บทที่ 3

วิธีทำการทดลอง (Experimental Procedure)

3.1 การเก็บตัวอย่างดินและการเตรียมตัวอย่างดินที่นำมาวิเคราะห์

ตัวอย่างดินที่จะนำมาวิเคราะห์ได้จากการเก็บดินบริเวณต้นทุเรียนแต่ละพันธุ์ หรือชนิดของทุเรียน จากสวนในจังหวัดนนทบุรี เพื่อที่จะให้ได้เป็นตัวแทนของตัวอย่างดินที่นำมาวิเคราะห์ จึงได้แยกเก็บตัวอย่างดินที่มีความลึกแตกต่างกัน 2 ระดับ คือ ตัวอย่างดินที่ได้จากความลึกระหว่าง 0–12 นิ้ว กับตัวอย่างดินที่ได้จากความลึกระหว่าง 12–24 นิ้วตามลำดับ สำหรับบริเวณหนึ่งๆได้ทำการเก็บตัวอย่างดินไม่ต่ำกว่า 10 หลุม ทั้งสองระดับ แล้วนำตัวอย่างดินที่ได้แต่ละระดับ แต่ละแห่งในบริเวณนั้นๆ นำมารวมกันเป็นตัวอย่างดินที่ได้ตัวอย่างหนึ่ง เพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

จากตัวอย่างดินที่ได้แต่ละตัวอย่าง นำมาคลุกเคล้ากันให้ดี แล้วแบ่งออกเป็น 4 ส่วน เก็บส่วนหนึ่งของตัวอย่างดินไว้ในถุงพลาสติคที่สะอาด ปิดปากถุงพลาสติคด้วยสลากที่เขียนบอกระดับความลึกที่เจาะ และบริเวณของดินที่เก็บได้ตามพันธุ์ของทุเรียนนั้นๆ เมื่อได้ตัวอย่างของดินแล้ว นำมาผึ่งลมให้แห้งบนภาชนะที่สะอาด เมื่อดินแห้งแล้ว นำมาบดด้วยเครื่องบดที่สะอาด ในขณะที่บดให้ละเอียดนั้น ควรแยกส่วนที่ไม่ต้องการออก เช่น เศษกระเบื้อง รากไม้ ใบไม้ และสิ่งสกปรกต่างๆออก เพื่อลดความผิดพลาด (error) จากตัวอย่างดินที่จะนำไปวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุต่างๆทางเคมี นำดินที่ได้จากการบดละเอียดไปร่อนด้วยตะแกรงทองเหลืองขนาด 100 mesh เพื่อให้ได้ขนาดของดินที่ต้องการเช่นเดียวกันทุกๆตัวอย่างดิน แล้วเก็บไว้ในขวดแก้วที่ปิดสนิท

3.2 การหาความเป็นกรด–ด่างของดิน

ชั่งตัวอย่างดินที่บดละเอียดแล้วมาให้ทราบน้ำหนักแน่นอน(5 กรัม) ถ่ายลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นลงไป 25 มิลลิลิตร เขย่าหรือคนให้ดีด้วย Magnetic stirrer เป็นเวลาประมาณ 30 นาที กรองสารละลายด้วยกระดาษกรอง Whatman # 42 จะได้สารละลายที่ใช้สำหรับวัดความเป็นกรด–ด่างของดิน โดยมีอัตราส่วนระหว่างดินกับน้ำเป็น 1:5 แล้วนำไปวัดค่าความเป็นกรด–ด่างด้วยเครื่อง pH-meter (8)

3.3 วิธีหาปริมาณของสารอินทรีย์(Organic Matter)

3.3.1 การเตรียมสารละลายต่างๆที่ใช้

ก. การเตรียมสารละลายกรดโครมิคมาตรฐานข้น 0.4 นอร์มัล ชั่งโปแตสเซียมไดโครเมตหนัก 19.6163 กรัมมาละลายในสารละลายผสมของกรดซัลฟุริคเข้มข้นกับกรดฟอสฟอริคเข้มข้น ตามอัตราส่วน 1:1 คนและอุ่นบน water - bath จนโปแตสเซียมไดโครเมตละลายหมด แล้วทำให้เป็นสารละลาย 1 ลิตร ในขวดมาตรฐาน ด้วยสารละลายผสมของกรดซัลฟุริคกับกรดฟอสฟอริค ก็จะได้สารละลายกรดโครมิคมาตรฐานข้น 0.4 นอร์มัล

ข. การเตรียมสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต ชั่งแอมโมเนียมเฟอร์รัสซัลเฟตมาหนัก 80 กรัมละลายในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร เติมกรดซัลฟุริคเข้มข้น 5 มิลลิลิตร แล้วทำให้เป็นสารละลาย 1 ลิตรในขวดมาตรฐานด้วยน้ำกลั่น จะได้สารละลายของแอมโมเนียมเฟอร์รัสซัลเฟตข้น 0.2 นอร์มัล

ค. การเตรียมสารละลาย o-Phenanthroline ferrous complex indicator ชั่งแอมโมเนียมเฟอร์รัสซัลเฟตมาหนัก 0.5 กรัม และ o-phenanthroline หนัก 1.0 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นในขวดมาตรฐาน แล้วทำให้เป็นสารละลาย 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลาย o-phenanthroline ferrous complex indicator

3.3.2 วิธีหาปริมาณของสารอินทรีย์ในตัวอย่างดิน

ชั่งตัวอย่างดินที่เตรียมไว้ตาม 3.1 มาให้ทราบน้ำหนักแน่นอน(0.5 กรัม) ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายกรดโครมิคจำนวน 10 มิลลิลิตร ลงไปอย่างรวดเร็ว พร้อมทั้งเขย่าให้เข้ากัน ต้มบน sand - bath ที่อุณหภูมิประมาณ 175 องศาเซนติเกรด เป็นเวลา 15 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่นลงไป 100 มิลลิลิตร หยดอินดิเคเตอร์ที่เตรียมได้จาก 3.3.1.ค.ลงไป แล้วติเตรตสารละลายกรดโครมิคที่เหลือด้วยสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต จนกระทั่งได้จุดสะเทิน คือ สารละลายกลายเป็นสีน้ำตาลแดง

