

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

การวิเคราะห์ทางเคมีของวัสดุ ปุ๋ย ยมูลไส้เดือนและพืช

1) การวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด (Total Nitrogen) (ดัดแปลงจากทัศนีย์ อัดตันทน์ และจรัสกร จันทรเจริญสุข 2542)

1. การย่อยสลาย (Digestion)

- 1.1 ชั่งตัวอย่างพืชประมาณ 2 กรัม ห่อด้วยกระดาษกรองใส่ใน Kjeldahl flask
- 1.2 เติม catalyst mixer 5 กรัม ($\text{CuSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 = 1:10$)
- 1.3 เติม Conc. H_2SO_4 25 cc.
- 1.4 นำหลอดตัวอย่างตั้งบนเตาย่อย เปิดเครื่องดูดไอรด เปิดน้ำให้ผ่านคอนเดนเซอร์ของเครื่อง ตั้งอุณหภูมิที่เตาเผา 150 องศาเซลเซียส จับเวลานาน 30 นาที จากนั้นเพิ่มเป็น 350 องศาเซลเซียส
- 1.5 ปลอຍให้ตัวอย่างถูกย่อยจนมองเห็นเป็นสารละลายสีฟ้าใสไม่มีตะกอนอยู่ จึงลดอุณหภูมิลงมาที่ 20 องศาเซลเซียส รอจนกว่าสารละลายจะเย็นลงไม่มีไอออกมาจึงเปิดเครื่องดูดไอรดและยกขึ้นพักไว้

2. การกลั่น

- 2.1 นำหลอดตัวอย่างที่เย็นมาเติมน้ำ ากลั่น 50 cc..
- 2.2 นำหลอดตัวอย่างต่อเข้ากับเครื่องกลั่นไนโตรเจนและให้ปลายด้านหนึ่งจุ่มใน Elrenmayer flask ที่มี 4% Boric acid 25 cc. และ Label ให้ตรงกับ Kjeldahl flask ที่ใช้คู่กัน
- 2.3 เปิดเครื่อง cooling bath และปั้มน้ำ เพื่อเปิดน้ำ ้าผ่าน Condenser ของเครื่องกลั่น
- 2.4 เติม 40% NaOH ลงในหลอดตัวอย่าง 20-40 cc. แล้วเริ่มกลั่น
- 2.5 กลั่นจนได้แอมโมเนียออกมาประมาณ 50-80 cc. ในสารละลาย Boric acid แล้วนำตัวอย่างที่ได้มาไตรเตรทกับ Std 0.1 N NHS_2O_4 ทำ Blank พร้อมกับตัวอย่าง โดยใช้อินดิเคเตอร์ที่เตรียมจาก 0.625 กรัม methyl red และ 0.480 กรัม methylene blue และ ethyl alcohol 95% ปริมาตร 500 ml แล้วนำมาคำนวณหาปริมาณไนโตรเจนในตัวอย่างจากสมการ

$$\%N = \frac{(\text{ml HS}_2\text{O}_4 - \text{ml blank} \times 0.1 \times 0.014 \times 100)}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}}$$

2) การวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมด (Total Phosphorus)

โดยใช้วิธี Wet oxidation ใน diacid ($\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$; อัตราส่วน 5:2 ส่วน)

1. การย่อยสลายตัวอย่างพืช

ชั่งตัวอย่างพืชที่บดละเอียดผ่านตะแกรงขนาด 40 mesh และอบแห้ง (oven dry)หนัก 1 กรัม ใส่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 200 มิลลิลิตร ทำการ duplicate เติม diacid ($\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$; อัตราส่วน 5:2 ส่วน) จำนวน 5 มิลลิลิตร เขย่าล้าทิ้งค้างคืนไว้ในตู้ควั่น จากนั้นนำไปตั้งบน hot plate อุณหภูมิ 180-200 องศาเซลเซียส ในตู้ควั่นจนได้สารละลายใสกรองด้วยกระดาษกรอง What man no.5 รองรับ filtrate ด้วย Volumetric flask ขนาด 50 มิลลิลิตร ล้าง Erlenmeyer flask ด้วยน้ำ ากล้น กรองสารละลายที่ได้รวมกันทิ้งไว้ให้เย็น แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำ ากล้น นำสารละลายที่ได้ไปหาปริมาณฟอสฟอรัสโดยวิธี Vanadomolybdate phosphoric yellow color method

2. การเตรียมสาร

2.1 5% ammonium molybdate solution

ชั่ง ammonium molybdate จำนวน 25 กรัม ละลายในน้ำร้อน (50-60 องศาเซลเซียส) เมื่อสารละลายแล้วเติมน้ำ ากล้นจนปริมาตรครบ 500 มิลลิลิตร

2.2 0.25% ammonium metavanadate solution

ชั่ง ammonium metavanadate จำนวน 1.25 กรัม นำไปละลายในน้ำเดือด เมื่อสารละลายที่ได้เย็นลง ให้เติมน้ำ ากล้นจนสารละลายมีปริมาตร 500 มิลลิลิตร

2.3 Diacid จาก $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$; อัตราส่วน 5:2 ส่วน

ตวง HNO_3 จำนวน 500 มิลลิลิตร

ตวง HClO_4 จำนวน 200 มิลลิลิตร

ผสมสารทั้งสองอย่างใน Volumetric flask 1,000 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

2.4 50 ppm-P (Standard Phosphorus Solution)

ชั่งสาร KH_2PO_4 (A.R.) (จำนวน 0.22 กรัม ละลายในน้ำ ากลั่นจนครบ 1,000 มิลลิลิตร

3. การวิเคราะห์ความเข้มข้นฟอสฟอรัสในพืช

3.1 เตรียม 5% ammonium molybdate solution

3.2 เตรียม 0.25% ammonium metavanadate solution

3.3 เตรียม 50 ppm-P

3.4 นำตัวอย่างพืชที่ผ่านการย่อยสลาย กรอง และปรับปริมาตรแล้วมาทำตามขั้นตอนต่อไปนี้

Std. 50 ppm-p	น้ำกลั้	blank	ammonium molybdate	ammonium metavanadate
0	3	3	1	1
0.4	2.6	3	1	1
0.8	2.2	3	1	1
1.2	1.8	3	1	1
1.6	1.4	3	1	1
2	1.0	3	1	1
ตัวอย่างพืช?	?	3	1	1

ในสารละลายต่างๆ จากที่กล่าวมาลงในหลอดทดลองขนาด 25 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันทิ้งไว้ประมาณ 20 นาที เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์

3.5 นำ Std. 50 ppm-P และตัวอย่างพืช ไปวัดความเข้มข้นของฟอสฟอรัสในพืชด้วยเครื่อง spectrophotometer ที่ 440 นาโนเมตร

3.6 นำค่า Std. 50 ppm-P ที่อ่านได้มา plot กราฟ ได้เป็น Std. curve

3.7 นำค่าตัวอย่างที่ได้มาอ่านค่าจาก Std. curve ได้ค่าเป็น ppm curve

3.8 คำนวณความเข้มข้นของฟอสฟอรัสในพืชตามสูตร

$$\%P = \frac{\text{ppm curve} \times 8 \times 50 \times 100}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง} \times \text{สารละลายตัวอย่างพืช} \times 10_6}$$