอะตอมของธาตุแคลเซียมน้อยลงกว่าที่ควรจะเป็น วิธีกำจัดตัวรบกวนที่เกิดจาก chemical effects สามารถแก้ไขได้โดย

1.1 กำจัด interfering anions ให้หมดไปเสีย เช่น ใช้ ion exchange techniques

1.2 ให้เติม interfering anion ลงไปทั้งใน standard และ samples แต่จะทำให้ไปลด sensitivity ลง

1.3 ใช้เปลวไฟอุณหภูมิสูงขึ้น เช่น แทนที่จะใช้ air-acetylene flame ก็อาจใช้ nitrous oxide-acetylene flame

1.4 ใช้วิธีเติมสารละลายซึ่งเรียกว่า releasing agent ลงไป releasing agents คือสารละลายของเกลือชนิดหนึ่งซึ่งสามารถเกิดสารประกอบที่อยู่ตัวได้ดีกว่า anions เหล่านั้น เช่น เติมสารละลาย SrCl_2 หรือ LaCl_3 หรือ $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ลงไปมากๆ (ร้อยละ 0.5 ถึง 1.0 หรือ 5,000-10,000 mg/L) หรือบางครั้งอาจเติมสารพวก chelating agents เช่น EDTA

2. Spectral Interferences ในกรณีที่ตัวอย่างปุ๋ยมี cations อื่นๆ ปนอยู่มากๆ สามารถทำให้ค่าแอบซอร์เบ้นซ์ ที่วัดได้เพิ่มขึ้นหรือลดลงอาจเนื่องมาจากการเกิด ionization เมื่อใช้เปลวไฟอุณหภูมิสูงเกินไปหรืออาจมีธาตุอื่นบางชนิดช่วยดูดกลืนแสง วิธีแก้ปัญหาก็เพื่อป้องกันไม่ให้ธาตุเหล่านี้เกิดการ ionization หรือให้เกิดขึ้นน้อยที่สุดคือ ใช้วิธีเติมสารละลาย KNO_3 หรือ

KCl ลงไปในสารละลายมาตรฐานแคลเซียมและสารละลายตัวอย่างหลายๆ (ร้อยละ 0.1 ถึง 0.2 หรือ 1,000-2,000 mg/L ของ K) หรือจนกระทั่งถึง plateau⁽²⁾

1.3 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาตัวกันการรบกวนที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์แคลเซียมและตัวกันการรบกวนการวิเคราะห์ชนิดแลนทานัม และโพแทสเซียม
2. ศึกษาและพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมที่เหมาะสม ให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง น่าเชื่อถือ

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1. สามารถหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม กับตัวกันการรบกวนชนิดแลนทานัมและ โพแทสเซียม
2. สามารถหาวิธีเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสม และสามารถกำจัดตัวรบกวนในการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุยได้
3. สามารถปรับปรุงและพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุยเคมี
4. สามารถนำผลจากการศึกษาทดลองไปพัฒนา เผยแพร่ และใช้กับการเรียนการสอนในสถานศึกษาต่างๆ ได้
5. สามารถลดปริมาณโลหะหนักที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม โดยการใช้โพแทสเซียมทดแทนการใช้แลนทานัม และใช้ในปริมาณที่น้อยกว่าคือใช้โพแทสเซียมความเข้มข้นเพียงร้อยละ 0.2 แทนการใช้แลนทานัมความเข้มข้น ร้อยละ 1
6. ประหยัดงบประมาณในการซื้อสารเคมี

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

มิถุนายน 2540 - ตุลาคม 2541

2 เครื่องมือ และสารเคมี

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- เครื่องชั่งไฟฟ้า (Electronic Balance)
- ชุดทำน้ำบริสุทธิ์ระบบคิไอออนไนซ์ (Deionizer)
- เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer
- เครื่องแก้วใช้ในห้องปฏิบัติการ

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

- สารละลายมาตรฐานแคลเซียม ความเข้มข้น 1,000 พีพีเอ็ม
- แลนทานัมออกไซด์ (La_2O_3) ชนิด reagent grade
- โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) ชนิด reagent grade
- กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ชนิด reagent grade
- กรดไนตริก (HNO_3) ชนิด reagent grade
- น้ำกลั่น หมายถึงน้ำกลั่นที่ผ่านเครื่อง deionizer และอ่านค่าความต้านทานไฟฟ้า 18.3 $\text{M}\Omega\text{-cm}$

2.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม และการเตรียมรีเอเจนท์

2.3.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 100 พีพีเอ็ม

- pipette สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 1,000 พีพีเอ็ม ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร เติม 0.5 N HCl จนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 100 พีพีเอ็ม

2.3.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0, 3, 5, 7 และ 10 พีพีเอ็ม

ที่มีสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1

- pipette สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 100 พีพีเอ็ม ปริมาตร 0, 3, 5, 7 และ 10 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร
- pipette 1% La ปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร จะได้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0, 3, 5, 7 และ 10 พีพีเอ็ม

ที่มีสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1

2.3.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0, 3, 5, 7 และ 10 พีพีเอ็ม ที่มีสารละลายแลนทานัมอยู่ ร้อยละ 1

- pipette สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 100 พีพีเอ็ม ปริมาตร 0, 3, 5, 7 และ 10 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร
- pipette 5% La ปริมาตร 20 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร จะได้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0, 3, 5, 7 และ 10 พีพีเอ็ม ที่มีสารละลายแลนทานัมร้อยละ 1

2.3.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 10 พีพีเอ็ม

- pipette สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 100 พีพีเอ็ม ในข้อ 2.3.1 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร เติม 0.5 N HCl จนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 10 พีพีเอ็ม

2.3.5 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0, 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 พีพีเอ็ม ที่มีสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2

- pipette สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 10 พีพีเอ็ม ปริมาตร 0, 5, 10, 15 และ 20 มิลลิลิตร ใส่ใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร
- เติม 5%K ปริมาตร 4 มิลลิลิตร
- เติม 0.5N HCl จนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0, 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 พีพีเอ็ม ที่มีสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2

2.3.6 การเตรียมสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 (1%La)

- ชั่ง La_2O_3 น้ก 11.7 กรัม ใส่ในกรด HCl ปริมาตร 250 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

2.3.7 การเตรียมสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 5 (5% La)

- ชั่ง La_2O_3 หนัก 58.65 กรัม ใส่ในกรด HCl ปริมาตร 250 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ ปริมาตร 1 ลิตร

2.3.8 การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 5 (5%K)

- ชั่ง KCl หนัก 95.5 กรัม เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

2.3.9 การเตรียม 0.5 N HCl

- คววง conc. HCl ปริมาตร 43 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

2.4 การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

2.4.1 การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene

- เปิดเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer
- ทำการ warm up หลอด Hollow cathode lamp และ optimize เครื่อง พร้อมทั้งตรวจสอบว่าใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene และใช้ burner ชนิด air-acetylene burner
- นำสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0, 3, 5, 7 และ 10 พีพีเอ็ม วัดค่าการ ดูดกลืนแสง
- software ของเครื่องจะทำการประมวลผลและ เขียนกราฟระหว่าง ค่าความเข้มข้น กับค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม
- นำสารตัวอย่างมาวัดค่าการดูดกลืนแสง
- software ของเครื่องจะทำการประมวลผลและอ่านค่าเป็นความเข้มข้นของ แคลเซียม
- คำนวณปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง

2.4.2 การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene

- เปิดเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer
- ทำการ warm up หลอด Hollow cathode lamp และ optimize เครื่อง พร้อมทั้งตรวจสอบว่า ใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene และใช้ burner ชนิด nitrous oxide-acetylene burner

- นำสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0, 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 พีพีเอ็ม ที่มีสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 วัดค่าการดูดกลืนแสง
- นำสารตัวอย่างมาวัดค่าการดูดกลืนแสง
- คำนวณปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง

2.4.3 การคำนวณปริมาณแคลเซียม

วิธีคำนวณ

$$\%Ca = \frac{\text{ค่าความเข้มข้นของแคลเซียมที่อ่านจากเครื่อง, พีพีเอ็ม} \times 100}{\text{ปริมาณตัวอย่าง, ร้อยละ} \times 10000}$$

2.5 ตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- ตัวอย่างปุ๋ย A
- ตัวอย่างปุ๋ย B
- ตัวอย่างปุ๋ย C

ตัวอย่างปุ๋ย A, B และ C มีปริมาณฟอสเฟตและ โพแทสเซียม ดังนี้

	ฟอสเฟต(P ₂ O ₅), ร้อยละ	โพแทสเซียม(K), ร้อยละ
ตัวอย่าง A	12.8	17.3
ตัวอย่าง B	6.8	10.7
ตัวอย่าง C	ไม่พบ	50.1

3 วิธีการวิเคราะห์

3.1 การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยการเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 และใช้เปลวไฟชนิด air acetylene

การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุ๋ยเคมี มีตัวรบกวนที่สำคัญอยู่ 2 ชนิดคือ

- สารอินทรีย์ สามารถกำจัดตัวรบกวนชนิดนี้โดยทำการย่อยสลายด้วยกรด HCl หรือการใช้กรดผสมระหว่าง HNO_3 กับ HCl ทำการย่อยสลายจนได้สารตัวอย่างที่ปราศจากสารอินทรีย์