ในการติเตรตทุกครั้งจะต้องทำ Blank titration ของสารละลายกรดโครมิคกับสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต เช่นเดียวกับการทำตัวอย่างดินที่นำมาวิเคราะห์ จากปริมาณของกรดโครมิคที่ใช้ ก็สามารถหาปริมาณของสารอินทรีย์ได้

3.4 วิธีหาปริมาณของไนโตรเจนในตัวอย่างดิน

3.4.1 การเตรียมสารละลายต่างๆที่ใช้

ก. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ขัน 40 เปอร์เซนต์ ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ หนัก 400 กรัม ละลายในน้ำกลั่น แล้วทำให้มีปริมาตร 1 ลิตรในขวดมาตรฐาน

ข. สารละลายกรดบอริคขัน 4 เปอร์เซนต์ ชั่งกรดบอริคมา 40 กรัม ละลายในน้ำกลั่นแล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตรในขวดมาตรฐาน

ค. การเตรียมสารละลายของอินดิเคเตอร์ผสม (Mixed indicator) ชั่ง Bromcresol green มาหนัก 0.5 กรัม และ Methyl red หนัก 0.1 กรัม นำไปละลายใน 95% C_2H_5OH แล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐาน แล้วปรับให้สารละลายมี pH = 4.5 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ง. การเตรียมสารละลายกรดซัลฟุริคข้น 0.05 นอร์มัล นำกรดซัลฟุริคเข้มข้นมา 1.36 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนถึงขีด จากนั้นนำสารละลายกรดซัลฟุริคที่ได้นี้มาหาความเข้มข้นที่แน่นอน โดยติเตรตกับสารละลายมาตรฐานของโซเดียมคาร์บอเนตอีกครั้งหนึ่ง

จ. วิธีย่อยตัวอย่างดินเพื่อใช้หาปริมาณของไนโตรเจน ชั่งตัวอย่างดินที่เตรียมได้จาก 3.1 มาให้ทราบน้ำหนักแน่นอน(5 กรัม) ใส่ลงในขวด Kjeldahl flask ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมเซลีเนียม 0.2 กรัม โปแตสเซียมซัลเฟต 10.0 กรัม และกรดซัลฟุริคเข้มข้น 25 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน แล้วนำไปต้มในตู้ควัน จนกระทั่งได้สารละลายไม่มีสี (ใช้เวลาประมาณ 2--3 ชั่วโมง) ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น เติมน้ำกลั่นลงไปพอประมาณ กรองส่วนที่ไม่ละลายเช่น ซิลิกา ออกด้วยกระดาษกรอง Whatman # 42 ทำสารละลายที่กรองได้ให้เป็น 250 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่น ในขวดมาตรฐาน

ฉ. วิธีหาปริมาณของไนโตรเจนในสารละลายที่เตรียมได้จากตัวอย่างดิน

1. ปิเปตสารละลายที่เตรียมได้จากตัวอย่างดินในข้อ จ.มา 25 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดกลั่นขนาด 250 มิลลิลิตร

2. เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ข้น 40 เปอร์เซนต์จำนวน 25 มิลลิลิตรลงไป

3. กลั่นกาซแอมโมเนียลงไปในสารละลายจำนวน 5 มิลลิลิตรของกรดบอริคข้น 4 เปอร์เซนต์ จนกระทั่งได้สารละลายทั้งหมดประมาณ 30 มิลลิลิตร

4. นำสารละลายที่ได้มาติเตรตกับสารละลายมาตรฐานของกรดซัลฟุริคที่เตรียมได้จากข้อ ง. โดยใช้สารละลายผสมของ Bromcresol green และ Methyl red

001040

เป็นอินดิเคเตอร์ จุดสะเทินจะเป็นจุดที่สีของสารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นแดง

5. ในการดิเตรตนี้ควรจะต้องทำ Blank titration สำหรับเปรียบเทียบ โดยใช้น้ำตาล (Sucrose) แทนตัวอย่างดิน และใช้วิธีเช่นเดียวกับข้างต้นทุกประการ

3.5 วิธีหาปริมาณของฟอสฟอรัสที่พืชนำไปใช้ได้ (Available Phosphorus) โดยวิธีของ Bray (Bray's method)

3.5.1 การเตรียมสารละลายต่างๆที่ใช้

ก. สารละลายกรดไฮโดรคลอริคข้น 0.5 นอร์มัล ใช้กรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น 20.2 มิลลิลิตร แล้วทำให้เป็นสารละลาย 500 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐานด้วยน้ำกลั่น จะได้สารละลายของกรดไฮโดรคลอริคข้น 0.5 นอร์มัล

ข. สารละลายแอมโมเนียมฟลูออไรด์ข้น 2 นอร์มัล ชั่งแอมโมเนียมฟลูออไรด์หนัก 37.04 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วทำให้เป็นสารละลาย 500 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐาน ก็จะได้สารละลายแอมโมเนียมฟลูออไรด์ข้น 2 นอร์มัล และสารละลายที่เตรียมได้นี้ต้องเก็บไว้ในขวดโปลีเอทีลีน

ค. สารละลายที่ใช้สกัดธาตุฟอสฟอรัส Bray P-2 นำสารละลายกรดไฮโดรคลอริคข้น 0.5 นอร์มัลจำนวน 500 มิลลิลิตรจาก ก. ผสมกับสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ข้น 2 นอร์มัลจำนวน 15 มิลลิลิตรจาก ข. แล้วทำให้เป็นสารละลาย 1 ลิตรในขวดมาตรฐานด้วยน้ำกลั่น สารละลายที่ได้เป็นสารละลาย Bray P-2 ซึ่งมีความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริคเป็น 0.1 นอร์มัล และของสารละลายแอมโมเนียมฟลูออไรด์ข้น 0.03 นอร์มัล

3.5.2 สารละลายกรดบอริคข้น 2 เปอร์เซนต์

ชั่งกรดบอริคหนัก 10.0 กรัมมาละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วทำให้เป็นสารละลาย 500 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายกรดบอริคข้น 2 เปอร์เซนต์

