



วิธีการวิเคราะห์

วิธีการวิเคราะห์คุณสมบัติดินและปูย

การเตรียมตัวอย่างดินและปูยเพื่อการวิเคราะห์

เมื่อนำดินหรือปูยตัวอย่างมาถึงห้องปฏิบัติการแล้ว ต้องรีบเอาออกผึ้งให้แห้ง โดยเฉลี่ยดินหรือปูยลงบนถาดที่รองด้วยกระดาษ การฝังดินหรือปูยควรทำในห้องที่สะอาด ไม่มีฝุ่น เมื่อดินหรือปูยที่บดนี้ด้วยตะแกรงทองเหลือง ขนาด 2 มิลลิเมตร ส่วนของดินหรือปูยที่ค้างอยู่บนตะแกรงก็นำไปบดอีก แล้วร่อนจนผ่านตะแกรงให้หมด ยกเว้นเศษหิน การบดไม่ควรบดให้ก้อนหินก้อนกรุณาและรายละเอียดไป วัสดุประสงค์ในการบดดินหรือปูยก็เพื่อให้ส่วนที่เป็นคินมีโอกาสสกัดกันเข้ากัน และผสมรวมกันอย่างสม่ำเสมอและเพื่อลด error สำหรับการทำ subsample เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย เก็บดินหรือปูยซึ่งบดแล้วไว้ในกล่องพลาสติกพร้อมที่จะนำไปวิเคราะห์ได้

แบ่งเอาส่วนหนึ่งของดินหรือปูยนี้บดต่อไปอีก แล้วร่อนด้วยตะแกรงขนาด 0.5 มิลลิเมตร ดินหรือปูยที่ค้างอยู่บนตะแกรงก์ทำการบดและร่อนให้ผ่านให้หมด เก็บดินหรือปูยตัวอย่างนี้ไว้ในกล่องพลาสติกต่างหาก เพื่อใช้สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณอนิโกริยัตุ และ Total nitrogen การที่ต้องใช้ดินหรือปูยตัวอย่างที่บดละเอียดมาก ๆ เช่นนี้เพื่อต้องการลด error ที่จะเกิดขึ้นคันกับการทำ subsample เพราะปริมาณ subsample ที่ใช้สำหรับวิเคราะห์ตั้งกล่าวไว้น้อยมาก

1. การวัดค่าความเป็นกรดด่างของดินและปูย

1.1 อุปกรณ์และสารเคมี

- pH meter พร้อม electrode
- แท่งแก้วสำหรับคน
- บีกเกอร์ขนาด 50 ml. หรือ 100 ml.
- สารละลายน้ำ 1 N KCl : เตรียมโดยชั่ง KCl 74.5 กรัม ละลายในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตร
- สารละลายน้ำมาตรฐาน pH 7.0 และ 4.0 (Standard buffer solution)
- น้ำกลั่น

1.2 วิธีการ

- 1.2.1 การวัด pH ใน H_2O โดยใช้อัตราส่วน ดินหรือปูย : น้ำ เท่ากัน 1:1 ทำได้โดยชั่งดินหรือปูย 20 กรัม ใช้เครื่องชั่งแบบ Top Loader ทวนนิยม 1 ตำแหน่ง ใส่ในบีกเกอร์เติมน้ำกลั่น 20 ml. คนให้เข้ากันด้วยแท่งแก้วเป็นระยะๆ ให้บ่อยครั้งในช่วง 30 นาที แยกหลังจากนั้นตั้งทิ้งไว้จนครบ 1 ชั่วโมง วัด pH ของดินหรือปูยในส่วนที่เป็นน้ำใสด้วย pH meter

1.2.2 การวัดค่า pH ใน KCl ของดินในสารละลายน 1 N KCl ทำเช่นเดียวกับการวัดค่า pH ในน้ำกลั่น เพียงแต่ใช้ 1 N KCl แทนน้ำกลั่นเท่านั้น (ใช้อัตราส่วนดินหรือปุ๋ย : KCl sol" เท่ากัน 1:1)