- ฟอสเฟต เป็นตัวรบกวนการวิเคราะห์ที่สำคัญ โดยที่ฟอสเฟตในปุ๋ยจะทำปฏิกิริยากับแคลเซียมเกิดเป็น แคลเซียมฟอสเฟต ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) ซึ่งเป็นสารประกอบที่อยู่ตัวที่เรียกว่า refractory compound ทำให้เกิดการแตกตัวเป็นแคลเซียมอะตอมได้น้อย สามารถทำการแก้ไขตัวรบกวนนี้โดยการเติมสารละลายซึ่งเรียกว่า releasing agent ลงไป ได้แก่แลนทานัม โดยที่แลนทานัมจะทำปฏิกิริยากับฟอสเฟต เกิดเป็นแลนทานัมฟอสเฟต (LaPO_4) ซึ่งเป็นสารประกอบที่อยู่ตัวกว่า จึงทำให้แคลเซียมไม่ทำปฏิกิริยากับฟอสเฟตและสามารถเกิดเป็นแคลเซียมอะตอมได้มากขึ้น⁽¹⁾

1. การเตรียมตัวอย่าง

1.1 นำตัวอย่างปุ๋ย A มาบดให้ละเอียด

1.2 ชั่งตัวอย่างปุ๋ย A จำนวน 1 กรัม ให้ได้มวลแน่นอน ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร

1.3 เติมกรด HNO_3 ปริมาตร 20 มิลลิลิตร และกรด HCl ปริมาตร 10 มิลลิลิตร

1.4 digest จนสารเกือบแห้ง

1.5 ทิ้งให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่นประมาณ 50 มิลลิลิตร

1.6 เติมกรด HCl ปริมาตร 5 มิลลิลิตร

1.7 ต้มเคี่ยว 2-3 นาที

1.8 ทิ้งให้เย็น ถ่ายใส่ volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

1.9 กรองสารละลายในข้อ 1.8

- 1.10 pipette สารละลายตัวอย่างที่กรองแล้วให้มีปริมาณแคลเซียม ไม่เกิน 10 พีพีเอ็ม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 1.11 เติม 1%La ปริมาตร 5 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร จะได้สารตัวอย่างที่มีแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1
- 1.12 ทำการเตรียมตัวอย่างปฏีเช่นเดียวกับข้อ 1.1 ถึง 1.11 แต่ใช้ตัวอย่าง B และ C แทนตัวอย่าง A

หมายเหตุ กรณีที่ตัวอย่างมีปริมาณแคลเซียมน้อย จะต้องชั่งตัวอย่างปฏีในข้อ 1.2 ปริมาณมากกว่า 1 กรัม

2. การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม

- ทำการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมตามข้อ 2.4.1 โดยใช้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เตรียมในข้อ 2.3.2

3.2 การศึกษาทดลองเพื่อทดสอบผลของการเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปฏี

ตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปฏีที่สำคัญคือฟอสเฟต จากการเติมสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 ในตัวอย่างปฏี A, B และ C ถ้าแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 สามารถป้องกันการรบกวนการวิเคราะห์ได้ ดังนั้นถ้าเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมลงไปในตัวอย่างปฏีปริมาณ 1 พีพีเอ็มและ 2 พีพีเอ็ม จะต้องทำให้ตัวอย่างปฏีมีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น 1 พีพีเอ็ม และ 2 พีพีเอ็ม เช่นกัน จึงทำการทดลองเพื่อตรวจสอบว่าสารละลายแลนทานัมเข้มข้นร้อยละ 0.1 สามารถป้องกันการรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมใน ตัวอย่างปฏีได้

1. การเตรียมตัวอย่าง

- 1.1 pipette ตัวอย่าง A, B และ C ที่กรองแล้ว ให้มีปริมาณแคลเซียมไม่เกิน 7 พีพีเอ็ม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 1.2 เติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม ลงไปให้มีความเข้มข้น 1 พีพีเอ็ม
- 1.3 เติม 1% La ปริมาตร 5 มิลลิลิตร

1.4 เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร จะได้สารตัวอย่างที่มีสารละลายแลนทานัม ความเข้มข้นร้อยละ 0.1

1.5 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1.1 ถึงข้อ 1.5 แต่เปลี่ยนเป็นเติมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียมลงไปให้มีความเข้มข้นเป็น 2 พีพีเอ็มแทน 1 พีพีเอ็ม ในข้อ 1.2

2. การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม

- ทำการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมตามข้อ 2.4.1 โดยใช้สารละลายมาตรฐานแคลเซียม ที่เตรียมในข้อ 2.3.2

3.3 การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม โดยการเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0 ถึง 1.4 และใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene

จากการทดลองโดยใช้สารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 ในการกำจัดตัวรบกวนฟอสเฟต พบว่าตัวอย่าง A ได้ผลการวิเคราะห์ที่ดีกว่าตัวอย่าง B ทั้งนี้เนื่องจากการวิเคราะห์ใช้ตัวอย่าง A ความเข้มข้นร้อยละ 0.0375 ซึ่งมีตัวรบกวนการวิเคราะห์คือ ฟอสเฟต (P_2O_5) ร้อยละ 0.0048 ตัวอย่าง B ใช้ปริมาณตัวอย่าง ร้อยละ 0.3793 จะมีตัวรบกวนการวิเคราะห์คือฟอสเฟตร้อยละ 0.0258 จึงสันนิษฐานว่า การเติมสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 ไม่เพียงพอที่จะกำจัดตัวรบกวนที่สำคัญคือ ฟอสเฟต และตัวรบกวนอื่นๆ ในตัวอย่าง B จึงทำการทดลองเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย แลนทานัมในตัวอย่าง B และ C

1. การเตรียมตัวอย่าง

1.1 pipette ตัวอย่าง B ให้มีปริมาณแคลเซียมไม่เกิน 10 พีพีเอ็ม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 50 มิลลิลิตร จำนวน 9 ใบ โดยให้มีปริมาณตัวอย่าง B เท่ากันทั้ง 9 ใบ

1.2 เติม 5% La ปริมาตร 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12 และ 14 มิลลิลิตร

1.3 เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร จะได้ตัวอย่าง B ที่มีสารละลายแลนทานัม ความเข้มข้นร้อยละ 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2 และ 1.4

1.4 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1.1 ถึง 1.3 แต่ใช้ตัวอย่าง C แทนตัวอย่าง B

2. การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม

- ทำการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมตามข้อ 2.4.1 โดยใช้สารละลายมาตรฐานแคลเซียม ที่เตรียมในข้อ 2.3.3

3.4 การศึกษาทดลองเพื่อทดสอบผลของการเติมแทนทาน้ำความเข้มข้นร้อยละ 1 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุย

1. การเตรียมตัวอย่าง

- 1.1 pipette ตัวอย่าง A, B และ C ที่กรองแล้ว ให้มีปริมาณแคลเซียมไม่เกิน 7 พีพีเอ็ม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 1.2 เติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม ลงไปให้มีความเข้มข้น 1 พีพีเอ็ม
- 1.3 เติม 5% La ปริมาตร 10 มิลลิลิตร
- 1.4 เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร จะได้สารตัวอย่างที่มีสารละลายแทนทาน้ำความเข้มข้นร้อยละ 1
- 1.5 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1.1 ถึงข้อ 1.4 แต่เปลี่ยนเป็นเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมลงไปให้มีความเข้มข้นเป็น 2 พีพีเอ็มแทน 1 พีพีเอ็ม ในข้อ 1.2

2. การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม

- ทำการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมตามข้อ 2.4.1 โดยใช้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เตรียมในข้อ 2.3.3

3.5 การศึกษาวิธีวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยใช้เปลวไฟชนิด Nitrous Oxide-Acetylene

การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยวิธีการเติมสารละลายแทนทาน้ำความเข้มข้นร้อยละ 1 และใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene ไม่สามารถกำจัดตัวรบกวนในตัวอย่าง C จึงทำการศึกษาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยวิธีอื่นทดแทน

จากการศึกษาเอกสารทางวิชาการพบว่า การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมสามารถใช้วิธีการเติมสารละลายโพแทสเซียมและใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene ซึ่งเป็นเปลวไฟที่ให้อุณหภูมิสูงถึง $3,000^{\circ}\text{C}$ โดยวิธีนี้ฟอสเฟตจะไม่รบกวนการวิเคราะห์ จึงไม่ต้องเติมสารละลายแทนทาน้ำ แต่จะต้องเติมสารละลายโพแทสเซียม เนื่องจากเปลวไฟที่ให้อุณหภูมิสูงถึง $3,000^{\circ}\text{C}$ จะทำให้ธาตุแคลเซียมบางส่วนในปุยเกิด ionization ทำให้อะตอมเสรีของแคลเซียมลดน้อยลง จึงจำเป็นต้องเติมโพแทสเซียมเพื่อลดการ ionize ของแคลเซียม^(2,4,7)

ทำการศึกษาคอลงเพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของโพแทสเซียมที่เติมในตัวอย่าง C ในการศึกษาคอลงนี้ได้ทำการศึกษาคอลงตัวอย่าง A และ B ด้วย เพื่อศึกษาผลการวิเคราะห์ ตัวอย่างทั้ง 3 โดยการใส่เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene

1. การเตรียมตัวอย่างปฏี

- 1.1 นำตัวอย่างปฏี A มาบดให้ละเอียด
- 1.2 ชั่งตัวอย่างปฏี 1 กรัมให้ได้มวลแน่นอน ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 1.3 เติมกรด HNO_3 ปริมาตร 20 มิลลิลิตร และกรด HCl ปริมาตร 10 มิลลิลิตร
- 1.4 digest จนสารเกือบแห้ง
- 1.5 ทิ้งให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่นประมาณ 50 มิลลิลิตร
- 1.6 เติมกรด HCl ปริมาตร 5 มิลลิลิตร
- 1.7 คัมเคียด 2-3 นาที
- 1.8 ทิ้งให้เย็น ถ่ายใส่ volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร
- 1.9 กรองสารละลายในข้อ 1.8
- 1.10 pipette สารละลายตัวอย่างที่กรองแล้วให้มีปริมาณแคลเซียม ไม่เกิน 2 พีพีเอ็ม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 50 มิลลิลิตร จำนวน 7 ใบ โดยให้มีปริมาณแคลเซียมเท่ากันทั้ง 7 ใบ
- 1.11 เติม 5% K ปริมาตร 0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ในข้อ 4.10
- 1.12 เติม 0.5 N HCl จนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลายตัวอย่าง A ที่มีปริมาณโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 และ 0.5
- 1.13 ทำการเตรียมตัวอย่างปฏี เช่นเดียวกับข้อ 1.1 ถึง 1.12 แต่ใช้ตัวอย่าง B และ C แทนตัวอย่าง A

2. การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม

- ทำการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมตามข้อ 2.4.2 โดยใช้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เตรียมในข้อ 2.3.5

3.6 การศึกษาทดลองเพื่อทดสอบผลของการเติม โพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2

ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุ๋ย

ตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยการใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene คือการเกิด ionization ของอะตอมแคลเซียม จากการเติมสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 ในตัวอย่างปุ๋ย A, B และ C ถ้าสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 สามารถลดการเกิด ionization ของอะตอมแคลเซียมได้ ดังนั้นถ้าเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมลงไป ในตัวอย่างปุ๋ยปริมาณ 0.6 พีพีเอ็ม หรือ 1.0 พีพีเอ็ม จะต้องทำให้ตัวอย่างปุ๋ยมีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น 0.6 และ 1.0 พีพีเอ็มเช่นกัน จึงทำการทดลองเพื่อตรวจสอบว่าสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 สามารถลดการเกิด ionization ของแคลเซียมในตัวอย่างปุ๋ยได้

1. การเตรียมตัวอย่าง

ส่วนที่ 1

1. pipette ตัวอย่าง A, B และ C ที่กรองแล้ว ให้มีปริมาณแคลเซียมไม่เกิน 1.0 พีพีเอ็ม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 50 มิลลิลิตร
2. เติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม ลงไปให้มีความเข้มข้น 0.6 พีพีเอ็ม
3. เติม 5%K ปริมาตร 2 มิลลิลิตร
4. เติม 0.5 N HCl จนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร

ส่วนที่ 2

1. pipette ตัวอย่าง A, B และ C ที่กรองแล้ว ให้มีปริมาณแคลเซียมไม่เกิน 1.0 พีพีเอ็ม โดยใช้ตัวอย่างที่มีปริมาตรเช่นเดียวกับส่วนที่ 1 ใส่ใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. เติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม ลงไปให้มีความเข้มข้น 1.0 พีพีเอ็ม
3. เติม 5%K ปริมาตร 4 มิลลิลิตร
4. เติม 0.5 N HCl จนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

2. การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม

- ทำการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมตามข้อ 2.4.2 โดยใช้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เตรียมในข้อ 2.3.5

3.7 การศึกษาทดลองวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุ๋ยที่มีฟอสเฟตปริมาณสูง

การศึกษาทดลองนี้ เพื่อแสดงว่า วิธีการเคมโปแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 และใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene เป็นวิธีที่สามารถวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุ๋ยที่มีฟอสเฟตปริมาณสูงได้

ตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- ตัวอย่างปุ๋ย D (มีปริมาณฟอสเฟต(P_2O_5)ร้อยละ 20)
- ตัวอย่างปุ๋ย E (มีปริมาณฟอสเฟต(P_2O_5)ร้อยละ 52)
- ตัวอย่างปุ๋ย F (มีปริมาณฟอสเฟต(P_2O_5)ร้อยละ 53)

ขั้นตอนการวิเคราะห์

1. การเตรียมตัวอย่างปุ๋ย

- 1.1 นำตัวอย่างปุ๋ย D มาบดให้ละเอียด
- 1.2 ชั่งตัวอย่างปุ๋ย 1 กรัมให้ได้มวลแน่นอน ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 1.3 เติมกรด HNO_3 ปริมาตร 20 มิลลิลิตร และกรด HCl ปริมาตร 10 มิลลิลิตร
- 1.4 digest จนสารเกือบแห้ง
- 1.5 ทิ้งให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่นประมาณ 50 มิลลิลิตร
- 1.6 เติมกรด HCl ปริมาตร 5 มิลลิลิตร
- 1.7 คัมเคือด 2-3 นาที
- 1.8 ทิ้งให้เย็น ถ่ายใส่ volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร
- 1.9 กรองสารละลายในข้อ 1.8
- 1.10 pipette สารละลายตัวอย่างที่กรองแล้วให้มีปริมาณแคลเซียม ไม่เกิน 1 พีพีเอ็ม ใส่ใน volumetric flask ขนาด 50 มิลลิลิตร จำนวน 3 ใบ โดยให้มีปริมาณแคลเซียม

เท่ากับทั้ง 3 ใบ

ใบที่ 1 เติม 5%K ปริมาตร 2 มิลลิลิตร

ใบที่ 2 เติม 5%K ปริมาตร 2 มิลลิลิตร และสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0.6 พีพีเอ็ม

ใบที่ 3 เติม 5%K ปริมาตร 2 มิลลิลิตร และสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 1.0 พีพีเอ็ม

1.11 เติม 0.5 N HCl ลงใน flask ทั้ง 3 ใบจนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร

1.12 ทำการเตรียมตัวอย่างปฏิก เช่นเดียวกับข้อ 1.1 ถึง 1.11 แต่ใช้ตัวอย่าง E และ F แทนตัวอย่าง D

2. การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม

- ทำการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมตามข้อ 2.4.2 โดยใช้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เตรียมในข้อ 2.3.5

4 ผลการทดลอง

4.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุ๋ย A, B และ C โดยวิธีเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 และใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene

พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุ๋ย A, B และ C ร้อยละ 1.43, 0.04 และ 0.006 ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 1

4.2 ผลการทดสอบการเติมแลนทานัม ความเข้มข้นร้อยละ 0.1 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปุ๋ย

พบว่าแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 สามารถกำจัดตัวรบกวนในปุ๋ย A ได้ แต่ไม่สามารถกำจัดตัวรบกวนในปุ๋ย B และ C ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 2 และ 3

4.3 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยการเติมแลนทานัม ความเข้มข้นร้อยละ 0 ถึง 1.4 และใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene

พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของแลนทานัม ทำให้ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A, B และ C สูงขึ้น และการเติมแลนทานัมที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 เป็นความเข้มข้นที่ทำให้อ่านค่าการดูดกลืนแสงได้สูงสุด ทำให้สามารถวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมได้สูงสุดดังแสดงในตารางที่ 4

4.4 ผลการทดสอบการเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปุ๋ย

พบว่าแลนทานัม ความเข้มข้นร้อยละ 1 สามารถกำจัดตัวรบกวนในปุ๋ย A และให้ผลการวิเคราะห์ที่ดีขึ้นในตัวอย่างปุ๋ย B แต่ไม่สามารถกำจัดตัวรบกวนในปุ๋ย C ผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 5 – 7

4.5 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยการเติมโพแทสเซียม ความเข้มข้นร้อยละ 0 ถึง 0.5 และใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene

พบว่า ปริมาณโพแทสเซียมที่เหมาะสมในการกำจัดตัวรบกวนในตัวอย่างปฏิกิริยา A, B และ C คือปริมาณโพแทสเซียมที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.2 ผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 8-9

4.6 ผลการทดสอบการเติมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปฏิกิริยา

พบว่า การเติมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 และใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene สามารถกำจัดตัวรบกวนในปฏิกิริยา A, B และ C ได้ ผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 10-15

4.7 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปฏิกิริยาที่มีปริมาณฟอสเฟตสูง

นำตัวอย่างปฏิกิริยาที่มีปริมาณฟอสเฟตสูง ได้แก่ ตัวอย่างปฏิกิริยา D, E และ F ซึ่งมีปริมาณฟอสเฟต ร้อยละ 20, 52 และ 53 ตามลำดับ มาวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยวิธี การเติมโพแทสเซียม ความเข้มข้นร้อยละ 0.2 และใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene จากนั้นทดสอบผลการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ พบว่า สามารถกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ในตัวอย่างปฏิกิริยาทั้ง 3 ได้ ผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 16-18

5. วิจารณ์ผลการทดลอง

5.1 ผลการทดสอบการเติมแลนทานัม ความเข้มข้นร้อยละ 0.1 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปุย

ตารางที่ 2 – 3 ตัวอย่าง A หลังจากเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 1 และ 2 พีพีเอ็ม พบว่าค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ จากเดิม 5.376 พีพีเอ็ม เพิ่มขึ้นเป็น 6.187 และ 7.076 พีพีเอ็ม คิดเป็นปริมาณที่เพิ่มขึ้น 0.811 และ 1.700 พีพีเอ็ม เมื่อนำมาคำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 1 และ 2 พีพีเอ็มที่เติมลงไป พบว่าปริมาณแคลเซียมจากเดิมร้อยละ 1.43 ลดลงเหลือร้อยละ 1.38 และ 1.35 พีพีเอ็ม จะเห็นว่าค่าทั้ง 3 มีค่าต่างกันเล็กน้อย โดยมี %RSD ร้อยละ 2.9

ตัวอย่าง B เมื่อนำมาเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็ม พบว่าค่าความเข้มข้นที่อ่านได้จากเดิม 1.611 พีพีเอ็ม เพิ่มขึ้นเป็น 1.774 และ 2.152 พีพีเอ็ม คิดเป็นปริมาณที่เพิ่มขึ้น 0.163 และ 0.541 พีพีเอ็ม และเมื่อนำมาคำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็มที่เติมลงไป พบว่าปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง B จากเดิมร้อยละ 0.04 ลดลงเหลือ 0.02 และ 0.004 จะเห็นว่าค่าทั้ง 3 ต่างกันมาก โดยมี %RSD สูงถึงร้อยละ 84.4

ผลการทดลองการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมของตัวอย่าง C ก็มีค่าลดลงเช่นเดียวกัน โดยที่ก่อนเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง C ร้อยละ 0.006 หลังจากเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม และนำมาคำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็ม ที่เติมลงไป พบปริมาณแคลเซียมร้อยละ 0.004 และ 0.002 จะเห็นว่าค่าทั้ง 3 ต่างกันมาก โดยมี %RSD ร้อยละ 50 แสดงว่าการเตรียมตัวอย่างด้วยวิธีนี้ไม่เหมาะสมกับการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง B และ C

5.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยการเติมแลนทานัม ความเข้มข้นร้อยละ 0 ถึง 1.4 และใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene

ตารางที่ 4 การเติมสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 และ 0.2 ในตัวอย่าง B ให้ผลการวิเคราะห์เช่นเดียวกับที่ไม่เติมสารละลายแลนทานัม คือวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม

ได้ร้อยละ 0.04 เมื่อมีการเติมสารละลายแลนทานัมในความเข้มข้นที่สูงขึ้นก็พบปริมาณแคลเซียมสูงขึ้น โดยที่การเติมสารละลายแลนทานัมในความเข้มข้นร้อยละ 1 ให้ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมสูงที่สุดคือ ร้อยละ 0.18 เมื่อเติมสารละลายแลนทานัมในความเข้มข้นที่สูงขึ้นเป็นร้อยละ 1.2 และ 1.4 พบว่าปริมาณแคลเซียมที่วัดได้ มีค่าลดลงเล็กน้อย ทั้งนี้เนื่องจากการเติมแลนทานัมในปริมาณที่มากเกินไป จะมีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงมีค่าลดลง จึงทำให้ค่าความเข้มข้นที่คำนวณได้ลดลง

สำหรับตัวอย่าง C การเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 และ 0.2 มีผลให้การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมร้อยละ 0.006 สูงกว่าที่ไม่เติมแลนทานัมร้อยละ 0.002 และการเติมแลนทานัมร้อยละ 0.4 ถึง 1.0 ให้ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมที่สูงขึ้นคือร้อยละ 0.007

5.3 ผลการทดสอบการเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปุย

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ปริมาณตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเติมสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 พบปริมาณแคลเซียมร้อยละ 1.45, 0.18 และ 0.007 ตามลำดับ จะเห็นว่าผลการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้ง 3 พบปริมาณแคลเซียมสูงกว่าวิธีการเติมสารละลายแลนทานัมเข้มข้นร้อยละ 0.1 โดยตัวอย่าง A เพิ่มขึ้นเล็กน้อยจากร้อยละ 1.43 เป็น 1.45 ตัวอย่าง B เพิ่มขึ้นในปริมาณมาก จากร้อยละ 0.04 เป็น 0.18 และตัวอย่าง C เพิ่มขึ้นเล็กน้อยจากร้อยละ 0.006 เป็น 0.007

ตารางที่ 6-7 ตัวอย่าง A หลังจากการเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 1 และ 2 พีพีเอ็ม พบว่าค่าความเข้มข้นที่อ่านได้จากเคม 5.427 พีพีเอ็ม เพิ่มเป็น 6.374 และ 7.297 พีพีเอ็ม เมื่อนำมาคำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็ม ที่เติมลงไป ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A จากเคมร้อยละ 1.45 ลดลงเหลือร้อยละ 1.43 และ 1.41 จะเห็นว่าค่าทั้ง 3 ต่างกันเล็กน้อย โดยมี %RSD ร้อยละ 1.4 ตัวอย่าง B หลังจากเติมสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 1 และ 2 พีพีเอ็ม พบว่าค่าความเข้มข้นที่อ่านได้จากเคม 6.704 พีพีเอ็ม เพิ่มเป็น 7.224 และ 7.938 พีพีเอ็ม เมื่อนำมาคำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็มที่เติมลงไป ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง B จากเคมร้อยละ 0.18 ลดลงเหลือ ร้อยละ 0.16 และ 0.16 จะเห็นว่าค่าทั้ง 3 ใกล้เคียงกันมากกว่าการเติมสาร

ละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 โดยมี %RSD ร้อยละ 6.9 ส่วนตัวอย่าง C เมื่อนำมาเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็ม พบว่าค่าความเข้มข้นที่อ่านได้จากเดิม 1.018 พีพีเอ็ม เพิ่มขึ้นเป็น 1.609 และ 2.232 เมื่อนำมาคำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็มที่เติมลงไป พบว่าปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง C จากเดิมร้อยละ 0.007 ลดลงเหลือ 0.004 และ 0.002 พีพีเอ็ม จะเห็นว่าค่าทั้ง 3 ต่างกันมาก โดยมี %RSD ร้อยละ 57.9 แสดงว่า การเติมสารละลายแลนทานัมเข้มข้นร้อยละ 1 ยังไม่สามารถกำจัดตัวรบกวนในตัวอย่าง C

สรุปได้ว่าการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายแลนทานัมเป็นร้อยละ 1 สามารถทำให้ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง A และ B ดีขึ้นกว่าการใช้สารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 แต่ไม่สามารถให้ผลการวิเคราะห์ที่ดีกับตัวอย่าง C

5.4 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยการเติมโพแทสเซียม ความเข้มข้นร้อยละ 0 ถึง 0.5

และใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene

ตารางที่ 8 ตัวอย่าง A เมื่อไม่มีการเติมสารละลายโพแทสเซียม พบปริมาณแคลเซียมร้อยละ 1.00 เมื่อเติมโพแทสเซียมปริมาณที่มากขึ้นคือร้อยละ 0.05, 0.1 และ 0.2 พบว่าปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 1.37, 1.42 และ 1.45 และเมื่อเติมโพแทสเซียมเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 0.3, 0.4 และ 0.5 พบว่าปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างมีค่าใกล้เคียงกับการเติมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2

ตัวอย่าง B เมื่อไม่มีการเติมโพแทสเซียม พบปริมาณแคลเซียมร้อยละ 0.17 เมื่อมีการเติมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.05 ถึง 0.5 ให้ผลการวิเคราะห์ใกล้เคียงกันคือ 0.19 ถึง 0.20 พีพีเอ็ม

ตัวอย่าง C พบว่าการไม่เติมโพแทสเซียม กับการเติมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.05 ถึง 0.5 ให้ผลการวิเคราะห์เท่ากัน ทั้งนี้เนื่องจากตัวอย่าง C เป็นปุ๋ยโพแทสเซียมคลอไรด์ ซึ่งมีปริมาณโพแทสเซียม (K) ร้อยละ 50.1 จะเห็นว่าตัวอย่าง C มีปริมาณโพแทสเซียมสูงมาก และในการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมใช้ตัวอย่าง C ความเข้มข้นร้อยละ 0.765 ซึ่งในตัวอย่างจะมีโพแทสเซียมอยู่แล้วถึงร้อยละ 0.3834 ดังนั้นการเติมหรือไม่เติมโพแทสเซียมในตัวอย่าง C จึงให้ผลการวิเคราะห์ที่มีค่าเท่ากัน ส่วนตัวอย่าง A และ B มีปริมาณโพแทสเซียม(K) ร้อยละ

10.7 และ 17.3 ตามลำดับ และในการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม ใช้ตัวอย่าง A และ B ความเข้มข้นร้อยละ 0.0066 และ 0.0474 ซึ่งใช้ปริมาณตัวอย่างน้อย ดังนั้นปริมาณโพแทสเซียมในตัวอย่าง A และ B ไม่เพียงพอที่จะกันการเกิด ionization ของแคลเซียมได้ จึงจำเป็นต้องมีการเติมโพแทสเซียมเพิ่มให้กับตัวอย่าง A และ B

จากผลการทดลองในตารางที่ 8 สรุปได้ว่าปริมาณโพแทสเซียมที่เหมาะสมในการกำจัดตัวรบกวนในตัวอย่าง A, B และ C คือปริมาณโพแทสเซียมที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.2

5.5 ผลการทดสอบการเติมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 ในการกำจัดตัวรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในปุย

ตารางที่ 10 – 15 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A ก่อนเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A ร้อยละ 1.45 หลังจากเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม เมื่อนำมาคำนวณห้กลับปริมาณแคลเซียมที่เติมลงไปแล้ว พบปริมาณแคลเซียมร้อยละ 1.46 และ 1.43 จะเห็นว่าปริมาณแคลเซียม ในตัวอย่าง A ก่อนและหลังเติมสารละลายมาตรฐานมีค่าใกล้เคียงกัน โดยมี %RSD ร้อยละ 1.1

ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง B ก่อนเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง B ร้อยละ 0.20 หลังจากเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม เมื่อนำมาคำนวณห้กลับปริมาณแคลเซียมที่เติมลงไปแล้ว พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง B ร้อยละ 0.21 และ 0.19 จะเห็นว่าปริมาณแคลเซียมก่อนและหลังเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมมีค่าใกล้เคียงกัน โดยมี %RSD ร้อยละ 5.0

ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง C พบว่าก่อนเติมและหลังเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม มีค่าเท่ากันคือร้อยละ 0.008 โดยมี %RSD ร้อยละ 0

สรุปได้ว่าการเตรียมตัวอย่างโดยเติม โพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 เป็นวิธีเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสมกับการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุย

5.6 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมตัวอย่างปุยที่มีปริมาณฟอสเฟตสูง

ตารางที่ 16 – 18 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง D ก่อนเติมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง D ร้อยละ 1.10 หลังจาก

เคมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม เมื่อนำมาคำนวณห้กลับ ปริมาณแคลเซียมที่เคมลงไปแล้ว พบปริมาณแคลเซียมร้อยละ 1.17 และ 1.18 ตามลำดับ จะเห็นว่าปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง D ก่อนและหลังเคมสารละลายมาตรฐานมีค่าใกล้เคียงกัน โดยมี %RSD ร้อยละ 4.0

ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง E ก่อนเคมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง E ร้อยละ 0.25 หลังจากเคมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม เมื่อนำมาคำนวณห้กลับปริมาณแคลเซียมที่เคมลงไปแล้ว พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง E ร้อยละ 0.25 และ 0.26 ตามลำดับ จะเห็นว่าปริมาณแคลเซียม ก่อนและหลังเคมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมมีค่าใกล้เคียงกัน โดยมี %RSD ร้อยละ 3.6

ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง F ก่อนเคมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง F ร้อยละ 0.88 หลังจากเคมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม และ 1.0 พีพีเอ็ม เมื่อนำมาคำนวณห้กลับปริมาณแคลเซียมที่เคมลงไปแล้ว พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง F ร้อยละ 0.90 และ 0.84 ตามลำดับจะเห็นว่าปริมาณแคลเซียม ก่อนและหลังเคมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมมีค่าใกล้เคียงกัน โดยมี %RSD ร้อยละ 3.3

สรุปได้ว่าการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยเคมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 และใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene สามารถใช้วิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยที่มีปริมาณฟอสเฟต สูงได้

5.7 เปรียบเทียบวิธีการใช้แลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 เป็น releasing agent และการ

ใช้โพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 เป็นตัวกั้นการ ionize

ตารางที่ 19 เป็นผลจากการนำตารางที่ 5 และ 9 มาทำการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปุ๋ย A, B และ C พบว่าตัวอย่าง A เมื่อวิเคราะห์โดยการเคม แลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 ให้ผลการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการเคมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 คือพบปริมาณ แคลเซียมในตัวอย่าง A ร้อยละ 1.45

ตัวอย่าง B เมื่อวิเคราะห์โดยการเคมสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 พบปริมาณ แคลเซียมร้อยละ 0.18 ให้ผลการวิเคราะห์น้อยกว่าการเคมสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้น ร้อยละ 0.2 คือวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมได้ร้อยละ 0.2 ทั้งนี้เนื่องจากตัวอย่าง B มีอัตราส่วน

ระหว่างปริมาณฟอสเฟต(P_2O_5) ต่อ ปริมาณแคลเซียม (Ca) ในอัตราส่วนที่สูงคือ 6.8 ต่อ 0.2 หรือเท่ากับ 34 ต่อ 1 ในขณะที่ตัวอย่าง A มีอัตราส่วนระหว่างปริมาณฟอสเฟต(P_2O_5) ต่อปริมาณแคลเซียม (Ca) ในอัตราส่วน 12.8 ต่อ 1.45 หรือ 8.8 ต่อ 1 ซึ่งจากเอกสารทางวิชาการได้กล่าวว่า วิธีการเติมสารละลายแลนทานัม เข้มข้นร้อยละ 1 เหมาะสำหรับตัวอย่างที่มีปริมาณแคลเซียมมากกว่าร้อยละ 1 หรือตัวอย่างที่มีอัตราส่วนระหว่างปริมาณฟอสเฟต(P_2O_5) ต่อปริมาณแคลเซียม (Ca) ไม่เกิน 30 ต่อ 1⁽⁷⁾

จากการศึกษาทดลองของ C.H. McBRIDE ที่ได้ตีพิมพ์ผลงานการศึกษาทดลองการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในวารสาร *Journal of AOAC* แสดงให้เห็นว่า อัตราส่วนของปริมาณฟอสเฟต(P_2O_5) ต่อปริมาณแคลเซียม (Ca) ยิ่งมากยิ่งมีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงลดลง ดังผลการทดลองในตารางที่ 22 จะเห็นว่ายังมีอัตราส่วนระหว่างฟอสเฟต (P_2O_5) ต่อแคลเซียม (Ca) ยิ่งมาก ค่าการดูดกลืนแสงก็ยิ่งลดลง และเนื่องจากค่าความเข้มข้นของแคลเซียมเป็นปฏิภาคโดยตรงกับค่าการดูดกลืนแสง ดังนั้นเมื่อค่าการดูดกลืนแสงน้อยลง ค่าความเข้มข้นของแคลเซียมก็จะน้อยลงด้วย

ตัวอย่าง C เมื่อวิเคราะห์โดยการเติมสารละลายแลนทานัมเข้มข้นร้อยละ 1 พบปริมาณแคลเซียมร้อยละ 0.007 ในขณะที่การเติมสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้น ร้อยละ 0.2 พบปริมาณแคลเซียมร้อยละ 0.008 แม้ว่าผลการวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีจะมีค่าใกล้เคียงกัน แต่วิธีการเติมสารละลายแลนทานัม ไม่เหมาะสมสำหรับตัวอย่าง C ทั้งนี้เนื่องจากตัวอย่าง C เป็นตัวอย่างปุ๋ยโพแทสเซียมคลอไรด์ ซึ่งมีปริมาณโพแทสเซียมและคลอไรด์ในปริมาณที่สูงมาก โดยมีปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 50.1 และคลอไรด์ร้อยละ 47.7 ในการวิเคราะห์โดยการเติมสารละลายแลนทานัมและใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene การมีโพแทสเซียมและคลอไรด์ในปริมาณสูงจะมีผลต่อสัญญาณการดูดกลืนแสง โดยที่การมีปริมาณโพแทสเซียมในตัวอย่างสูง จะทำให้สัญญาณการดูดกลืนแสงสูงกว่าที่เป็นจริง เนื่องจากเกิดการ ionize ของโพแทสเซียมในตัวอย่าง⁽⁴⁾ ส่วนการมีปริมาณคลอไรด์ในตัวอย่างสูง จะทำให้เกิดสารประกอบแคลเซียมคลอไรด์มากกว่าที่จะเกิดการแตกตัวเป็นอะตอมแคลเซียม จึงทำให้ค่าสัญญาณการดูดกลืนแสงต่ำกว่าที่เป็นจริง⁽⁹⁾ ดังนั้นในการวัดการดูดกลืนแสงของตัวอย่าง C จึงไม่ใช่ค่าสัญญาณการดูดกลืนแสงของแคลเซียมเพียงอย่างเดียว ทั้งนี้เนื่องจากโพแทสเซียมและคลอไรด์ มีอิทธิพลต่อค่าการดูดกลืน

แสงของแคลเซียม ดังนั้นวิธีเคมึสารละลายแลนทานัมและใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene จึงไม่
เหมาะสำหรับวิเคราะห์ตัวอย่าง C

6 สรุปผลการทดลอง

สรุปผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปฏิกิริยา A, B และ C ดังนี้