3.5.3 สารละลาย Murphy & Riley Molybdate

ชั่งแอมโมเนียมโมลิบเดต ($(NH_4)_6Mo_7O_{24}$) หนัก 12.0 กรัม และแอนติโมนี-โปแตสเซียมตาร์เตรตหนัก 0.275 กรัม ผสมกันแล้วละลายด้วยน้ำกลั่น เติมกรดซัลฟุริคเข้มข้นจำนวน 150 มิลลิลิตรลงไป แล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตรในขวดมาตรฐานด้วยน้ำกลั่น จะได้สารละลาย Murphy & Riley Molybdate

3.5.4 สารละลายกรดแอสคอร์บิคข้น 2.5 เปอร์เซนต์

ชั่งกรดแอสคอร์บิคจำนวน 12.5 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วทำให้เป็นสารละลาย 500 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น ในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายกรดแอสคอร์บิคข้น 2.5 เปอร์เซนต์

3.5.5 สารละลายมาตรฐานของธาตุฟอสฟอรัส

ชั่งโซเดียมโมโนไฮโดรเจนฟอสเฟต (anhydrous Na_2HPO_4) หนัก 0.1146 กรัม ละลายน้ำ แล้วทำให้เป็นสารละลาย 250 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐานด้วยน้ำกลั่น จะได้สารละลายมาตรฐานของธาตุฟอสฟอรัสซึ่งมีความเข้มข้น 100 ppm

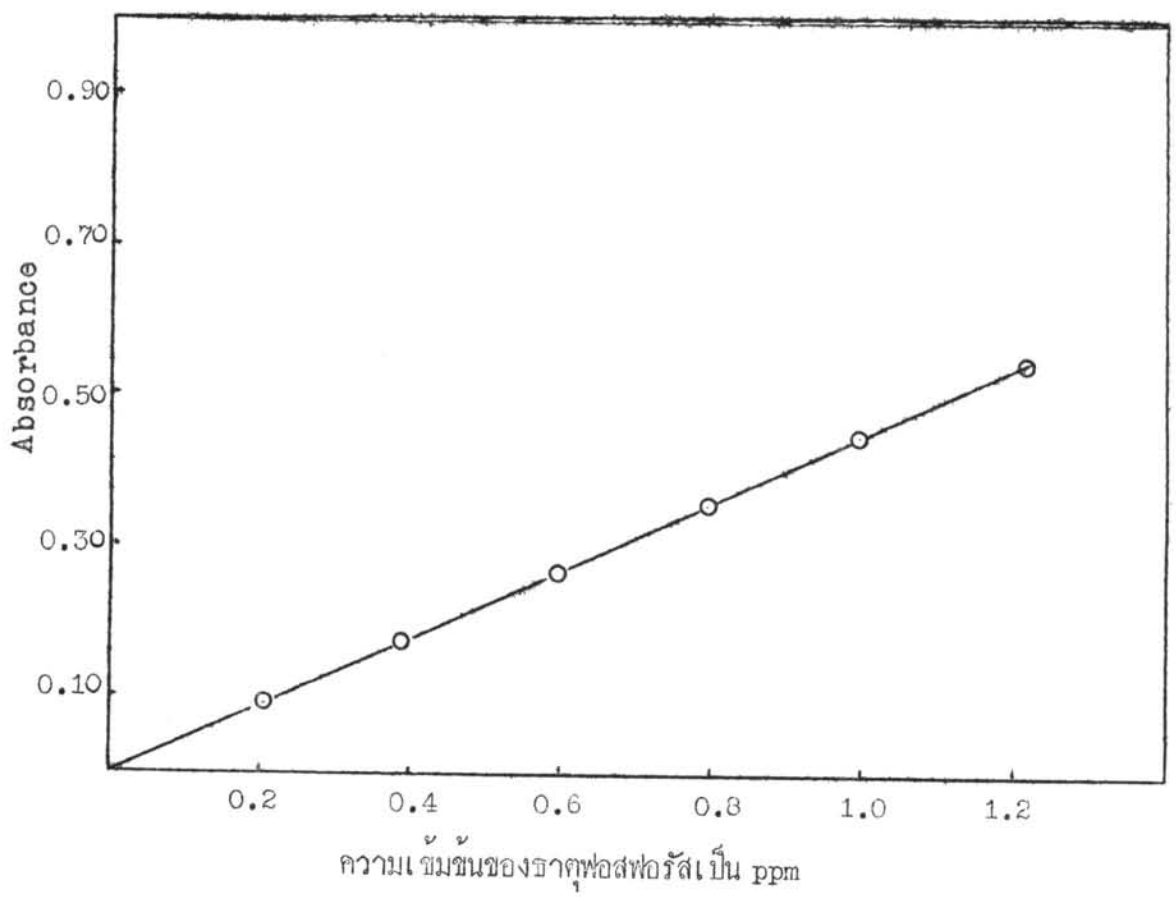
3.5.6 การทำกราฟมาตรฐานสำหรับใช้หาปริมาณของธาตุฟอสฟอรัส

นำสารละลายมาตรฐานของธาตุฟอสฟอรัสที่เตรียมได้จาก 3.5.5 มา 10 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายมาตรฐาน

ของธาตุฟอสฟอรัส 10 ppm แล้วปิเปตสารละลายที่ได้นี้มา 0.5 , 1.0 , 1.5 , 2.0 และ 2.5 มิลลิลิตรตามลำดับ ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 25 มิลลิลิตร นำสารละลายแต่ละขวดมาเติมสารละลายกรดบอริคข้น 2 เปอร์เซนต์ลงไป 5 มิลลิลิตร สารละลาย Murphy & Riley Molybdate 2 มิลลิลิตร และสารละลายกรดแอสคอร์บิคข้น 2.5 เปอร์เซนต์ 1 มิลลิลิตร แล้วจึงทำให้เป็น 25 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่น จะได้สารละลายเป็นสีน้ำเงินเกิดขึ้น หลังจากทิ้งไว้ 10 นาที แล้วจึงนำสารละลายที่ได้ไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 700 nm ด้วยเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ ดังแสดงอยู่ในตารางที่ 1 และรูปที่ 1