2 การวิเคราะห์หาปริมาณ Organic Carbon ของดินและปุ๋ย

2.1 หลักการ

Organic Carbon และ Oxidizable Matter ในดินอย่างดินหรือปุ๋ยจะถูก Oxidize ด้วย Cr_2O_7 จาก Potassium dicromate และกรดซัลฟิวริกเข้มข้นที่เติมลงไปในอัตราส่วน 1:2 โดยปริมาตรความร้อนที่เกิดจากปฏิกิริยาจะช่วยเร่งการ Oxidize ให้เกิดได้ดีและสมบูรณ์ขึ้น หลังจากนั้นหาปริมาณ Cr_2O_7 ที่เหลือจากปฏิกิริยาด้วยการไถเดรทกับสารละลายของ Ferrous ammonium sulphate นำค่าที่ได้จากการไถเดรทไปลบออกจาก Cr_2O_7 ทั้งหมดที่ใส่ลงไปในปฏิกิริยา จะทราบปริมาณ Organic Carbon ของดินหรือปุ๋ย

2.2 อุปกรณ์

- Erlenmeyer flask 250 มิลลิลิตร
- Pipette 10 มิลลิลิตร
- Analytical Balance
- Buret 50 มิลลิลิตร
- Cylinder 100 มิลลิลิตร

2.3 สารเคมี

- Standard 1.0 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ Solution
- conc. H_2SO_4
- สารละลาย Ferrous Ammonium Sulfate Solution 0.5 N
- O-phosphoric acid
- Diphenylamine indicator
- Solid NaF

2.4 วิธีเตรียมสารเคมี

2.2.1 Standard 1.0 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ Solution : ละลาย $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (A.R. grade อบที่ 105 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง) 49.04 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วทำสารละลายให้เป็น 1 ลิตร ด้วยน้ำ加น้ำ

2.2.2 conc. H_2SO_4 : ใช้กรด H_2SO_4 (A.R. grade) ที่มีความเข้มข้นไม่ต่ำกว่า 96% (ถ้าดินมี Cl⁻ สูง เช่น ดินเค็มให้เติม Ag_2SO_4 ในอัตรา 15 กรัม/ลิตร ในสารละลายกรด H_2SO_4 ด้วยเพื่อป้องกันการ interfere จาก Cl⁻)

2.2.3 Diphenylamine indicator : ชั่ง Diphenylamine 0.5 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 20 ml แล้วเติม conc H_2SO_4 100 ml

2.2.4 Ferrous Ammonium Sulfate Solution (FAS) 0.5 N : ละลายน์ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 196.1 กรัม ในน้ำกลั่น 800 ml ที่มีกรด conc. H_2SO_4 อญี่ 20 ml และทำให้เป็นสารละลายน์ 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่น เก็บไว้ในขวดสีน้ำตาล

2.2.5 O-phosphoric acid

2.2.6 Solid NaF

2.5 วิธีทำ

- 2.5.1 ชั่งดินหรือปุ๋ย 1 กรัม (ปริมาณตัวอย่างอาจลดลงได้ตามความเหมาะสม ถ้าดินนั้นมีปริมาณอินทรีย์ต่ำสูง) ใส่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 250 ml เติม Standard 1.0 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 10 ml โดยใส่ conc H_2SO_4 15 ml โดยพยายามให้กรดไหลลงข้างๆ flask ให้ระบุลักษณะของดินใน flask ให้หมด เพื่อป้องกันไม่ให้เม็ดดินเกาะติดอยู่ตามข้าง flask ให้เข้ากันดีเป็นเวลาประมาณ 1 นาที ตั้งทิ้งไว้จนสารละลายนี้เย็น เท่าอุณหภูมิห้อง
- 2.5.2 เติมน้ำกลั่น 100 ml และทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเติม O-phosphoric acid 10 ml และ NaF 0.2 กรัม เบี่ยงให้เข้ากัน และเติม indicator ประมาณ 30 หยด เบี่ยงอีกครั้งจนผสมกันดี สีของสารละลายนี้จะเป็นสีม่วงปนน้ำเงิน (ถ้าเป็นสีเขียวแสดงว่ามีปริมาณอินทรีย์ต่ำมากเกินไปต้องทำใหม่ โดยชั่งตัวอย่างดินหรือปุ๋ยให้น้อยลง)
- 2.5.3 ไถเดรท mixture ด้วย FAS 0.5 N solution ที่จุด end point สีของสารละลายนี้จะเปลี่ยนจากม่วงแกมน้ำเงินเป็นสีเขียวแกมน้ำเงิน
- 2.5.4 ทำ Blank เปรียบเทียบทุกครั้ง

วิธีคำนวณ

$$\% \text{ Organic Carbon (O.C.)} = \frac{10 \times (B - S) \times 0.3896 \times N}{B \text{ g.soil}}$$