- 6.1 การใช้เลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 เป็น releasing agent พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปฏิกิริยา A, B และ C ร้อยละ 1.43, 0.04 และ 0.006 ตามลำดับ และจากการทดสอบผลการกั้นตัวรบกวนฟอสเฟตในปฏิกิริยา พบว่าเลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 สามารถกั้นตัวรบกวนในตัวอย่างปฏิกิริยา A ได้ แต่ไม่สามารถกั้นตัวรบกวนในตัวอย่างปฏิกิริยา B และ C
- 6.2 การใช้เลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 เป็น releasing agent พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปฏิกิริยา A, B และ C ร้อยละ 1.45, 0.18 และ 0.007 ตามลำดับ และจากการทดสอบผลการกั้นตัวรบกวนฟอสเฟตในปฏิกิริยา พบว่าเลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 สามารถกั้นตัวรบกวนฟอสเฟตในตัวอย่างปฏิกิริยา A และ B ได้ดีกว่าการใช้เลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 0.1 แต่ไม่สามารถให้ผลการวิเคราะห์ที่ดีกับตัวอย่างปฏิกิริยา C
- 6.3 การใช้โพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 เป็นตัวกั้นการ ionize พบปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปฏิกิริยา A, B และ C ร้อยละ 1.45, 0.20 และ 0.008 ตามลำดับ และจากการทดสอบผลของการกั้นการ ionize ในปฏิกิริยา พบว่าโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 สามารถกั้นการ ionize ในตัวอย่างปฏิกิริยา A, B และ C ได้
- 6.4 นำตัวอย่างปฏิกิริยาที่มีฟอสเฟตปริมาณสูง ได้แก่ ตัวอย่างปฏิกิริยา D, E และ F มาทำการวิเคราะห์โดยวิธีเคมิกโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 พบปริมาณแคลเซียมร้อยละ 1.10, 0.25 และ 0.88 ตามลำดับ และจากการทดสอบผลของการกั้นตัวรบกวน พบว่าโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 สามารถกั้นตัวรบกวนในตัวอย่างปฏิกิริยา D, E และ F ที่มีฟอสเฟตปริมาณสูงได้

จากการทดลองกล่าวได้ว่า การใช้สารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 และใช้เปลวไฟชนิด air-acetylene มีข้อจำกัดในการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปฏิกิริยา ดังนี้

1. ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างไม่ควรน้อยกว่าร้อยละ 1.0
2. อัตราส่วนระหว่างฟอสเฟต ต่อ แคลเซียมไม่ควรเกิน 30 ต่อ 1
3. ไม่เหมาะกับตัวอย่างปฏิกิริยาที่มีปริมาณโพแทสเซียม โซเดียม และคลอไรด์ในปริมาณมาก

ซึ่งสอดคล้องกับ Atomic-Absorption Spectroscopy and Analysis by Atomic Absorption Flame Photometry. ที่ระบุว่า การมีปริมาณโซเดียม โพแทสเซียม และคลอไรด์ ในปริมาณมาก จะส่งผลกระทบต่อการใช้วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม

วิธีใช้สารละลายโพแทสเซียมมีข้อดีกว่าการใช้สารละลายแลนทานัมคือ

1. ไม่ต้องคำนึงถึงปริมาณฟอสเฟตในตัวอย่างปฏิกิริยา เนื่องจากใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene ซึ่งเป็นเปลวไฟที่มีอุณหภูมิสูงถึง 3,000 °ซ สามารถทำลายพันธะระหว่างแคลเซียมและฟอสเฟตที่เกิดขึ้นได้ ในขณะที่การวิเคราะห์แคลเซียมโดยการเติมสารละลายแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 จะต้องคำนึงถึงปริมาณฟอสเฟตในตัวอย่างปฏิกิริยา แต่การใช้เปลวไฟอุณหภูมิสูงจะก่อให้เกิดผลของ ionization ทำให้แคลเซียมบางส่วนถูก ionize ทำให้สัญญาณการดูดกลืนแสงน้อยกว่าความเป็นจริง แต่สามารถทำการแก้ไขได้โดยการเติมสารที่มี ionization potential ต่ำกว่าแคลเซียมได้แก่โพแทสเซียม ซึ่งโพแทสเซียมจะช่วยลดการ ionize ของแคลเซียม ปฏิกิริยานี้สามารถอธิบายได้โดยพิจารณาจาก law of mass action เมื่อโพแทสเซียมไอออนในปริมาณมาก แคลเซียมจะไอออนในปริมาณน้อยลง เพื่อรักษา ionization equilibrium ให้คงที่ นั่นคือในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของอะตอมเสรีของแคลเซียมจึงสูงขึ้น⁽²⁾

2. การมีปริมาณโพแทสเซียม และคลอไรด์ในตัวอย่างปริมาณมากๆ ไม่ส่งผลกระทบต่อการใช้วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม
3. วิธีนี้มี sensitivity สูงกว่าวิธีการเติมสารละลายแลนทานัม สามารถวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมน้อยๆ ได้
4. สามารถประหยัดงบประมาณในการซื้อสารเคมีโดยเฉลี่ยตัวอย่างละประมาณ 140บาท โดยที่ ราคาของ $\text{La}_2\text{O}_3 = 2,035$ บาท ต่อ 25 กรัม

$\text{KCl} = 440$ บาท ต่อ 1000 กรัม

ก๊าซ $\text{N}_2\text{O} = 0.07$ บาท ต่อ 1 ลิตร

ก๊าซ $\text{C}_2\text{H}_2 = 0.27$ บาท ต่อ 1 ลิตร

การวิเคราะห์โดยวิธีเติมสารละลายแลนทานัม ต่อการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่าง ใช้สารเคมี และเชื้อเพลิงดังนี้

La ₂ O ₃	จำนวน 1.76 กรัม	คิดเป็นราคา	143.22	บาท
C ₂ H ₂	“ 0.5 ลิตร	“	0.14	บาท
	รวมค่าใช้จ่าย		143.36	บาท

การวิเคราะห์โดยวิธีเติมสารละลายโพแทสเซียม ต่อการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่าง ใช้สารเคมี และเชื้อเพลิงดังนี้

KCl	จำนวน 0.573 กรัม	คิดเป็นราคา	0.25	บาท
N ₂ O	“ 5.5 ลิตร	คิดเป็นราคา	1.00	บาท
C ₂ H ₂	“ 3.7 ลิตร	คิดเป็นราคา	0.39	บาท
	รวมค่าใช้จ่าย		1.64	บาท

ดังนั้นในการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่าง จะประหยัดงบประมาณ 143.22-1.64 = 141.58 บาท

6.5 การประเมินประสิทธิภาพของการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene และใช้ตัวกันการรบกวนโพแทสเซียม

การพิจารณาว่าการวิเคราะห์โดยวิธีนี้เหมาะสมกับตัวอย่างที่วิเคราะห์หรือไม่ นอกจากพิจารณาจาก % RSD อาจพิจารณาได้จากองค์ประกอบอื่นๆ ได้แก่ calibration curve และ % recovery โดยที่

- calibration curve ควรมีค่าของสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient) ไม่ต่ำกว่า 0.99
- % recovery อยู่ในช่วงร้อยละ 85 ถึง 115 *

จากการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0 ถึง 2.0 พีพีเอ็ม ในตารางที่ 20 พบว่ามีค่า 0.999 ซึ่งอยู่ในช่วงที่กำหนด และจากตารางที่ 21 ค่า % recovery ของการวิเคราะห์โดยวิธีนี้มีค่าอยู่ระหว่างร้อยละ 93.2 ถึง 109.9 ซึ่งเป็นช่วงที่ยอมรับได้ของการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมโดยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy

* American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 1992, p 3-12

7.เอกสารอ้างอิง

1. กระทรวงเกษตร กรมการข้าว กองวิทยาการ หลักการใช้ปุ๋ยเคมีในนาข้าว. พระนคร: โรงพิมพ์ สำนักทำเนียบนายกรัฐมนตรี, 2505, หน้า 21-104
2. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ 2534, หน้า 329-362
3. สรสิทธิ์ วัชรโรทยาน. คู่มือการปรับปรุงดินและการใช้ปุ๋ย กรุงเทพฯ: ศูนย์การพิมพ์พลชัย 2535, หน้า 42
4. Flame atomic absorption spectrometry. Analytical methods, Australia :Varian, 1989. p. 14
5. Helrich, Kenneth. Official methods of analysis of the association of official analytical chemists. Nutrients(minor) in fertilizers atomic absorption spectrophotometric method, Virginia: Arlington, AOAC, 1990, p. 27-29
6. Ignatieff, Vladimir and Page, Harold J. Effecient Use of Fertilizers(con.) แปลโดย อรุณ ทรงมณี. การใช้ปุ๋ยเคมีอย่างมีประสิทธิภาพ ภาค 2: การใช้ปุ๋ยกับพืชต่างๆ (Rome) and กรุงเทพฯ : F.A.O. และสภาวิจัยแห่งชาติ, 1958 และ 2513 (สภาวิจัยแห่งชาติอันดับที่21) หน้า 5, 47
7. McBRIDE, C.H. Determination of secondary and minor plant nutrients in fertilizers by atomic absorption spectrophotometry third collaborative study. Journal of the association of official Analytical Chemists. Washington: AOAC, April, 1967, vol.50 no.2, p. 401-407
8. Miller, J.C. and Miller, J.N. Statistics for analytical chemistry. England: Ellis horwood, 1988, p. 35, 105
9. Ramirea-Munoz, Juan. Atomic-absorption spectroscopy and analysis by atomic absorption flame photometry. New York: American Elsevier Publishing, 1968, p.272
10. Sanders, Donald H. Statistic a fresh approach. Singapore: McGraw-hill , 1990, p.150-151
11. Schrenk, William G. Analytical atomic spectroscopy. New York: Plenum Press, 1975, p. 291-292

8. ภาคผนวก

ภาคผนวก 1

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเติมสารละลาย แลนทานัมเข้มข้นร้อยละ 0.1

	ปริมาณตัวอย่าง	ความเข้มข้นที่อ่านได้	ปริมาณแคลเซียม
	ร้อยละ	พีพีเอ็ม	ร้อยละ
ตัวอย่าง A	0.0375	5.376	1.43
ตัวอย่าง B	0.3793	1.611	0.04
ตัวอย่าง C	1.5301	0.917	0.006