สารละลาย	ความเข้มข้นของธาตุฟอสฟอรัส (ppm)	Absorbance
ขวดที่ 1	0.2	0.087
ขวดที่ 2	0.4	0.172
ขวดที่ 3	0.6	0.262
ขวดที่ 4	0.8	0.346
ขวดที่ 5	1.0	0.435

ตารางที่ 1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของธาตุฟอสฟอรัส



รูปที่ 1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของธาตุฟอสฟอรัส (ppm)

3.5.7 การหาปริมาณของธาตุฟอสฟอรัสในตัวอย่างดิน

ชั่งตัวอย่างดินที่เตรียมได้จาก 3.1 มาให้ทราบน้ำหนักแน่นอน(1.0 กรัม) ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Bray P-2 10 มิลลิลิตร เขย่าเป็นเวลานาน 40 วินาทีทุกๆขวด แล้วกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman # 42 ปิเปตสารละลายที่กรองได้มา 5 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 25 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายต่างๆจำนวนเท่ากันเช่นเดียวกับการทำกราฟมาตรฐานในข้อ 3.5.6 จะได้สารละลายเป็นสีน้ำเงินเช่นเดียวกัน หลังจากตั้งทิ้งไว้ 10 นาที จึงนำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่นเดียวกันกับสารละลายมาตรฐาน จากค่า Absorbance ที่วัดได้ นำไปอ่านปริมาณของธาตุฟอสฟอรัสจากกราฟมาตรฐานอีกครั้งหนึ่ง

3.6 วิธีหาปริมาณของธาตุแคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียม และโปแตสเซียมในดิน(Exchangeable cations Ca,Mg,Na, & K)

3.6.1 การเตรียมสารละลายต่างๆ

ก. สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตทข้น 1 นอร์มัลและมี pH = 7 นำกรดอะซีติคเข้มข้นมา 57 มิลลิลิตร และสารละลายแอมโมเนียเข้มข้นมา 68 มิลลิลิตร มาผสมกันแล้วทำให้เป็นสารละลาย 1 ลิตรในขวดมาตรฐาน เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายแอมโมเนียมอะซีเตทข้น 1 นอร์มัล นำสารละลายที่ได้ไปวัดpH ด้วย pH-meter แล้วปรับให้สารละลายสะเทินพอดีมี pH = 7 ด้วยการเติมกรดอะซีติคเข้มข้น หรือสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น

ข. สารละลายที่มีแลนทานัมข้น 10,000 ppm ชั่งแลนทานัมคลอไรด์มาหนัก 26.7333 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วทำให้สารละลายมีปริมาตร 1 ลิตรในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายที่มีปริมาณของธาตุแลนทานัมอยู่ข้น 10,000 ppm

ธาตุ	Wavelength(nm)	Current(mA)	Slit(μ)
โซเดียม	5889	5	25
โปแตสเซียม	7663	5	50
แมกนีเซียม	2850	3	100
แคลเซียม	4225	3	100
สังกะสี	2173	5	100
แมงกานีส	2793	5	50
เหล็ก	2481	5	50

ตารางที่ 2 แสดงสภาวะการจัดเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เพื่อวัดค่า Absorbance

ความเข้มข้นของธาตุ(ppm)	ค่า Absorbance ของธาตุ			
	Na	K	Mg	Ca
0.2	0.068	0.020	0.125	0.012
0.4	0.130	0.038	0.240	0.021
0.5	0.142	0.048	0.310	0.025
0.6	0.185		0.372	
0.8	0.252		0.500	
1.0	0.310	0.094	0.615	0.058
2.0	0.615	0.184		0.114
3.0	0.920	0.282		0.172
4.0		0.373		0.232
5.0		0.475		0.287

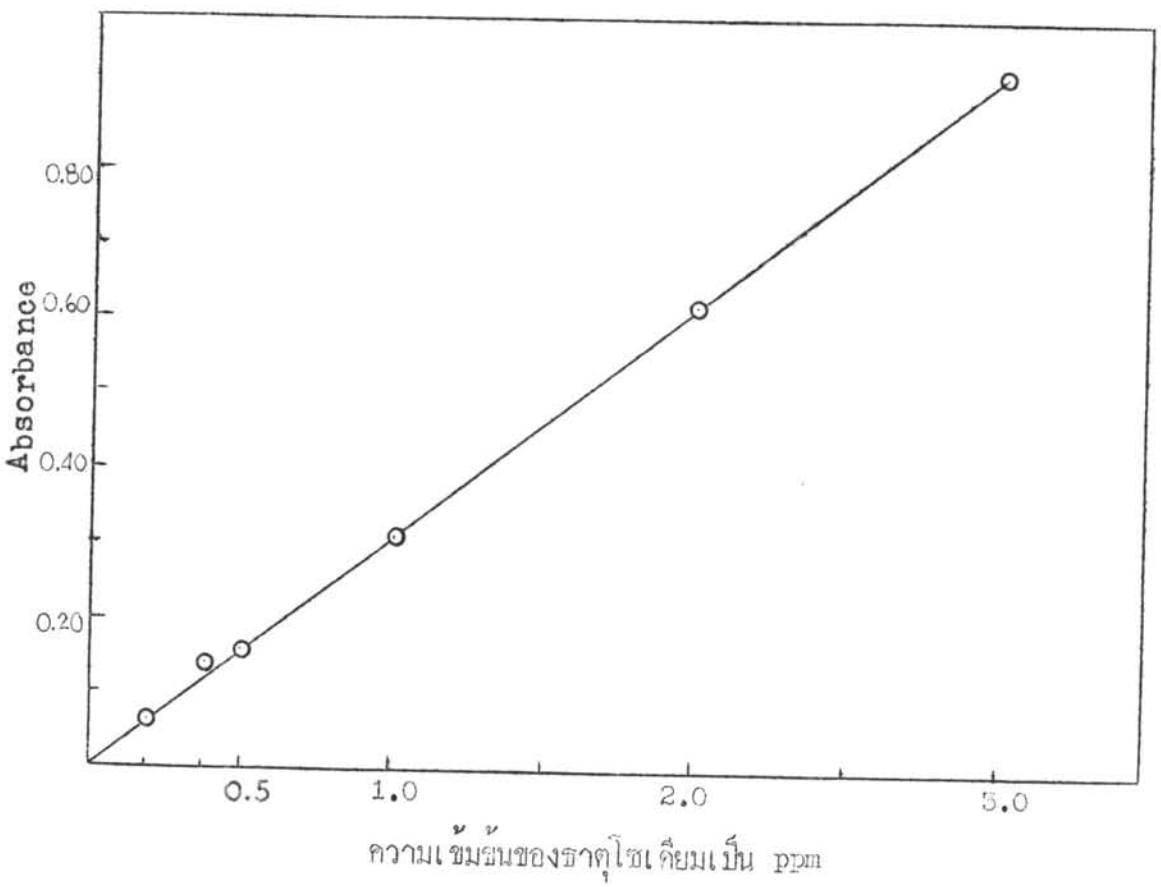
ตารางที่ 3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของธาตุโซเดียม โปแตสเซียม แมกนีเซียม และแคลเซียม กับค่า Absorbance ที่วัดได้

3.6.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานของธาตุโซเดียม โปแตสเซียม แคลเซียม และแมกนีเซียม

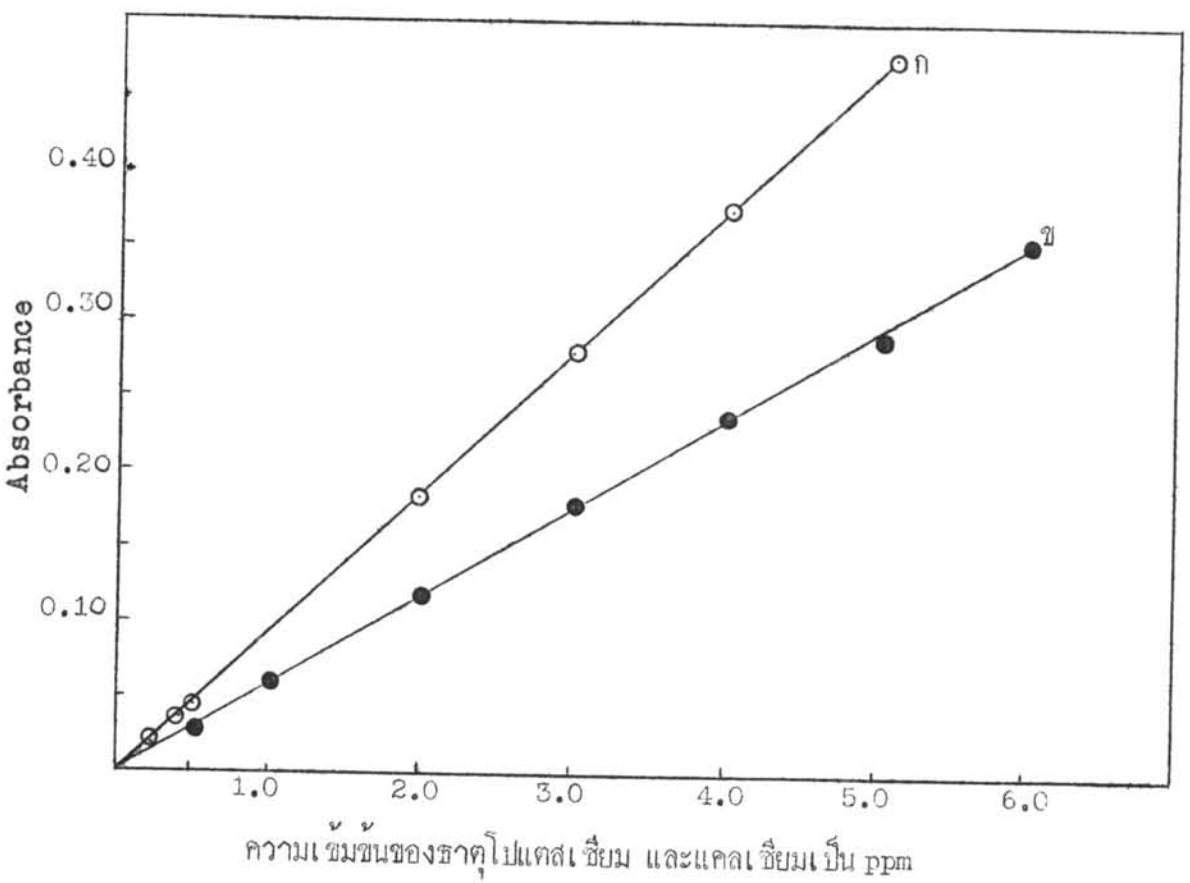
ชั่งโซเดียมคลอไรด์ โปแตสเซียมคลอไรด์ แมกนีเซียมซัลเฟต และแคลเซียมคาร์บอเนต มาหนัก 0.02542 กรัม , 0.01907 กรัม , 0.10138 กรัม และ 0.02495 กรัมตามลำดับ แล้วนำมาละลายด้วยน้ำกลั่น ทำปริมาตรสารละลายให้เป็น 100 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นของแต่ละธาตุเป็น 100 ppm สำหรับแคลเซียม-คาร์บอเนตนั้นต้องละลายในกรดไฮโดรคลอริคเล็กน้อยก่อนแล้วจึงทำปริมาตรให้เป็น 100 มิลลิลิตร นำสารละลายของธาตุแต่ละชนิดที่เตรียมได้ใส่ลงในขวดโปลีเอทีลีน เพื่อป้องกันการเกิด adsorption บนผิวแก้ว

3.6.3 การทำกราฟมาตรฐานของธาตุโซเดียม โปแตสเซียม แคลเซียม และแมกนีเซียม

ปิเปตสารละลายมาตรฐานของธาตุแต่ละชนิดที่เตรียมได้จาก 3.6.2 มาจำนวนหนึ่ง (ตั้งแต่ 0.1 ถึง 2.5 มิลลิลิตร) ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 50 มิลลิลิตร เติมสารละลายแลนทานัมคลอไรด์ลงไป 7.5 มิลลิลิตร แล้วจึงทำให้สารละลายเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ซึ่งจะได้สารละลายมาตรฐานที่มีปริมาณของธาตุเหล่านั้นจาก 0.2 ถึง 5.0 ppm (และมีธาตุแลนทานัมอยู่ 1500 ppm) นำสารละลายของธาตุแต่ละชนิดไปวัดค่า Absorbance โดยวิธี Atomic Absorption Spectrophotometryและจัดเครื่องมือตามสภาวะในตารางที่ 2 ค่า Absorbance ที่วัดได้แสดงในตารางที่ 3 เมื่อนำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟ ก็จะได้กราฟมาตรฐานที่ใช้สำหรับหาปริมาณของธาตุโซเดียม โปแตสเซียม แคลเซียม และแมกนีเซียมตามลำดับ ตามรูปที่ 2 , 3 ,และ 4



รูปที่ 2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของธาตุโซเดียม(ppm)



รูปที่ 3 ก. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของธาตุโปแตสเซียม(ppm)

ข. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของธาตุแคลเซียม(ppm)

3.6.4 วิธีสกัดธาตุโซเดียม โปแตสเซียม แคลเซียม และแมกนีเซียมจากตัวอย่างดิน

ชั่งตัวอย่างดินที่เตรียมได้จาก 3.1 มาให้ทราบน้ำหนักแน่นอน(1 กรัม) ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มิลลิลิตร เติมสารละลายแอมโมเนียมอะซีเตตที่เตรียมได้จาก 3.6.1.ก. จำนวน 25 มิลลิลิตรลงไป เขย่าหรือคนด้วย Magnetic stirrer เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วกรองเอาส่วนที่ไม่ละลายออกด้วยกระดาษกรอง Whatman # 42 และล้างตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซีเตต จนหมดแคลเซียมอิออน โดยการทดสอบด้วยสารละลายแอมโมเนียมออกซาเลต นำสารละลายที่กรองได้มาทำให้มีปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตรด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซีเตตในขวดมาตรฐาน

3.6.5 วิธีหาปริมาณของธาตุโซเดียม โปแตสเซียม แคลเซียม และแมกนีเซียมในดิน (Exchangeable cations Na ,K ,Ca , & Mg) โดยวิธี Atomic Absorption Spectrophotometry

ปิเปตสารละลายตัวอย่างดินที่เตรียมได้จาก 3.6.4 มา 5 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 50 มิลลิลิตร เติมสารละลายแลนทานัมคลอไรด์ลงไป 7.5 มิลลิลิตร แล้วทำให้สารละลายเจือจางด้วยน้ำกลั่น จนมีปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร(สารละลายจะมีธาตุแลนทานัมอยู่ 1500 ppm) แล้วนำสารละลายที่ได้ไปวัดค่า Absorbance โดยใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer จากการจัดเครื่องตามสภาวะดังแสดงในตารางที่ 2 ค่า Asorbance ที่วัดได้นำไปหาปริมาณของธาตุโซเดียม โปแตสเซียม แคลเซียม และแมกนีเซียม จากกราฟมาตรฐานรูปที่ 2 , 3ก , 3ข , 4ก , และ 4ข ตามลำดับ

3.7 วิธีหาปริมาณของธาตุสังกะสี แมงกานีส และเหล็ก (Available Zn,Mn,Fe)

3.7.1 การเตรียมสารละลายต่างๆ

ก. สารละลายกรดไฮโดรคลอริค และกรดซัลฟุริกข้น 1.0 นอร์มัล ปิเปตกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น และกรดซัลฟุริกเข้มข้นมา 80.4 มิลลิลิตร และ 27.9 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้วทำให้สารละลายแต่ละชนิดเป็น 1 ลิตรในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายแต่ละชนิดข้น 1.0 นอร์มัล

ข. สารละลายที่ใช้สกัดสังกะสี แมงกานีส และเหล็ก ปิเปตสารละลายกรดไฮโดร-คลอริคข้น 1.0 นอร์มัลมา 50 มิลลิลิตร และสารละลายกรดซัลฟุริคข้น 1.0 นอร์มัลมา 25 มิลลิลิตร ผสมกันแล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตรในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายที่มีกรดไฮโดรคลอริคข้น 0.05 นอร์มัล และมีกรดซัลฟุริกข้น 0.025 นอร์มัล

3.7.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานของธาตุแมงกานีส เหล็ก และสังกะสี

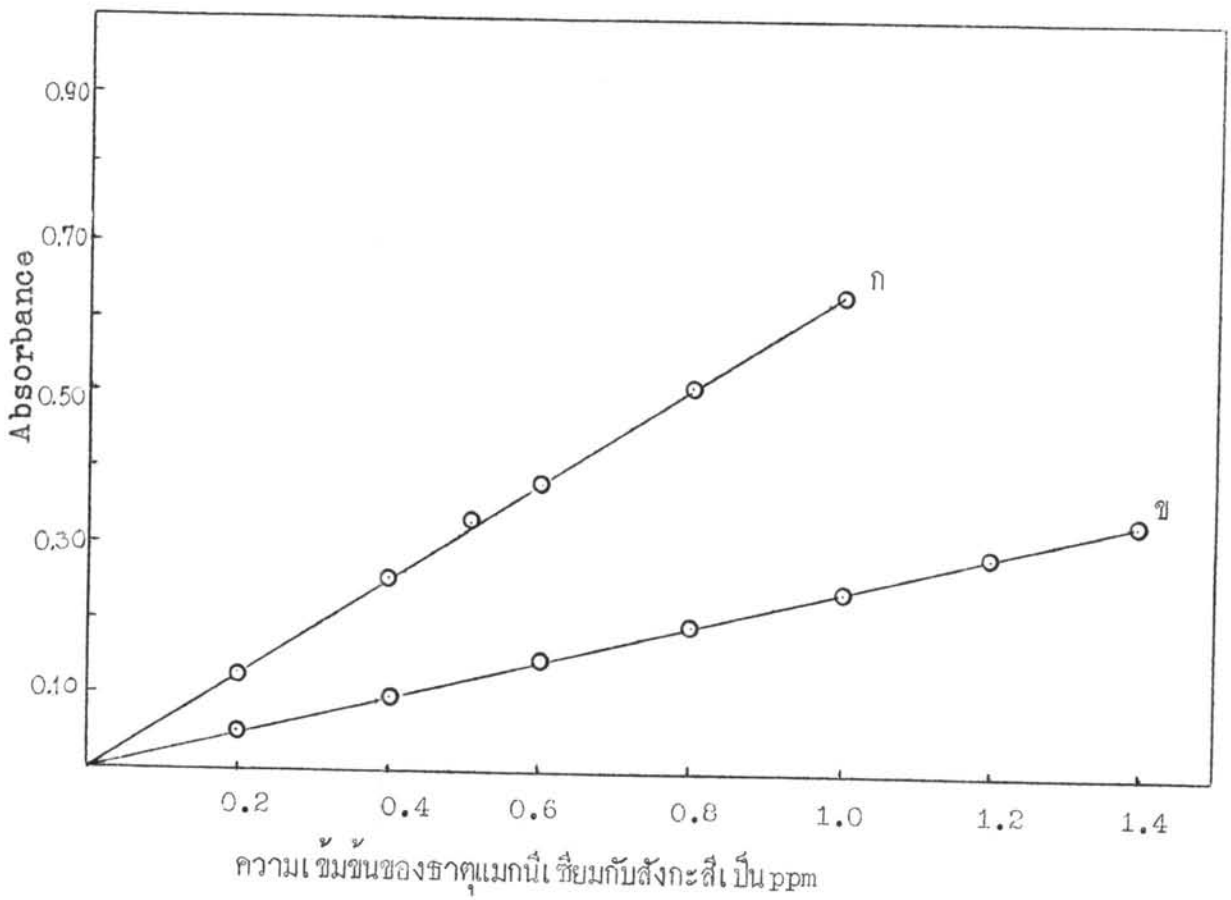
ชั่งแมงกานีสซัลเฟต เฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต และสังกะสีซัลเฟตมาหนัก 0.03076 กรัม 0.07021 กรัม และ 0.04404 กรัมตามลำดับ แล้วทำให้สารละลายแต่ละชนิดมีปริมาตรเป็น 1 ลิตร ในขวดมาตรฐานด้วยน้ำกลั่น จะได้สารละลายแต่ละชนิดมีปริมาณของแต่ละธาตุเป็น 100 ppm แล้วเก็บสารละลายที่ได้นี้ไว้ในขวดโปลีเอทีลีน

3.7.3 การทำกราฟมาตรฐานของธาตุสังกะสี เหล็ก และแมงกานีส

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแต่ละชนิดที่เตรียมได้จาก 3.7.2 มาจำนวนหนึ่ง(ตั้งแต่ 0.1 ถึง 4.0 มิลลิลิตร) แล้วทำสารละลายให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นในขวดมาตรฐานขนาด 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานที่มีปริมาณของธาตุเหล่านั้นจาก 0.2 ถึง 8.0 ppm นำสารละลายที่ได้แต่ละชนิดไปวัดค่า Absorbance โดยใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer การจัดเครื่องนั้นจัดตามสภาวะในตารางที่ 2 และค่า Absorbance ที่วัดได้แสดงในตารางที่ 4 เมื่อนำไปเขียนกราฟจะได้กราฟมาตรฐานตามรูปที่ 4ข , 5 และ 6 เพื่อใช้หาปริมาณของธาตุสังกะสี เหล็ก และแมงกานีส

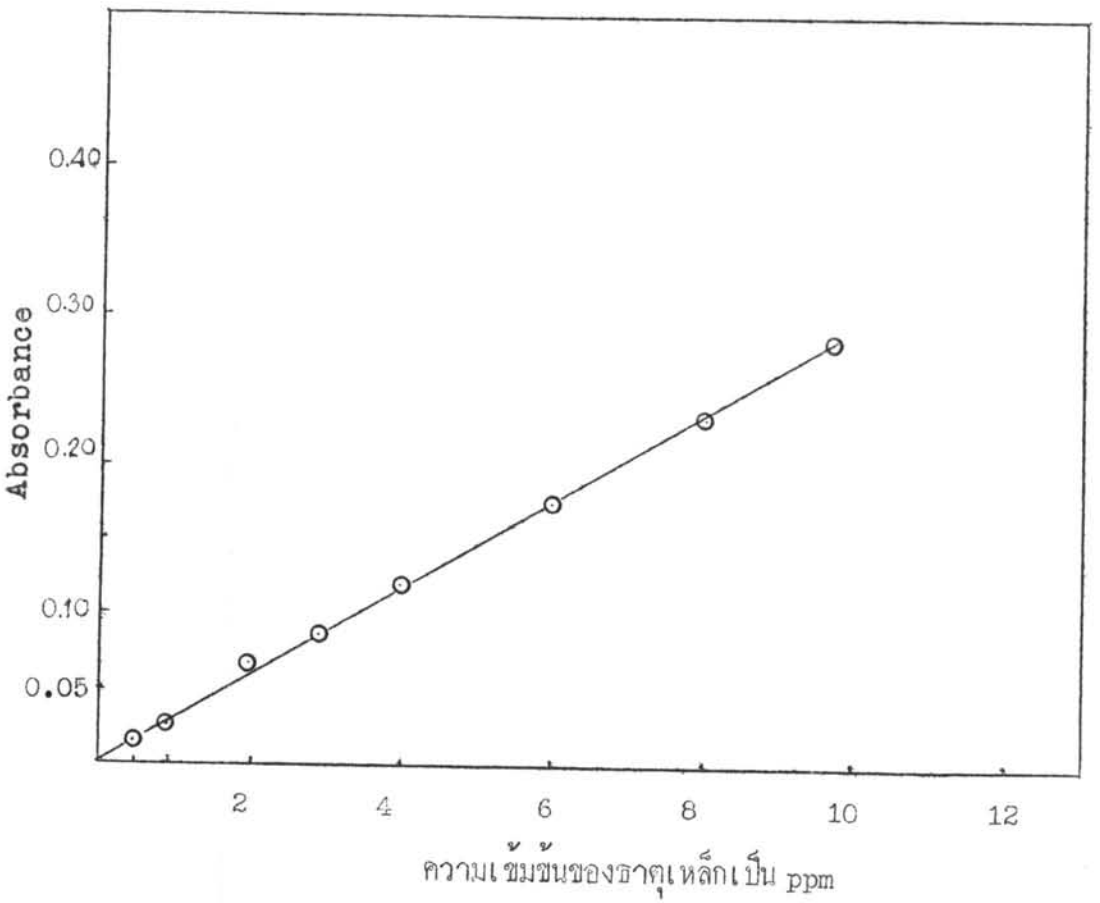
ความเข้มข้นของธาตุ (ppm)	ค่า Absorbance ของธาตุ		
	Zn	Mn	Fe
0.2	0.048	0.014	
0.4	0.090	0.026	
0.5	0.112	0.036	0.015
0.6	0.135	0.043	
0.8	0.180	0.055	
1.0	0.225	0.071	0.032
1.2	0.285	0.086	
1.4	0.320		
2.0			0.062
3.0			0.089
4.0			0.125
6.0			0.180
8.0			0.238

ตารางที่ 4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของธาตุสังกะสี แมงกานีส และเหล็ก กับค่า Absorbance ที่วัดได้

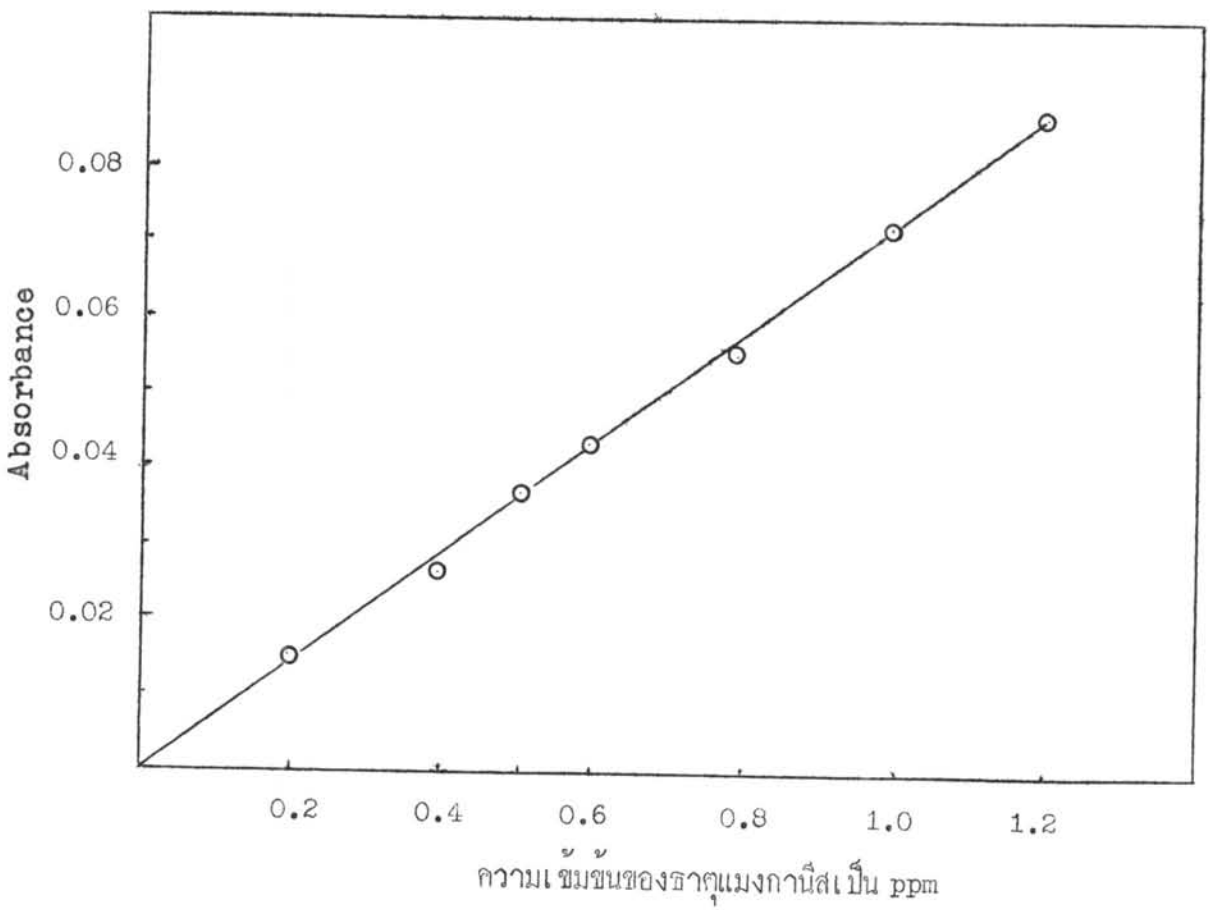


รูปที่ 4 ก. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของธาตุแมกนีเซียม (ppm)

ข. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความข้มข้นของธาตุสังกะสี (ppm)



รูปที่ 5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของธาตุเหล็ก (ppm)



รูปที่ 6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของธาตุแมงกานีส(ppm)

3.7.4 วิธีสกัดธาตุแมงกานีส สังกะสี และเหล็กจากตัวอย่างดิน

ชั่งตัวอย่างดินที่เตรียมไว้แล้วจาก 3.1 มาให้ทราบน้ำหนักแน่นอน(5.0 กรัม) ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มิลลิลิตร เติมสารละลายที่เตรียมได้จาก 3.7.1.ข. ลงไป 25 มิลลิลิตร เพื่อสกัดเอาธาตุแมงกานีส สังกะสี และเหล็กออกจากดิน โดยเขย่าหรือคนด้วย Magnetic stirrer เป็นเวลาประมาณ 30 นาที แล้วกรองเอาส่วนที่ไม่ละลายออกด้วยกระดาษกรอง Whatman # 42 ล้างตะกอนด้วยสารละลายที่ใช้สกัดแล้วทำให้สารละลายที่กรองได้เป็น 50 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐาน ด้วยสารละลายที่ใช้สกัดเช่นเดียวกัน

นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุแมงกานีส สังกะสี และเหล็กด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer โดยการจัดเครื่องให้มีสภาวะเช่นเดียวกันกับของสารละลายมาตรฐานดังแสดงในตารางที่ 2 ค่า Absorbance ที่วัดได้ นำไปอ่านจากกราฟมาตรฐาน ตามรูปที่ 4ข , 5 , และ 6