B = ปริมาณ FAS ที่ใช้ในการไถเดรท Blank

S = ปริมาณ FAS ที่ใช้ในการไถเดรทดินตัวอย่าง

G = น้ำหนักดินหรือปุ๋ยที่ใช้

N = ความเข้มข้นของ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (ในการนี้ความเข้มข้นไม่ใช้ 1.0 N)

3. การวิเคราะห์ Total Nitrogen

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 3.1.1 Digestion apparatus
- 3.1.2 100 ml. Kjeldahl flask
- 3.1.3 Distillation apparatus
- 3.1.4 100 ml. Volumetric flask
- 3.1.5 10 Cylinder
- 3.1.6 20 ml. Volumetric pipet
- 3.1.7 20 Erlenmeyer flask

3.2 สารเคมีและน้ำยา

- 3.2.1 Digestion mixture : Na₂SO₄, K₂SO₄ 250 กรัม กับ selenium 2.5 กรัม และ H₂SO₄ เนื้มน้ำ 2500 ml. ใน Erlenmeyer flask ขนาด 5 ลิตร นำไปตั้งบน hot plate ชั่งอยู่ใน hood ตั้งจนกระทั่งได้สารละลายใสแล้วต้มต่อไปอีก 10 นาที จึงทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเก็บไว้ในขวดที่มีฝาปิด
- 3.2.2 Boric acid-indicator solution
- 3.2.3 Sodium hydroxide (NaOH) 10 N (40%)
- 3.2.4 Standard sulfuric (H₂SO₄) หรือ hydrochloric acid (HCl) 0.025 N

3.3 วิธีการ

ชั่งดินจำนวน 1-3 กรัม (อย่างระเอียด) ลงใน Micro-Kjeldahl flask เติม digestion mixture ลงไป 5 ml. นำไปวางบน Kjeldahl heater digest จนได้สารละลายใส ทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายลงใน distillation flask เติม 10 N NaOH ลงไป 25 ml. ทำการกลั่นประมาณ 7 นาที โดยเก็บ NH₃ ที่ได้ในสารละลาย Boric acid indicator จำนวน 10 ml. Titrate สารละลายที่กลั่นได้ด้วย 0.025 N HCl ทำ blank ร่วมไปด้วย

3.4 วิธีการคำนวณ

$$\% \text{ ไนโตรเจน} = \frac{(A-B) \times C \times 0.014 \times 100}{D}$$

- A = ml ของกรด HCl ที่ใช้กับตัวอย่าง
- B = ml ของกรด HCl ที่ใช้กับ Blank
- C = ความเน้นข้นของกรด HCl (normal)
- D = น้ำหนักของตัวอย่างดิน

4. การวิเคราะห์ฟอสฟอรัส

4.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

4.1.1 125 ml.Erlenmeyer flask

4.1.2 Filtering apparatus

4.1.3 10 ml.Graduated pipet

4.1.4 2 and 5 Volumetric pipet

4.1.5 สารเคมีและน้ำยา

4.1.6 Standard phosphate solution เตรียมโดยละลายน้ำ KH₂PO₄ (AR) 0.2195 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร น้ำยา Standard phosphate นี้จะมี Phosphate อยู่ 50 ppm

4.1.7 Bray II (0.1 N HCl+0.03 N NH₄F) โดยเตรียม 0.5 N HCl .ใช้ conc.HCl 41.7 ml. ปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร. และเตรียม 1 N NH₄F ซึ่ง NH₄F 37.4 กรัม ละลายน้ำแล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร จากนั้นนำ 1 N NH₄F มา 60 ml. ผสมกับ 0.5 N HCl 400 ml. ผสมกันแล้วปรับปริมาตรเป็น 2 ลิตร

4.1.8 น้ำยาที่ใช้ในการ Develop color. ประกอบด้วย

1. Reagent A : เตรียมโดยใช้ ammonium molybdate 12 กรัม ละลายน้ำ 250 ml. ละลายน้ำ Antimony potassium tartrate 4 กรัม ในน้ำ 100 ml. เอาสารละลายทั้งสองนี้ใส่ลงใน 5 N₂SO₄ 1000 ml. (เตรียมโดยใช้ conc. H₂SO₄ 138.9 ml. ผสมกับน้ำกลั่นทำเป็น 1000 ml.) ผสมให้เข้ากันและปรับปริมาตรเป็น 2 ลิตร.เก็บในขวดแก้ว ในสภาพที่มีค่าและเป็น