ตารางที่ 2 ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่าง A, B และ C ก่อนและหลังการเติมสารละลาย มาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 1 และ 2 พีพีเอ็ม

	a	b	c
ตัวอย่าง A	5.376	6.187	7.076
ตัวอย่าง B	1.611	1.774	2.152
ตัวอย่าง C	0.917	1.624	2.311

ตารางที่ 3 ปริมาณแคลเซียมเมื่อคำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน แคลเซียมที่เติมเข้าไปในตัวอย่าง

	C_a	C_b	C_c
ตัวอย่าง A	1.43	1.38	1.35
ตัวอย่าง B	0.04	0.02	0.004
ตัวอย่าง C	0.006	0.004	0.002

ตารางที่ 4 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง B และ C ที่มีการเติมสารละลายทาน้ำความเข้มข้น ร้อยละ 0 ถึง 1.4

ความเข้มข้นของ สารละลายทาน้ำ ร้อยละ	ตัวอย่าง B ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ	ตัวอย่าง C ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ
0	0.04	0.004
0.1	0.04	0.006
0.2	0.04	0.006
0.4	0.10	0.007
0.6	0.13	0.007
0.8	0.16	0.007
1.0	0.18	0.007
1.2	0.17	-
1.4	0.17	-

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง B และ C ที่มีการเติมสารละลายทาน้ำความเข้มข้น ร้อยละ 1

	ปริมาณตัวอย่าง ร้อยละ	ความเข้มข้นที่อ่านได้ พีพีเอ็ม	ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ
ตัวอย่าง A	0.0375	5.427	1.45
ตัวอย่าง B	0.3793	6.704	0.18
ตัวอย่าง C	1.5301	1.018	0.007

ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง B และ C ที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็ม

	a	b	c
ตัวอย่าง A	5.427	6.374	7.297
ตัวอย่าง B	6.704	7.224	7.938
ตัวอย่าง C	1.018	1.609	2.232

ตารางที่ 7 ปริมาณแคลเซียมเมื่อคำนวณห้กลับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน
แคลเซียมที่เติมเข้าไปในตัวอย่าง

	C_a	C_b	C_c
ตัวอย่าง A	1.45	1.43	1.41
ตัวอย่าง B	0.18	0.16	0.16
ตัวอย่าง C	0.007	0.004	0.002

หมายเหตุ a, b, c, C_a , C_b และ C_c ในตารางที่ 1 ถึง 7

a หมายถึง ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้(พีพีเอ็ม) ก่อนเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม
1 และ 2 พีพีเอ็ม

b หมายถึง ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้(พีพีเอ็ม) หลังจากเติมสารละลายมาตรฐาน
แคลเซียม 1 พีพีเอ็ม

c หมายถึง ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้(พีพีเอ็ม) หลังจากเติมสารละลายมาตรฐาน
แคลเซียม 2 พีพีเอ็ม

C_a หมายถึง ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง (ร้อยละ) ก่อนเติมสารละลายมาตรฐาน
แคลเซียม 1 และ 2 พีพีเอ็ม

C_b หมายถึง ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง (ร้อยละ) หลังจากคำนวณห้กลับค่าความ
เข้มข้น 1 พีพีเอ็มของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เติมลงไป

C_c หมายถึง ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง (ร้อยละ) หลังจากคำนวณห้กลับค่าความ
เข้มข้น 2 พีพีเอ็มของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เติมลงไป

ตารางที่ 8 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเติม โปแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ
0 ถึง 0.5

ความเข้มข้นของ สารละลายโปแทสเซียม	ตัวอย่าง A ปริมาณแคลเซียม	ตัวอย่าง B ปริมาณแคลเซียม	ตัวอย่าง C ปริมาณแคลเซียม
ร้อยละ	ร้อยละ	ร้อยละ	ร้อยละ
0	1.00	0.17	0.008
0.05	1.37	0.19	0.008

ความเข้มข้นของ สารละลายโพแทสเซียม ร้อยละ	ตัวอย่าง A ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ	ตัวอย่าง B ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ	ตัวอย่าง C ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ
0.1	1.42	0.19	0.008
0.2	1.45	0.20	0.008
0.3	1.45	0.20	0.008
0.4	1.44	0.19	0.008
0.5	1.45	0.20	0.008

ตารางที่ 9 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเติมสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2

	ปริมาณตัวอย่าง ร้อยละ	ความเข้มข้นที่อ่านได้ พีพีเอ็ม	ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ
ตัวอย่าง A	0.0066	0.955	1.45
ตัวอย่าง B	0.0474	0.938	0.20
ตัวอย่าง C	0.7650	0.629	0.008

ตารางที่ 10 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเติมสารละลายโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 ของตัวอย่างส่วนที่ 1

	ปริมาณตัวอย่าง ร้อยละ	ความเข้มข้นที่อ่านได้ พีพีเอ็ม	ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ
ตัวอย่าง A	0.0066	0.955	1.45
ตัวอย่าง B	0.0474	0.938	0.20
ตัวอย่าง C	0.7650	0.629	0.008

ตารางที่ 11 ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่าง A, B และ C ก่อนและหลังการเค็มสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0.6 พีพีเอ็ม ของตัวอย่างส่วนที่ 1

	a	b
ตัวอย่าง A	0.955	1.560
ตัวอย่าง B	0.938	1.585
ตัวอย่าง C	0.629	1.188

ตารางที่ 12 ปริมาณแคลเซียมเมื่อคำนวณห้กลับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เค็มเข้าไปในตัวอย่าง A, B และ C ของตัวอย่างส่วนที่ 1

	ปริมาณตัวอย่าง ร้อยละ	C_u	C_b
ตัวอย่าง A	0.0066	1.45	1.46
ตัวอย่าง B	0.0474	0.20	0.21
ตัวอย่าง C	0.7650	0.008	0.008

ตารางที่ 13 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง A, B และ C ที่มีการเค็มโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2 ของตัวอย่างส่วนที่ 2

	ปริมาณตัวอย่าง ร้อยละ	ความเข้มข้นที่อ่านได้ พีพีเอ็ม	ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ
ตัวอย่าง A	0.0033	0.477	1.45
ตัวอย่าง B	0.0237	0.469	0.20
ตัวอย่าง C	0.3825	0.315	0.008

ตารางที่ 14 ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่าง A, B และ C ก่อนและหลังการเค็มสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 1.0 พีพีเอ็ม ของตัวอย่างส่วนที่ 2

	a	c
ตัวอย่าง A	0.478	1.471
ตัวอย่าง B	0.469	1.461
ตัวอย่าง C	0.315	1.311

ตารางที่ 15 ปริมาณแคลเซียมเมื่อคำนวณห้กลับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน
แคลเซียมที่เติมเข้าไปในตัวอย่าง ของตัวอย่างส่วนที่ 2

	ปริมาณตัวอย่าง ร้อยละ	C_u	C_s
ตัวอย่าง A	0.0033	1.45	1.43
ตัวอย่าง B	0.0237	0.20	0.19
ตัวอย่าง C	0.3825	0.008	0.008

ตารางที่ 16 ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง D, E และ F ที่มีการเติม โพแทสเซียมความเข้มข้น
ร้อยละ 0.2 และใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene

	ปริมาณตัวอย่าง ร้อยละ	ความเข้มข้นที่อ่านได้ พีพีเอ็ม	ปริมาณแคลเซียม ร้อยละ
ตัวอย่าง D	0.0037	0.408	1.10
ตัวอย่าง E	0.0293	0.735	0.25
ตัวอย่าง F	0.0049	0.431	0.88

ตารางที่ 17 ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่าง D, E และ F ก่อนและหลังการเติมสารละลาย
มาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0.6 และ 1.0 พีพีเอ็ม

	a	b	c
ตัวอย่าง D	0.408	1.034	1.440
ตัวอย่าง E	0.735	1.324	1.775
ตัวอย่าง F	0.431	1.042	1.414

ตารางที่ 18 ปริมาณแคลเซียมเมื่อคำนวณห้กลับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน
แคลเซียมที่เติมเข้าไปในตัวอย่าง D, E และ F

	ปริมาณตัวอย่าง ร้อยละ	C_u	C_s	C_c
ตัวอย่าง D	0.0046	1.10	1.17	1.18
ตัวอย่าง E	0.0293	0.25	0.25	0.26
ตัวอย่าง F	0.0049	0.88	0.90	0.84

หมายเหตุ a, b, c, C_a , C_b และ C_c ในตารางที่ 8 ถึง 18

a หมายถึง ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้(พีพีเอ็ม) ก่อนเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 และ 1.0 พีพีเอ็ม

b หมายถึง ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้(พีพีเอ็ม) หลังจากเติมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม

c หมายถึง ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้(พีพีเอ็ม) หลังจากเติมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียม 1.0 พีพีเอ็ม

C_a หมายถึง ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง(ร้อยละ) ก่อนเติมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียม 0.6 พีพีเอ็ม

C_b หมายถึง ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง(ร้อยละ)หลังจากคำนวณห้กลับค่าความเข้มข้น 0.6 พีพีเอ็มของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เติมลงไปในตัวอย่าง

C_c หมายถึง ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่าง(ร้อยละ)หลังจากคำนวณห้กลับค่าความเข้มข้น 1.0 พีพีเอ็มของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เติมลงไปในตัวอย่าง