2. Reagent B : ละลายน้ำ Ascorbic acid 1.056 กรัม ใน Reagent A 200 ml. ผสมให้เข้ากัน Reagent B ที่เตรียม แล้วต้องใช้กันที ละเก็บได้ไม่เกิน 24 ชั่วโมง

4.2 วิธีการ

4.2.1 การสกัด

ซึ่งดิน 2.5 กรัม ใส่ลงใน Erlenmeyer flask ขนาด 125 ml.เติมน้ำยาสกัด Bray II 25 ml. โดยใช้ multiple dispenser เขย่า 5 นาที กรอง น้ำของเหลวที่ได้มารวบรวม P ต่อไป

4.2.2 การวิเคราะห์หาปริมาณ P

1. การทำ standard curve ของ P : เตรียมน้ำยามาตรฐาน Phosphate ให้มีความเข้มข้น 5 ppm.P โดยใช้ Standard phosphate 50 ppm.P มาทำให้เจือจาง 10 เท่า

2. ซักเอา aliquot 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 ml. บรรจุลงใน Volumetric flask ขนาด 25 ml. เติมน้ำลงไปจนมีปริมาตรประมาณ 20 ml. เขย่าให้เข้ากัน เติม H₃BO₃ ที่อีมตัว 3 หยด เติม Reagent B ลงไป 4 ml. เขย่าให้เข้ากัน แล้วเติมน้ำกลั่นลงไปใน flask จนมีปริมาตรครบ 25 ml. เขย่าให้เข้ากันทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที แล้วเริ่มอ่านเบอร์เชนต์ Transmittant ของน้ำยามาตรฐานด้วย Spectrophotometer wavelength 882 nm. สิ้นเดือนจะคงที่เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง

3. Plot กราฟระหว่างค่าของ reading จาก Spectrophotometer กับความเข้มข้นของ P ในน้ำยา Standard ลงบนกระดาษกราฟ Semi-log ซึ่งจะเป็น Standard curve ที่ต้องการและใช้สำหรับ Unknown sample ได้

4. การวิเคราะห์หาปริมาณ P ใน Unknown sample ใช้ aliquot ปริมาณ 1-10 ml. ของ Unknown sample ใส่ลงใน Volumetric flask ที่มีความจุ 25 ml. การที่จะใช้ aliquot เท่าไอนั้น ขึ้นอยู่

กับปริมาณของ P ที่มีใน sample ซึ่งจะต้องทดลอง Develop color ดูก่อน สมมติว่าถ้าให้ aliquot ให้น้อยลง ต้องเติม H_3BO_3 ที่อัตรา 3 หยดด้วย ก่อนที่จะเติม Reagent B

การคำนวณหาปริมาณ P ที่วิเคราะห์ได้เป็น ppm.P ของดินหรือปุ๋ยอาจคำนวณได้ดังนี้

ให้ ratio ของ Extracting solution : soil = Y

ppm.ที่อ่านได้จาก standard curve = Z

$$\text{ppm.P ของดิน} = \frac{Z \times Y \times \text{final.Vol.(ml.)}}{\text{aliquot used (ml.)}}$$

5. การวิเคราะห์ค่าโพแทสเซียม

5.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

5.1.1 125 ml.Erlenmeyer flask

5.1.2 Filtering apparatus

5.1.3 shaker

5.1.4 Multiple dispender

5.1.5 Funnewl tube

5.1.6 Atomic Absorption Spectrophotometer

5.2 สารเคมีและน้ำยา

5.2.1 Ammonium acetate(NH_4OAc) NH_4OAc หนัก 154.16 กรัม ละลายในน้ำ 2 ลิตร ปรับ pH ให้ได้ 7.0 + 0.2

5.2.2 Standart solution สําหรับ Potassium : ใช้ KCl (AR) 1.9100 กรัม ละลายใน Ammonium acetate solution ปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตร สารละลายนี้จะมีความเข้มข้น 1000 ppm.K

5.2.3 วิธีการ : ชั่งดิน 2.5 กรัม ใส่น้ำยา Ammonium acetate 50 ml. เขย่า 30 นาที นำส่วนที่กรองได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณ K โดยใช้ Atomic Absorption Spectrophotometer

การคำนวณหาปริมาณ K ที่วิเคราะห์ได้เป็น ppm.K ของดินหรือปุ๋ยอาจคำนวณได้ดังนี้

$$\text{ปริมาณ K} = 10 K \times \text{dilution factor (ppm.)}$$