ตารางที่ 19 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมเปรียบเทียบระหว่างวิธีการเติมแลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1 กับวิธีการเติมโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2

	วิธีเติมแลนทานัมร้อยละ1 ปริมาณแคลเซียม, ร้อยละ	วิธีเติม โพแทสเซียม 2,000 พีพีเอ็ม ปริมาณแคลเซียม, ร้อยละ
ตัวอย่าง A	1.45	1.45
ตัวอย่าง B	0.18	0.20
ตัวอย่าง C	0.007	0.008

ตารางที่ 20 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0 ถึง 2.0 พีพีเอ็ม

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียม, พีพีเอ็ม	ค่าการดูดกลืนแสง
0.0	0.000
0.5	0.091
1.0	0.166
1.5	0.240
2.0	0.313

ตารางที่ 21 % recovery ของการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างปฏี A, B, C, D, E และ F ที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม ความเข้มข้น 0.6 และ 1.0 พีพีเอ็ม ใช้เปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene และตัวกันการรบกวนโพแทสเซียมความเข้มข้นร้อยละ 0.2

ตัวอย่างปฏี	% recovery	
	a	b
A	100.8	99.3
B	108.2	99.2
C	93.2	99.6
D	104.3	103.2
E	98.2	104.0
F	101.8	98.3

- a หมายถึง % recovery ของการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 0.6 พีพีเอ็ม
- b หมายถึง % recovery ของการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมความเข้มข้น 1.0 พีพีเอ็ม

ตารางที่ 22 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแคลเซียมความเข้มข้น 10 พีพีเอ็ม ที่มีปริมาณ ฟอสเฟต(P_2O_5) ร้อยละ 0 ถึง 0.1⁽⁷⁾

ปริมาณ P_2O_5 ร้อยละ (พีพีเอ็ม)	อัตราส่วน P_2O_5/Ca	ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแคลเซียม ความเข้มข้น 10 พีพีเอ็มที่มีการเติมสารละลาย แลนทานัมความเข้มข้นร้อยละ 1
0 (0)	0	0.273
0.01 (100)	10	0.272
0.02 (200)	20	0.268
0.05 (500)	50	0.220
0.10 (1000)	100	0.080

ตารางที่ 23 แสดงร้อยละไอออไนส์ของโลหะ alkali และโลหะ alkali earth ในเปลวไฟชนิด nitrous oxide-acetylene

โลหะ	Ionization potential(eV)	% Ionization
Lithium	5.36	63
Sodium	5.12	78
Potassium	4.32	98.3
Rubidium	4.16	99.0
Cesium	3.87	99.7
Magnesium	7.61	3
Calcium	6.09	39
Strontium	5.67	68
Barium	5.19	91

ภาคผนวก 2

1. RSD (Relative Standard Deviation) นิยมนำมาใช้ในการประเมินคุณค่าของผลการทดลอง โดยที่ RSD เป็นการวัดความสัมพันธ์ของการกระจายตัวของข้อมูล ยิ่งมีค่าต่ำ แสดงให้เห็นว่าข้อมูลมีการกระจายตัวน้อย หรือมีความแม่นยำสูงนั่นเอง

สูตรการคำนวณ %RSD^(8,10)

$$\bar{x} = \frac{\sum_i x_i}{n}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}}$$

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

หมายเหตุ x_i คือ ข้อมูล

n คือ จำนวนข้อมูล

\bar{x} คือ ค่าเฉลี่ยของข้อมูล

s คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

2. การคำนวณปริมาณแคลเซียมหักลบค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เติมเข้าไปในตัวอย่างในตารางที่ 2 - 3, 6 - 7, 11 - 12 และ 14 - 15

สูตรการคำนวณ

$$\% Ca = \frac{a-s \times 100}{w}$$

a หมายถึง ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของสารละลายตัวอย่างที่มีการเติมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม, พีพีเอ็ม

s หมายถึง ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่เติมในตัวอย่าง, พีพีเอ็ม

w หมายถึง ปริมาณตัวอย่าง, พีพีเอ็ม

3. การคำนวณค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient)

$$r = \frac{\sum \{(X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})\}}{\sqrt{[\sum (X_i - \bar{X})^2][\sum (Y_i - \bar{Y})^2]}}$$

r คือ correlation coefficient

X_i คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม

\bar{X} คือ ค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม

Y คือ ค่าการดูดกลืนแสง

\bar{Y} คือ ค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสง

4. การคำนวณ % recovery

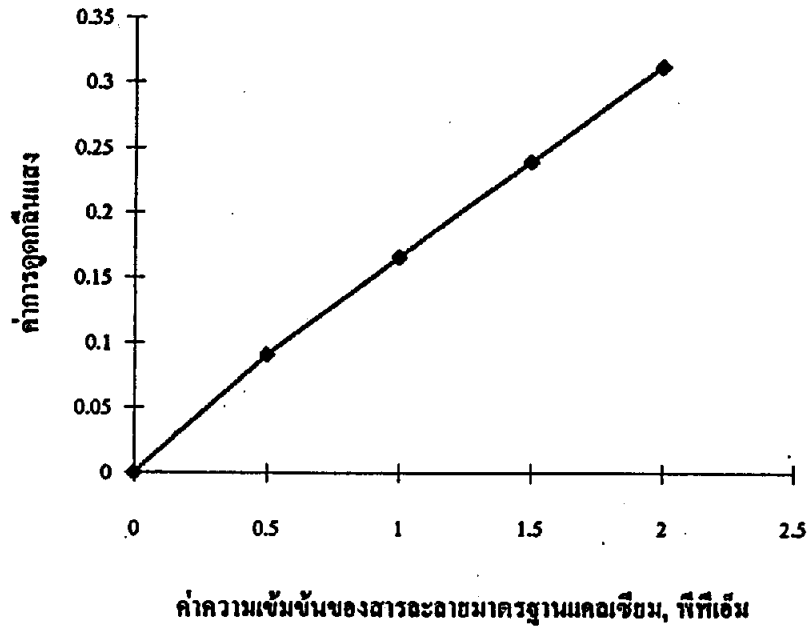
$$\text{Recovery, \%} = \frac{(a - b) \times 100}{c}$$

a หมายถึง ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่างที่มีการเติมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียมความเข้มข้น 0.6 และ 1.0 พีพีเอ็ม

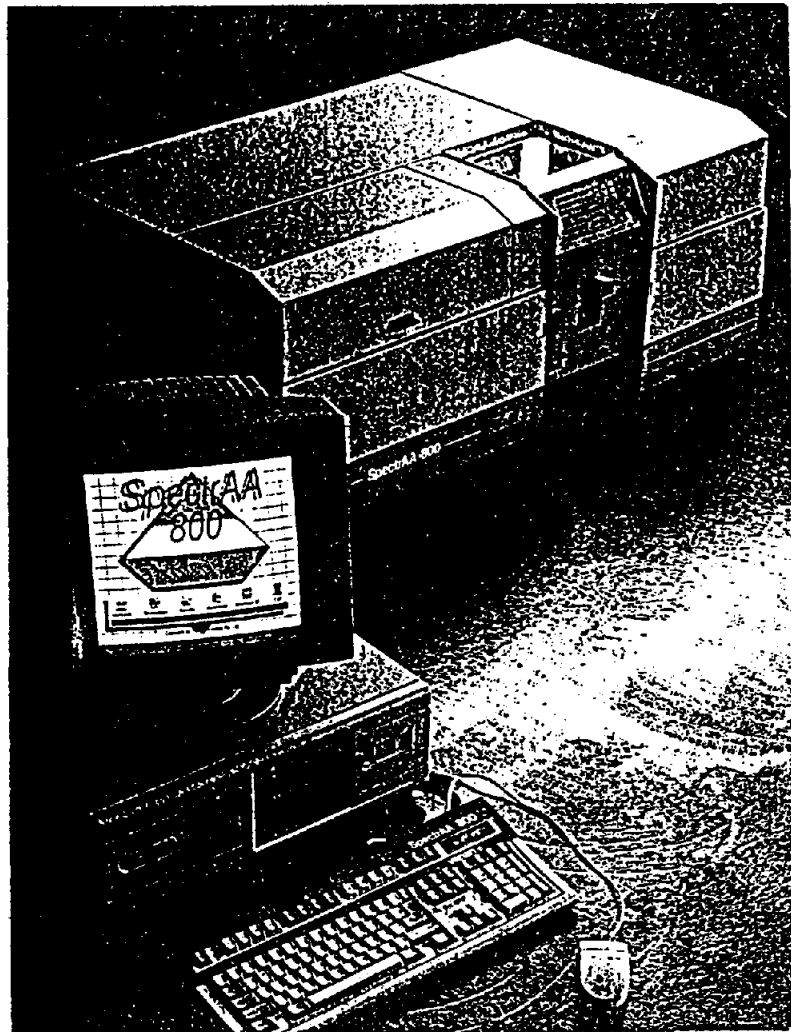
b หมายถึง ค่าความเข้มข้นที่อ่านได้ของตัวอย่าง(ที่ไม่มีการเติมสารละลายมาตรฐาน แคลเซียม), พีพีเอ็ม

c หมายถึง ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 0.6 และ 1.0 พีพีเอ็ม

ภาคผนวก 3



รูปที่ 1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง กับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคโรทีน 0 ถึง 2.0 พีพีเอ็ม



รูปที่ 2 เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer