

บทที่ 4

การทดลอง



4.1 การหาปริมาณธาตุอาหารพืชโดยวิธีทางเคมี

กรเตรียมตัวอย่างบู่ : บู่ยอนินทรีย์ที่ใช้ในการทดลองเป็นบู่ทางการค้าเกรดต่าง ๆ กัน นำมาบดให้ละเอียดด้วยเครื่องบดไฟฟ้าจนเป็นเนื้อเดียวกัน และอบที่อุณหภูมิ $60 - 70^{\circ} \text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เก็บไว้ในภาชนะปิดและเก็บไว้ในเตลิกเคเตอร์

4.1.1 การหาปริมาณไนโตรเจน

4.1.1.1 สารเคมีที่ใช้

4.1.1.1.1 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ชั้น 50 เปอร์เซ็นต์ : ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์หนัก 500 g ละลายในน้ำกลั่น 500 cm^3

4.1.1.1.2 สารละลายกรดบอริกชั้น 4 เปอร์เซ็นต์ : ชั่งกรดบอริก 4 g. ละลายในน้ำกลั่น 960 cm^3

4.1.1.1.3 สารละลายเมทิล เรด อินดิเคเตอร์ : ชั่งเมทิล เรด อินดิเคเตอร์ 0.2 g ละลายด้วย 95% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ จนมีปริมาตร 100 cm^3 และกรอง

4.1.1.1.4 สารละลายอินดิเคเตอร์ผสม (mixed indicator) : ชั่งเมทิล เรด 0.2 g และเมทิลีน บลู 0.1 g ละลายด้วย 95% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ จนกระทั่งมีปริมาตร 200 cm^3 และกรอง

4.1.1.1.5 สารละลายกรดซัลฟูริกชั้น 0.1 M : บีเปตกรดซัลฟูริกเข้มข้น (A.R. เกรด) 5.44 cm^3 ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 250 cm^3 เติมน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร จากนั้นนำสารละลายกรดซัลฟูริกที่ได้ไปหาความเข้มข้นที่แน่นอนโดยไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ชั้น 0.1 M

4.1.1.1.6 โลหะผสมของดีวาคา (50%Cu, 45%Al, 5%Zn)

4.1.1.1.7 แมกนีเซียมออกไซด์ที่ปราศจากคาร์บอน

4.1.1.1.8 ตับวัว (Jack bean meal)

4.1.1.2 เครื่องมือ

เครื่องมือกลั่น

4.1.1.3 วิธีการทดลอง

4.1.1.3.1 การหาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน (NH_4^+-N) : ซึ่งตัวอย่างปุ๋ยอย่างละเยียดประมาณ 0.3 - 0.5 g ใส่ลงในขวดกลั่นขนาด 800 cm^3 เติมน้ำกลั่นประมาณ 300 cm^3 และแมกนีเซียมออกไซด์ประมาณ 3 g เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ชั้น 50 เปอร์เซ็นต์จำนวน 30 cm^3 กลั่นกาซแอมโมเนียลงไปนสารละลายของกรดบอริกจำนวน 50 cm^3 ซึ่งมีสารละลายอินดิเคเตอร์ผสม 1 cm^3 จนกระทั่งได้สารละลายทั้งหมดประมาณ 250 cm^3 นำสารละลายที่กลั่นได้มาไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริก 0.1 M ในการทดลองต้องทำตัวเปรียบเทียบ (blank) โดยกลั่นหาแอมโมเนียในน้ำกลั่นที่ใช้ทำการทดลองควบคู่ไปทุกครั้ง คำนวณหาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนจากกรดซัลฟูริกที่ใช้ในการไตเตรต

4.1.1.3.2 การหาปริมาณไนเตรตไนโตรเจน (NO_3^--N) : นำสารละลายที่เหลือจากการกลั่นจาก 4.1.1.3.1 ทำให้เย็น จากนั้นเติมโลหะผสมของดีวาตาประมาณ 3 g ล้างด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อยต่อขวดกลั่นเข้ากับเครื่องกลั่น และทำการทดลองต่อไปเช่นเดียวกับ 4.1.1.3.1

4.1.1.3.3 การหาปริมาณยูเรียไนโตรเจน (urea - N) : ซึ่งตัวอย่างปุ๋ยอย่างละเยียดประมาณ 0.3 - 0.5 g. ใส่ลงในขวดกลั่นเติมน้ำกลั่น 300 cm^3 แล้วสะเทินด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ให้ pH ประมาณ 5.6 - 5.8 โดยใช้เมทิล เรด เป็นอินดิเคเตอร์ จากนั้นเติมยูเรียเอส (ในที่นี้ใช้ตัวรวบค) ประมาณ 0.2 g. เพื่อไฮโดรไลซ์ยูเรียให้เป็นแอมโมเนียมคาร์บอเนต ปิดขวดกลั่นด้วยจุกยาง ย่อยสารละลายนั้นอ่างน้ำร้อนประมาณ 40 - 45° c เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 50 เปอร์เซ็นต์ 30 cm^3 ต่อขวดกลั่นเข้ากับเครื่องกลั่นและทำการทดลองเช่นเดียวกับ 4.1.1.3.1 ไนโตรเจนที่วิเคราะห์ได้เป็นผลรวมระหว่างแอมโมเนียมไนโตรเจนกับยูเรียไนโตรเจน นำค่าแอมโมเนียมไนโตรเจนซึ่งวิเคราะห์ได้จาก 4.1.1.3.1 มาลบออกที่เหลือจะเป็นยูเรียไนโตรเจน

4.1.2 การหาปริมาณฟอสฟอรัส

4.1.2.1 สารเคมีที่ใช้

4.1.2.1.1 กรดคัลอริก เข้มข้น (A.R. เกรด)

4.1.2.1.2 กรดไนตริกเข้มข้น (A.R. เกรด)

4.1.2.1.3 สารละลายแอมโมเนียมวานาโดมolibเดต : ละลายแอมโมเนียม เมตาวานาเดต (NH_4VO_3) 1.12 g. ในน้ำผสมกับสารละลายซึ่งมีแอมโมเนียมโมลิบเดต $\{(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\}$ อยู่ 27 g. เติมกรดไนตริกเข้มข้น 250 cm^3 ลงไปในสารละลายนี้แล้วทำให้มีปริมาตร 1 dm^3 ในขวดมาตรฐานด้วยน้ำกลั่น

4.1.2.1.4 สารละลายสะเทินแอมโมเนียมซีเตรต : ละลายกรดซิตริก 370 g ในน้ำ 1.5 dm^3 แล้วสะเทินโดยการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 345 cm^3 ปรับ pH ของสารละลายให้มีความใกล้เคียง 7 โดยใช้สารละลายกรดซิตริก pH 7

4.1.2.1.5 สารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส : ชั่ง KH_2PO_4 (อบที่อุณหภูมิ 105°C , 2 ชั่วโมง)หนัก 4.3936 g. ละลายน้ำกลั่นแล้วทำให้มีปริมาตร 1 dm^3 ในขวดมาตรฐานจะได้สารละลายมาตรฐานของธาตุฟอสฟอรัสเข้มข้น 1000 ppm. (1 mgP/cm^3) ปิเปตสารละลายนี้มา 25 cm^3 แล้วเติมน้ำกลั่นให้ครบ 500 cm^3 ในขวดมาตรฐาน จะให้สารละลายมาตรฐาน 0.05 mgP/cm^3

4.1.2.2 เครื่องมือ

สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ของคอลแมนจูเนียร์ II 6/35

4.1.2.3 วิธีทดลอง

4.1.2.3.1 การหาปริมาณ P_2O_5 ทั้งหมด

1. การย่อย (wet digestion) : ชั่งตัวอย่างให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 0.3 - 0.5 g. ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 150 cm^3 เติมกรดผสมระหว่างกรดคลอริก และกรดไนตริก (1+1) 15 cm^3 ต้มสารละลายให้เดือดจนกระทั่งได้สารละลายและตะกอนสีขาวและเกิดครันสีขาวขึ้นในขวด ปล่อยให้เกิดครันต่อไปอีก 10 นาที ทิ้งไว้ให้เย็นและเจือจางด้วยน้ำกลั่นในขวดมาตรฐานขนาด 250 cm^3

2. การทำกราฟมาตรฐานของธาตุฟอสฟอรัส : นำสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัสที่เตรียมได้จาก 4.1.2.1.5 ซึ่งมีความเข้มข้น 0.05 mgP/cm^3 มาเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน โดยปิเปตมา 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 และ 6.0 cm^3 ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 50 cm^3 นำสารละลายมาตรฐานแต่ละขวดมาเติมสารละลายโมลิบเดตจาก 4.1.2.1.3 5 cm^3 แล้วทำให้ครบปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จะได้สารละลายที่มีสีเหลืองซึ่งมีความเข้มข้น

ของฟอสฟอรัส 1 - 6 ppm. ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที แล้วนำสารละลายที่ได้ไปวัด absorbance ที่ความยาวคลื่น 420 nm ด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

3. การหาปริมาณ P_2O_5 ทั้งหมดในตัวอย่าง : ปิเปตสารละลายที่ย่อยแล้วจากข้อ 1 มา 1 - 5 cm^3 ขึ้นอยู่กับปริมาณฟอสฟอรัสในตัวอย่างใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 50 cm^3 เติมสารละลายโมลิบเดต 5 cm^3 แล้วทำให้ครบปริมาตรด้วยน้ำกลั่น และทำการทดลองต่อไปเช่นเดียวกับข้อ 1 และคำนวณหาปริมาณ P_2O_5 ทั้งหมดจากเส้นกราฟมาตรฐานที่ได้จากข้อ 2

4.1.2.3.2 การหาปริมาณ P_2O_5 ที่ละลายน้ำ : ชั่งตัวอย่างให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 1 g. ละลายด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 250 cm^3 ในขวดมาตรฐานและกรองปิเปตสารละลายนี้ประมาณ 10 - 50 cm^3 ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 cm^3 นำไปย่อยด้วยกรดและหาปริมาณ P_2O_5 ที่ละลายน้ำเช่นเดียวกับ 4.1.2.3.1

4.1.2.3.3 การหาปริมาณ P_2O_5 ที่ไม่ละลายในสารละลายสะเทินแอมโมเนียมซีเตรต : ชั่งตัวอย่างให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 1 g. ใส่ลงในกระดาษกรองขนาด 12.5 cm^3 ล้างตัวอย่างด้วยน้ำกลั่นประมาณ 250 cm^3 หลังจากล้างฟอสฟอรัสที่ละลายน้ำแล้ว นำกระดาษกรองและกากที่เหลือใส่ลงในขวดรูปกรวยซึ่งมีสารละลายสะเทินแอมโมเนียมซีเตรตอยู่ 100 cm^3 ต้มให้ร้อนประมาณ 60° c เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปิดจุกขวดและเขย่าจนกระดาษชุ่ม กรองกากที่เหลือทั้งหมดและนำไปย่อยและหาปริมาณของฟอสฟอรัสตาม 4.1.2.3.1

4.1.2.3.4 การหาปริมาณ P_2O_5 ที่เป็นประโยชน์ต่อพืช : นำค่า P_2O_5 ที่ได้จาก 4.1.2.3.1 ลบด้วย P_2O_5 จาก 4.1.2.3.3 ผลลัพธ์ที่ได้คือ P_2O_5 ที่เป็นประโยชน์ต่อพืช

4.1.3 การหาปริมาณโพแทสเซียม

4.1.3.1 สารเคมีที่ใช้

4.1.3.1.1 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (A.R. เกรด)

4.1.3.1.2 สารละลายซัพเพรสเซอร์ (suppressor solution) : ละลายแคลเซียมคาร์บอเนต (A.R. เกรด) 12.5 g. ด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อย เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 105 cm^3 ต้มประมาณ 30 นาที ทำให้เย็นเจือจางด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากอิออน (deionized water) จนมีปริมาตร 1 dm^3

4.1.3.1.3 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม : ซึ่งโพแทสเซียมคลอไรด์ 1.907 g. ละลายด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1 dm³ ในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายของโพแทสเซียม 1000 ppm หรือ 1 mgK/cm³ ปิเปตสารละลายนี้มา 25 cm³ เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 500 cm³ ในขวดมาตรฐาน ซึ่งจะมีความเข้มข้น 0.05 mgK/cm³

4.1.3.2 เครื่องมือ

เฟลมโฟโตมิเตอร์ของคอร์นิงโมเดล 400

4.1.3.3 วิธีการทดลอง

4.1.3.3.1 การทำกราฟมาตรฐานของธาตุโพแทสเซียม : ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (0.05 mgK/cm³) มาจำนวนหนึ่ง (5 - 40 cm³) ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 100 cm³ เติมสารละลายซีฟเฟรสเซอร์ 10 cm³ ทำให้สารละลายเจือจางด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากอิออนจนมีปริมาตร 100 cm³ ซึ่งจะได้สารละลายมาตรฐานที่มีปริมาณธาตุโพแทสเซียม 2.5, 5, 10, 15 และ 20 ppm นำไปวัดสัญญาณไฟฟ้าด้วยเฟลมโฟโตมิเตอร์โดยปรับให้สารละลายที่มีความเข้มข้น 20 ppm อ่านสัญญาณไฟฟ้าได้ 100 หน่วยสัมพัทธ์ และ blank (ความเข้มข้นของโพแทสเซียมเป็นศูนย์) อ่านที่ศูนย์ เขียนกราฟมาตรฐานของธาตุโพแทสเซียม

4.1.3.3.2 การหาปริมาณโพแทสเซียมที่ละลายน้ำ : ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของตัวอย่าง (0.3 - 0.5 g) ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 500 cm³ เขย่าให้เข้ากันและกรอง ปิเปตสารละลายนี้มา 5 - 10 cm³ ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 100 cm³ เติมสารละลายซีฟเฟรสเซอร์ 10 cm³ แล้วทำให้สารละลายเจือจางด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากอิออนจนครบปริมาตร นำสารละลายที่ได้ไปวัดหาปริมาณโพแทสเซียมจากเฟลมโฟโตมิเตอร์ โดยคำนวณจากกราฟมาตรฐานของโพแทสเซียม

4.1.3.3.3 การหาปริมาณโพแทสเซียมทั้งหมด : ชั่งตัวอย่างโดยละเอียดประมาณ 0.3 - 0.5 g ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 cm³ เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 cm³ และน้ำกลั่น 30 cm³ ต้มประมาณ 30 นาที ปล่อยให้แห้งให้เย็น ถ่ายสารละลายที่ได้ใส่ขวดมาตรฐานขนาด 500 cm³ เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนครบปริมาตรและกรอง ปิเปตสารละลายนี้มา 5 - 10 cm³ ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 100 cm³ เติมสารละลายซีฟเฟรสเซอร์ 10 cm³ จากนั้นทำการทดลองต่อไปเช่นเดียวกับ 4.1.3.3.2

4.1.4 การหาปริมาณกำมะถันทั้งหมด

4.1.4.1 สารเคมีที่ใช้

4.1.4.1.1 สารละลายแบเรียมคลอไรด์ 10 เปอร์เซ็นต์ : ละลาย $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (A.R. เกรด) 100 g ด้วยน้ำกลั่น 900 cm^3 กรองผ่านกระดาษกรอง

4.1.4.1.2 กรดไนตริกเข้มข้น (A.R. เกรด)

4.1.4.1.3 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (A.R. เกรด)

4.1.4.1.4 สารละลายซิลเวอร์ไนเตรตชั้น 1 เปอร์เซ็นต์

4.1.4.2 เครื่องมือ

เตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูง

4.1.4.3 วิธีการทดลอง

ชั่งตัวอย่างอย่างละเอียดประมาณ 1 g ใส่ลงในปิกรอร์ขนาด 250 cm^3 เติมกรดไนตริกเข้มข้น 15 cm^3 เขย่าให้เข้ากันตั้งบน hot plate จนสารละลายเดือดและปริมาตรลดลง $1 - 2 \text{ cm}^3$ เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 cm^3 และน้ำกลั่น 50 cm^3 ต้มสารละลายจนเกือบแห้ง เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 cm^3 และน้ำกลั่น 50 cm^3 ต้มสารละลายให้เดือด 5 นาทีและกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 ต้มสารละลายที่กรองได้ให้เดือดและเติมสารละลายแบเรียมคลอไรด์ประมาณ $15 - 20 \text{ cm}^3$ อุ้้นตะกอนที่ได้ประมาณ 1 ชั่วโมงตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

เตรียมถ้วยหลอมกระเบื้อง (porcelain crucible) โดยเผาที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์และชั่ง จากนั้นกรองตะกอนด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนจนกระทั่งน้ำล้างตะกอนไม่มีคลอไรด์ (โดยการทดสอบด้วยซิลเวอร์ไนเตรต 1 เปอร์เซ็นต์) นำตะกอนพร้อมกระดาษกรองใส่ลงในถ้วยหลอมกระเบื้อง อบให้แห้งและเผาที่ 800°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นในเดสิคเคเตอร์แล้วชั่ง ให้น้ำหนักของถ้วยหลอมกระเบื้องออก น้ำหนักที่เหลือจึงเป็นน้ำหนักของตะกอน BaSO_4 คำนวณหาปริมาณของกำมะถันทั้งหมดจากน้ำหนักตะกอน BaSO_4

4.1.5 การหาปริมาณคลอรีนทั้งหมด

4.1.5.1 สารเคมีที่ใช้

4.1.5.1.1 สารละลายมาตรฐานโซเดียมคลอไรด์ชั้น 0.1 M : ละลายโซเดียมคลอไรด์ (A.R. เกรด, อบที่อุณหภูมิ 105°C 2 ชั่วโมง) 0.5850 g. ในน้ำกลั่น และทำให้ปริมาตร 100 cm^3 ในขวดมาตรฐาน

4.1.5.1.2 สารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรตชั้น 0.1 M : ละลายซิลเวอร์ไนเตรต (A.R. เกรด, อบที่อุณหภูมิ 105°C 2 ชั่วโมง) 16.9870 g. ในน้ำกลั่นและทำให้มีปริมาตร 1 dm^3 ในขวดมาตรฐานและไตเตรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมคลอไรด์ชั้น 0.1 M

4.1.5.1.3 สารละลายมาตรฐานบัฟเฟอร์ pH 4.0 และ pH 7.0

4.1.5.2 เครื่องมือ

4.1.5.2.1 แมกเนติก สเตอโร

4.1.5.2.2 pH มิเตอร์ HM - 20A TOA ELECTRIC LTD ซึ่งมีทั้งสเกล pH และสเกล mV พร้อมทั้งแกลสอิเล็กโตรดและอิเล็กโตรดอ้างอิง

4.1.5.2.3 ซิลเวอร์อิเล็กโตรดของเบคแมน

4.1.5.3 วิธีการทดลอง

1. ชั่งตัวอย่างให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 1 g ละลายด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 250 cm^3 ในขวดมาตรฐานและกรอง ปิดเตสารละลายที่ได้ประมาณ $10 - 50\text{ cm}^3$ (ขึ้นอยู่กับปริมาณของคลอไรด์ในตัวอย่าง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 400 cm^3 เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 250 cm^3

2. สแตนด์การ์ดไคซ์ pH มิเตอร์ โดยใช้สารละลายมาตรฐานบัฟเฟอร์ pH 4.0 และ pH 7.0 โดยใช้สเกล pH ปรับปุ่ม pH มิเตอร์ให้ได้ค่า pH ตามสารละลายมาตรฐานบัฟเฟอร์ที่ระบุไว้

3. การหาปริมาณคลอรีนในตัวอย่างปุ๋ย โดยจุ่มอิเล็กโตรดทั้งสอง (แกลสอิเล็กโตรด และซิลเวอร์อิเล็กโตรด) ลงในบีกเกอร์ของสารละลายตัวอย่างจากข้อ 1 และใส่แท่งแม่เหล็กลงในบีกเกอร์และวางบนแมกเนติกสเตอโรไตเตรตสารละลายในบีกเกอร์ด้วยสารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรต 0.1 M อ่านค่า mV ทุกครั้งที่เติมไตเตรตลงไป โดยครั้งแรกค่อย ๆ เติมไตเตรตครั้งละ 1 cm^3 เมื่อใกล้จุดยุติเติมครั้งละ 0.1 cm^3 ในการทดลองต้องไตเตรตหาปริมาณ



ของคลอรีนในน้ำกลั่นที่ใช้ทำการทดลองด้วย

4. หาจุดยุติของการไตเตรดโดยเขียนกราฟระหว่างปริมาตรของไตเตรนที่เติมลงไปกับค่า mV ที่อ่านได้ จุดที่มีการเปลี่ยนแปลงหรือมีความลาดมากที่สุดคือจุดยุติ ในบางตัวอย่างอาจมีการเปลี่ยนแปลงจุดยุติไม่ชัดเจนหรือได้ค่าที่ไม่แน่นอน การหาจุดยุติทำได้โดยการเขียนกราฟระหว่างค่า mV ที่เปลี่ยนแปลงต่อการเปลี่ยนแปลงของปริมาตร ($\Delta mV/\Delta v$) กับปริมาตรของไตเตรน จุดที่มีการเปลี่ยนแปลงมากที่สุดคือจุดยุติ คำนวณหาปริมาณคลอรีนในตัวอย่างจากปริมาณของไตเตรนที่จุดยุติ

4.1.6 การหาปริมาณแคลเซียมและแมกนีเซียมทั้งหมด

4.1.6.1 สารเคมีที่ใช้

4.1.6.1.1 กรดคลอริก [redacted] เข้มข้น (A.R. เกรด)

4.1.6.1.2 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (A.R. เกรด)

4.1.6.1.3 กรดไนตริกเข้มข้น (A.R. เกรด)

4.1.6.1.4 สารละลายซีฟเฟรสเซอร์ ละลายสทรอนเซียม (II)คลอไรด์ ($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)

60.9 g. ในน้ำกลั่นที่ปราศจากไอออนและเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (1+1) 420 cm^3 และเติมน้ำกลั่นที่ปราศจากไอออนจนมีปริมาตร 1 dm^3 ในขวดมาตรฐาน

4.1.6.1.5 สารละลายมาตรฐานแคลเซียม : ชั่งแคลเซียมคาร์บอเนต (A.R. เกรด, อบที่อุณหภูมิ 105 $^{\circ}$ c, 2 ชั่วโมง) หนัก 2.495 g. ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 20 cm^3 เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร 1 dm^3 ในขวดมาตรฐาน สารละลายนี้มีความเข้มข้นของแคลเซียม 1000 ppm (1 $mgCa/cm^3$) ปิเปตสารละลายนี้ 25 cm^3 แล้วทำให้มีปริมาตร 500 cm^3 ซึ่งจะมี ความเข้มข้น 0.05 $mgCa/cm^3$

4.1.6.1.6 สารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม ชั่งแมกนีเซียมซัลเฟต (A.R. เกรด, อบที่ 105 $^{\circ}$ c, 2 ชั่วโมง) 10.138 g. นำมาละลายน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 1 dm^3 ในขวดมาตรฐานจะได้สารละลายมีความเข้มข้น 1 $mgMg/cm^3$ ปิเปตสารละลายนี้มา 25 cm^3 ละลายน้ำกลั่นให้มี ปริมาตร 500 cm^3 ในขวดมาตรฐาน สารละลายนี้มีความเข้มข้น 0.05 $mgMg/cm^3$

4.1.6.2 เครื่องมือ

อะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ของ เปอกิน-เอลเมอ 290 B ซึ่งมีทั้งแคลเซียมและแมกนีเซียม ฮอลโล แคโทด แลมป์

4.1.6.3 วิธีการทดลอง

4.1.6.3.1 การทำกราฟมาตรฐานของแคลเซียมและแมกนีเซียม : ปิเปตสารละลายมาตรฐานของแคลเซียมซึ่งมีความเข้มข้น 0.05 mg Ca/cm^3 มาจำนวนหนึ่ง (4, 8, 12, 16 และ 20 cm^3) ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 100 cm^3 เติมสารละลายสทรอนเซียม (II) คลอไรด์ 10 cm^3 และเจือจางด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากอ็อกซิเจนจนครบปริมาตร จะได้สารละลายมาตรฐานแคลเซียมมีความเข้มข้น 2, 4, 6, 8 และ 10 ppm นำสารละลายเหล่านี้ไปวัดค่า absorbance จากเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งมี แคลเซียม ฮอลโล แคโทด แลมป์ ที่ความยาวคลื่น 423 nm เขียนกราฟระหว่าง absorbance กับความเข้มข้น (ppm) ของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม

การเขียนกราฟมาตรฐานของแมกนีเซียมก็เช่นเดียวกัน โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียมที่มีความเข้มข้น 1, 2, 3, 4 และ 5 ppm และใช้แมกนีเซียม ฮอลโล แคโทด แลมป์ แทน และวัด absorbance ที่ความยาวคลื่น 285 nm

4.1.6.3.2 การหาปริมาณแคลเซียมและแมกนีเซียมทั้งหมดจากตัวอย่าง : ปิเปตสารละลายที่ได้จากการย่อยตัวอย่างด้วยกรดผสมระหว่างกรดคลอริก และกรดไนตริก (1+1) ซึ่งทำการทดลองเช่นเดียวกับ 4.1.2.3.1 มาประมาณ 5 - 10 cm^3 ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 100 cm^3 เติมสารละลายสทรอนเซียม (II) คลอไรด์ 10 cm^3 และเจือจางด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากอ็อกซิเจนจนครบปริมาตร วัดค่า absorbance จากเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่สภาวะเช่นเดียวกับ 4.1.6.3.1 คำนวณหาปริมาณแคลเซียมและแมกนีเซียมจากกราฟมาตรฐาน

4.2 การวิเคราะห์ปุ๋ยผสมทางคุณภาพโดยเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชันและดิฟแฟรกทอเมตรี

4.2.1 สารเคมีที่ใช้

4.2.1.1 สารมาตรฐานที่เป็นสารประกอบในปุ๋ยผสมหรือใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตปุ๋ยได้แก่ $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, NH_4NO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, NH_4Cl , $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$, CaHPO_4 , $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, KCl , K_2SO_4 , KNC_3 และ $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{MgSO}_4$

4.2.1.2 สารละลายที่ใช้ในการล้างฟิล์มได้แก่ developer, stop bath และ fixer

4.2.2 เครื่องมือ

4.2.2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการถ่ายภาพด้วยกล้องผลึกผง

4.2.2.1.1 กล้องผลึกผงกึ่งเนียร์-เฮกซ์ XDC-700 ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

เส้นผ่าศูนย์กลางที่บรรจุฟิล์ม	100	mm
ค่าคงที่ของกล้อง, k	0.28600	องศา/mm
ค่ามุมของแบรกก์, θ	0.28600(S-S ₀)	องศา
รังสีที่ใช้ CuK α (1), $\lambda = 1.54051$ Å มี Ni เป็นฟิลเตอร์		
ขนาดของฟิล์ม ฟิล์มฉายหน้าเดียวขนาด	2 x 18	cm
รายละเอียดและการจัดกล้องแสดงดังรูปที่ 4.1		

4.2.2.1.2 Nonius microdensitometer model I

4.2.2.1.3 เครื่องทำสเกลบนฟิล์มของ IRDAB

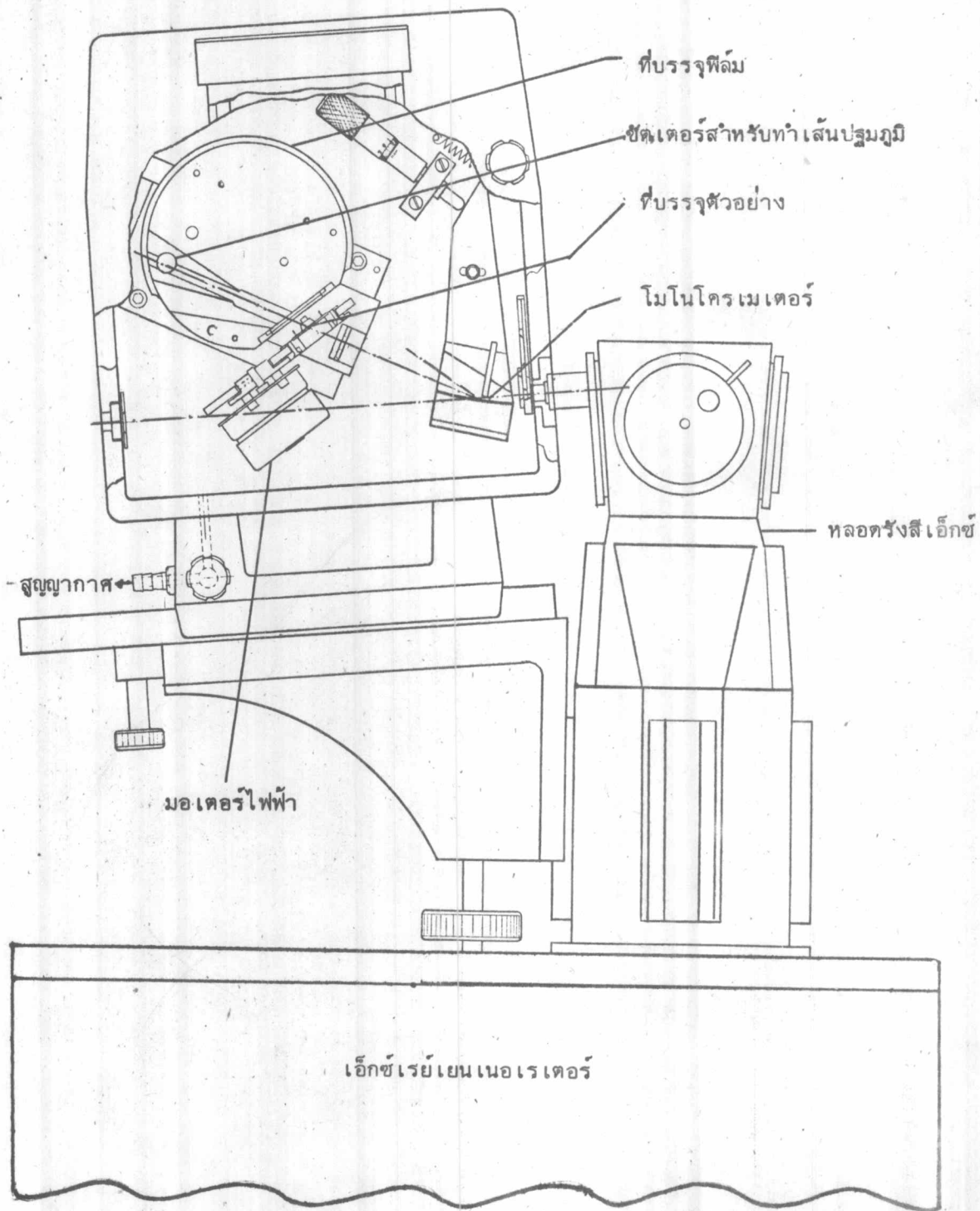
4.2.2.1.4 กล้องขยายสำหรับวัดตำแหน่งของดิฟแฟรคเตดไลน์

4.2.2.1.5 เอ็กซ์เรย์เอนเนอเรเตอร์ PW 1010

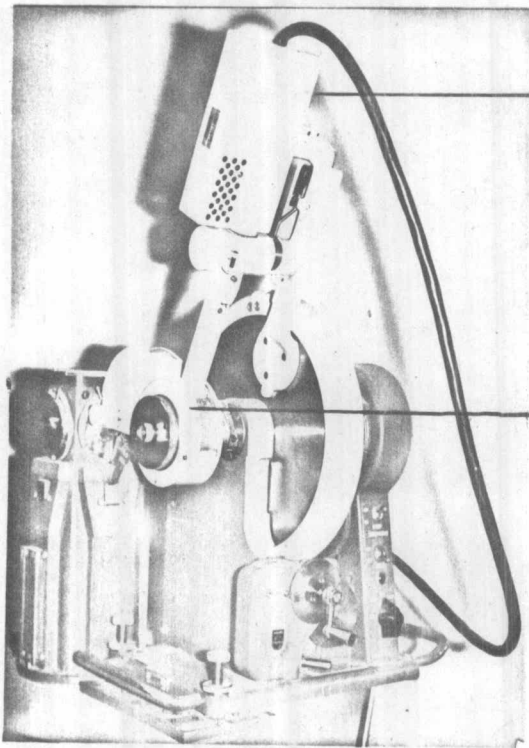
4.2.2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองเกี่ยวกับเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคทอเมตรี : มีส่วนประกอบคือ ดิฟแฟรคทอเมตรีซึ่งประกอบด้วยโกนอิอเมตรี PW 1050 ... และไกเกอร์เคาน์เตอร์ PW 1963, เอ็กซ์เรย์เอนเนอเรเตอร์ PW 1009, ระบบวงจรไฟฟ้า PW 1051 และเครื่องบันทึกสเปกตรัม PR 2262A ส่วนประกอบเหล่านี้แสดงดังรูปที่ 4.2 รังสีที่ใช้คือ CoK α $\lambda = 1.78890$ Å โดยมีเหล็กเป็นฟิลเตอร์ โคอะแกรมสำหรับติดตั้งเครื่องมือแสดงดังรูปที่ 4.3

4.2.3 วิธีการทดลอง

4.2.3.1 การเตรียมตัวอย่างปุย ตัวอย่างปุยที่นำมาใช้วิเคราะห์ทางคุณภาพจะใช้ตัวอย่างซึ่งบดอย่างละเอียดแล้วมาใช้ในการวิเคราะห์โดยตรงโดยไม่ผ่านการอบ เพราะความร้อนจะทำให้สารประกอบบางตัวเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผลึกหรืออาจเกิดการสลายตัว แต่ตัวอย่างปุยบางตัวอย่างมีสารประกอบซึ่งดูดความชื้นได้ดีผสมอยู่ ทำให้การทดลองยุ่งยากจึงจำเป็นต้องอบที่อุณหภูมิ 60 - 70° เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



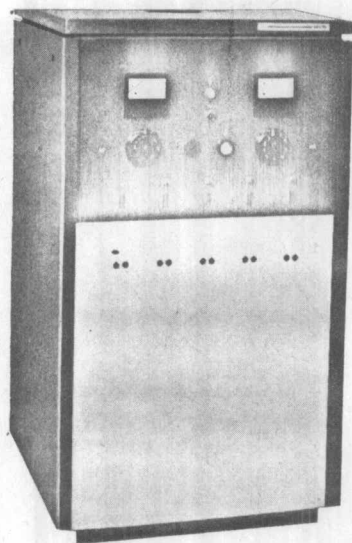
รูปที่ 4.1 กล้องผลึกผงคิเนียร์-เฮกท์ XDC-700 และการจัดเครื่องมือ



โกเกอร์เตาดีเตอร์

โกนีออมิเตอร์

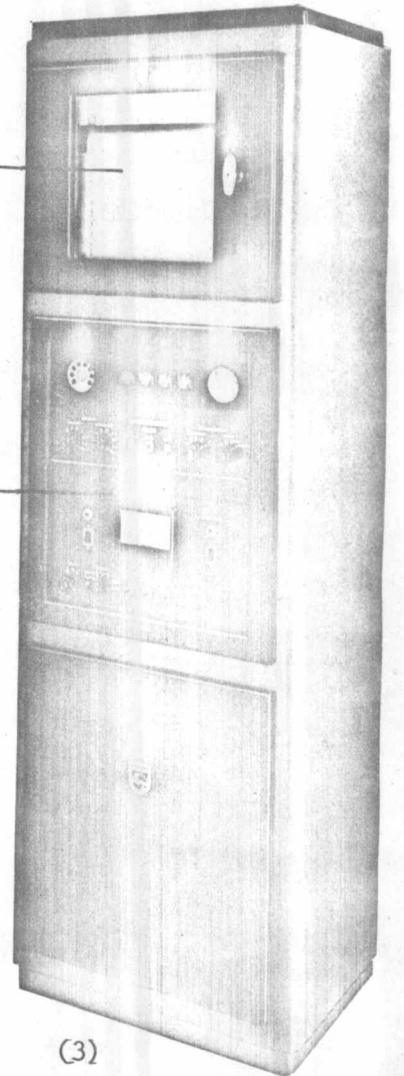
(1) ดิฟแฟรกทอมิเตอร์



(2) เอ็กซ์เรย์เยนเนอเรเตอร์ PW1009

เครื่องบันทึก
สเปกตรัม

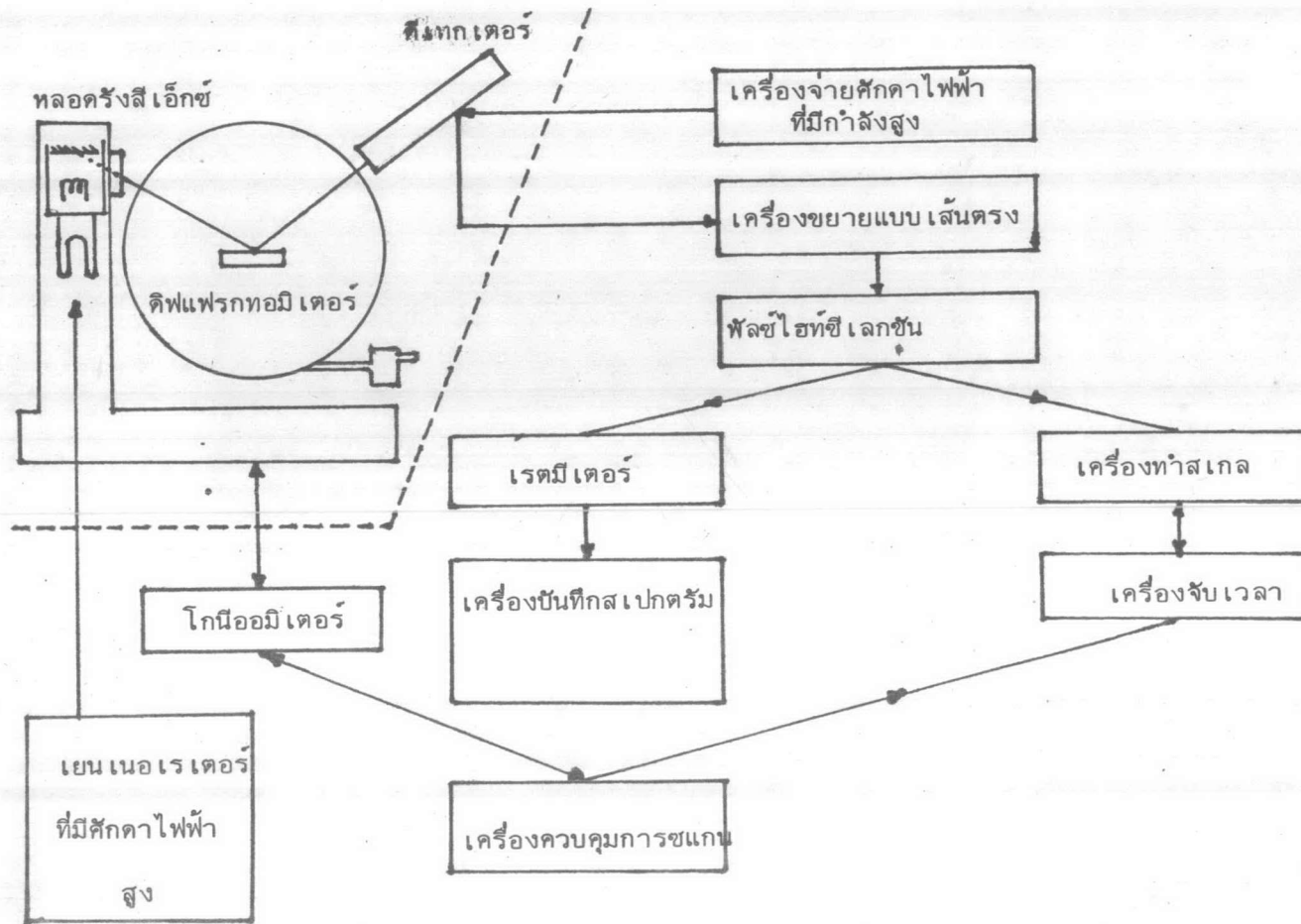
จวงจรไฟฟ้า



(3)

รูปที่ 4.2 ส่วนประกอบของเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกทอมิเตอร์ - (1) ดิฟแฟรกทอมิเตอร์

(2) เอ็กซ์เรย์เยนเนอเรเตอร์ (3) วงจรไฟฟ้าและเครื่องบันทึกสเปกตรัม



รูปที่ 4.3 ไตอะแกรมสำหรับติดตั้งเครื่อง เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกทอมิเตอร์

4.2.3.2 การวิเคราะห์ทางคุณภาพของปุ๋ยผสมด้วยกล้องกีเเนียร์-เฮกท์

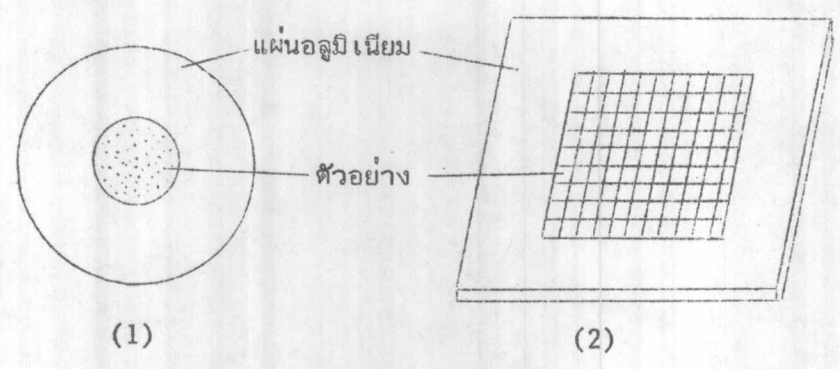
1. นำสารมาตรฐานที่ใช้เป็นสารประกอบในปุ๋ยผสมหรือเป็นสารตั้งต้นในการผลิตปุ๋ยบดให้ละเอียดและใส่บนที่บรรจุตัวอย่าง ซึ่งทำด้วยแผ่นอลูมิเนียมบาง ๆ มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 20 mm ซึ่งเจาะรูตรงกลางมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 mm และติดด้วยกระดาษขาวซึ่งไม่ดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (ดังรูปที่ 4.4) เคลี่ยตัวอย่างให้ติดบนกระดาษพอสสมควร นำที่บรรจุตัวอย่างไปวางบนตำแหน่งที่บรรจุตัวอย่าง (ดังรูปที่ 4.2)

2. ตัดฟิล์มให้ได้ขนาด 2 x 18 cm วางบนตำแหน่งที่บรรจุฟิล์ม โดยให้ด้านที่เคลือบสารเคมีอยู่ด้านใน (การใส่หรือถอดฟิล์มจะต้องกระทำในท้องมืด) นำที่บรรจุฟิล์มไปวางยังตำแหน่งที่บรรจุฟิล์ม ทำให้เกิดเส้นปฐมภูมิ(S₀) โดยการให้รังสีเอ็กซ์ผ่านชุดเตอรสำหรับทำเส้นปฐมภูมิในช่วงของเลี้ยววินาที จากนั้นปิดชุดเตอรและฝาครอบกล้อง ดูดอากาศออกจากกล้องโดยใช้ปั๊มซึ่งทำให้เกิดความดันภายในกล้องประมาณ 1 kp/cm² เปิดมอเตอร์ไฟฟ้าเพื่อทำให้แผ่นอลูมิเนียมที่บรรจุตัวอย่างหมุนด้วยความเร็ว 1 รอบ/นาที เพิ่มกำลังของหลอดรังสีเอ็กซ์จากเอ็กซ์เรย์เอนเนอเรเตอร์ให้เป็น 34 Kv และ 20 mA และใช้เวลาถ่ายภาพประมาณ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง 28° c

3. นำฟิล์มที่ถ่ายภาพแล้วไปทำให้เกิดสเกลบนฟิล์มด้วยเครื่องทำสเกล โดยใช้เวลาถ่ายภาพสเกลประมาณ 3 วินาที ล้างฟิล์มในท้องมืดซึ่งมีอุณหภูมิประมาณ 25 - 27° c โดยล้างฟิล์มใน developer 5 นาที , stop bath 30 วินาที และแช่ทิ้งไว้ใน fixer อย่างน้อย 15 นาที ล้างฟิล์มในน้ำสะอาดโดยแช่ทิ้งไว้อย่างน้อย 1 ชั่วโมง ในกรณีที่ใช้ฟิล์มซึ่งเคลือบสองหน้า ต้องชูดเอาด้านนอกออกหลังจากล้างด้วยน้ำสะอาดแล้ว ผึ่งลมให้ฟิล์มแห้ง

4. นำฟิล์มที่แห้งแล้วไปวัดตำแหน่งของ S และ S₀ โดยใช้เครื่องวัดซึ่งตัดแปลงจากเครื่องวัด-ขยายรูปธรรมดา บนฟิล์มมีสเกลอ่านละเอียดถึง 0.1 mm เมื่อฟิล์มผ่านเครื่องวัดแล้วสเกลขยายอ่านได้ละเอียดถึง 0.01 mm จากตำแหน่งของ S และ S₀ นำไปคำนวณหาระยะระหว่างระนาบ, d จากตารางซึ่งแปรค่า S - S₀ เป็นค่า d และวัดความเข้มของดิฟแฟรคเตคไลน์บนฟิล์มด้วยเครื่องวัดความเข้ม Nonius microdensitometer เปรียบเทียบค่า d และความเข้มสัมพันธ์ของดิฟแฟรคเตคไลน์แต่ละเส้นของสารมาตรฐานกับ PDF

5. นำปุ๋ยเกรดต่าง ๆ ซึ่งบดอย่างละเอียดแล้วไปถ่ายภาพด้วยกล้องกีเนียร์-เฮกท์ ซึ่งดำเนินการทดลองดังข้างต้น ในกรณีนี้ตัวอย่างปุ๋ยและสารตั้งต้นเป็นสารประกอบของไดแอมโมเนียม ฟอสเฟต การใช้กล้องกีเนียร์-เฮกท์ไม่ต้องใช้ระบบสูญญากาศ เพราะจะทำให้สารประกอบชนิดนี้สลายตัวไปเป็นโมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต เปรียบเทียบค่า d และความเข้มสัมพัทธ์ของตัวอย่างปุ๋ยกับสารมาตรฐาน ก็จะทราบได้ว่าปุ๋ยชนิดนั้น ๆ ประกอบด้วยสารประกอบอะไรบ้าง



รูปที่ 4.4 ที่บรรจุตัวอย่างของกล้องกีเนียร์-เฮกท์ (1) และดีฟแฟรกทอมิเตอร์ (2)

4.2.3.3 การวิเคราะห์ทางคุณภาพของปุ๋ยผสมด้วย เอ็กซ์เรย์ดีฟแฟรกทอมิเตอร์

1. นำสารมาตรฐานและตัวอย่างปุ๋ยที่ใช้วิเคราะห์เช่นเดียวกับ 4.2.3.1

บรรจุลงในที่บรรจุตัวอย่างซึ่งเป็นแผ่นอลูมิเนียมหนาประมาณ 2 mm และเจาะตรงกลางเป็นรูสี่เหลี่ยมผืนผ้ากว้าง 15 mm ยาว 25 mm (ดังรูปที่ 4.4) ปาดผิวหน้าให้เรียบและนำไปใส่ยังแกนของโกนอิมิตเตอร์ ปิดฝาครอบค้อย ๆ เพิ่มกำลังของหลอดรังสีเอ็กซ์ให้เป็น 30 Kv และ 15 mA

2. เริ่มชแกนมุม 2θ จาก 3° ถึง 70° โดยใช้อัตราเร็ว 2° 2θ/นาที ซึ่ง

จะชแกนอย่างคร่าว ๆ ในปุ๋ยบางตัวอย่างอาจจะแสดงตำแหน่งของพีคที่สำคัญ ๆ ได้ไม่ชัดเจน จึงต้องเลือกชแกนในช่วงมุม 2θ นั้น ๆ โดยใช้อัตราเร็ว 1/2° 2θ/นาที ความเข้มของพีคสามารถปรับให้สูงขึ้นหรือต่ำลงได้โดยใช้ค่า เรตมิเตอร์ (rate meter) และค่าคงที่ของเวลา (time constant) ถ้าปรากฏว่าแพทเทิร์นให้ความเข้มของพีคสูงให้ใช้ เรตมิเตอร์ 16 หน่วย และค่าคงที่ของเวลา 2 วินาที ซึ่งสามารถเขียนได้เป็น 16 x 2 ความเข้มปานกลางใช้สเกล 8 x 4 และความเข้มต่ำ ๆ ใช้สเกล 4 x 8

3. จากค่ามุม 2θ ของแต่ละพีคในสารตัวอย่างและสารมาตรฐานนำไปคำนวณค่า d จากตารางซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุม θ กับค่า d เปรียบเทียบค่า d และความเข้มสัมพัทธ์ของแต่ละพีคกับสารมาตรฐานซึ่งจะทำให้ทราบได้ว่าปุ๋ยผสมนั้น ๆ ประกอบด้วยสารประกอบอะไรบ้าง

4.3 การวิเคราะห์ปุ๋ยผสมโดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรสโคปี (XRF) เปรียบเทียบกับการวิเคราะห์ทางเคมี

การวิเคราะห์ปุ๋ยผสมโดยใช้วิธี XRF สามารถทำการวิเคราะห์ได้อย่างรวดเร็ว จึงได้พยายามนำมาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่มีอยู่ในปุ๋ยผสมโดยเฉพาะอย่างยิ่งธาตุที่จำเป็นต่อการดำรงชีวิตของพืช ในการทดลองเริ่มแรกจะทำการตรวจสอบธาตุต่าง ๆ ที่มีอยู่ในปุ๋ยผสม โดยการชนแกนมุม 2θ จากมุม 5° ถึง 60° ซึ่งจะปรากฏพีคของธาตุต่าง ๆ ที่มีอยู่ในปุ๋ยผสมนั้น ๆ ให้เห็นได้จากแพทเทิร์น จากนั้นเลือกพีคที่เหมาะสมของธาตุต่าง ๆ ที่วิเคราะห์คือ P, K, Ca, Mg, Cl และ S เพื่อ วิเคราะห์หาปริมาณธาตุดังกล่าว ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองมี 6 ตัวอย่าง ซึ่งผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่าง ๆ ในเทอมของธาตุทั้งหมดแสดงได้ดังตารางที่ 4.1

4.3.1 สารเคมีที่ใช้

อลูมิเนียมออกไซด์ (A.R. เกรด)

4.3.2 เครื่องมือ

4.3.2.1 เอกซเรย์สเปกโตรมิเตอร์ : ในการทดลองใช้เอกซเรย์สเปกโตรมิเตอร์

PW 1410/20 AHP ซึ่งเป็นสเปกโตรมิเตอร์ชนิดกระจายความยาวคลื่น ซึ่งมีส่วนประกอบ 3 ส่วนคือ

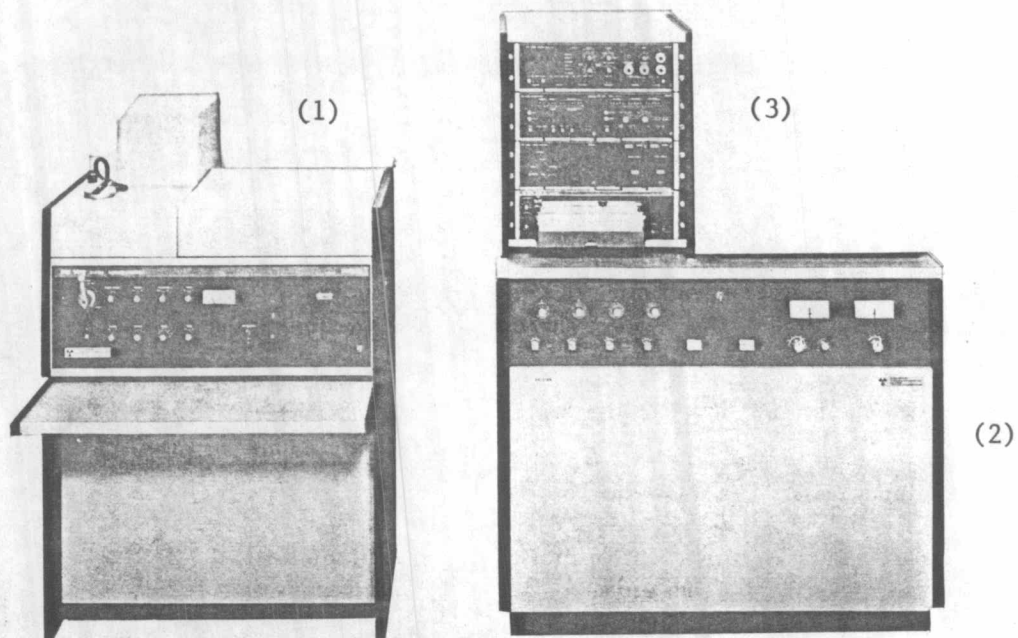
1. สเปกโตรมิเตอร์ PW 1410/20
2. เอกซเรย์เอนเนอเรเตอร์ PW 1130
3. ระบบวงจรไฟฟ้า PW 1390, โปรแกรมเมอร์ PW 1395 และเครื่องบันทึกสเปกตรัม PM 8230

ซึ่งใช้ควบคุมการทำงานของสเปกโตรมิเตอร์, การบันทึกและเก็บข้อมูลจากการทดลองและบันทึกสเปกตรัมแบบอัตโนมัติ ส่วนประกอบและไดอะแกรมการติดตั้ง เครื่องมือแสดงดังรูปที่ 4.5 และ 4.6

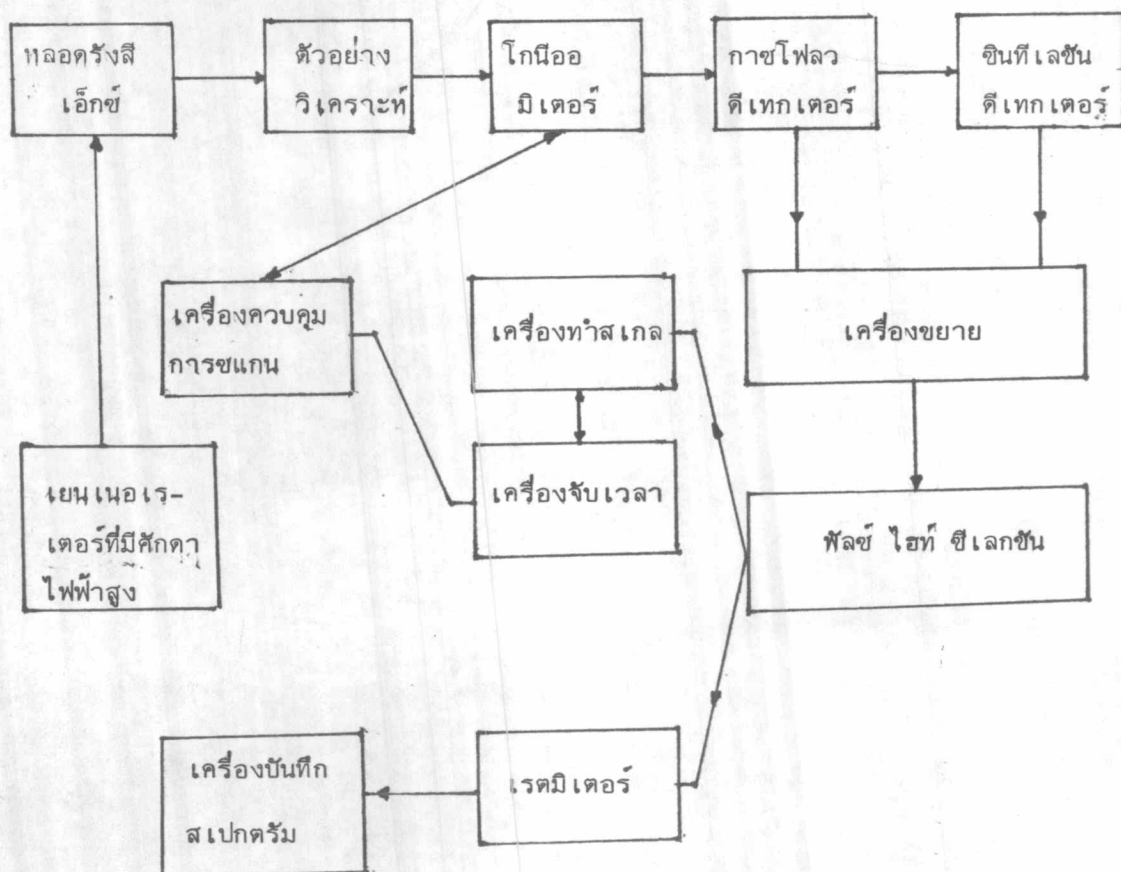
4.3.2.2 เครื่องคำนวณแบบ HP 9815 A เป็นเครื่องคำนวณกึ่งคอมพิวเตอร์ สามารถคำนวณหาปริมาณธาตุต่าง ๆ ได้อย่างแม่นยำและรวดเร็ว

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ทางเคมีของปุ๋ยผสม 6 ตัวอย่าง ซึ่งเป็นค่าเฉลี่ยของการวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 ครั้ง คิดเป็นเปอร์เซ็นต์

ตัวอย่างปุ๋ย	เกรดปุ๋ย N-P ₂ O ₅ - K ₂ O	เกรดปุ๋ย N - P - K	P	K	Ca	Mg	Cl	S
1	14 - 8 - 18	14 - 3.49 - 14.94	3.96	14.50	2.52	1.97	10.08	5.0
2	16 - 20 - 0	16 - 8.73 - 0	9.01	0.50	1.36	0.17	0.42	14.65
3	16 - 16 - 8	16 - 6.99 - 6.64	7.66	7.66	0.19	0.20	38.30	0.93
4	4 - 16 - 24	4 - 6.99 - 19.92	7.19	18.83	3.35	2.55	1.68	8.83
5	12 - 24 - 12	12 - 10.48 - 9.96	10.72	10.02	0	0.24	10.23	8.62
6	10 - 16 - 9	10 - 6.99 - 7.47	7.60	7.93	0	1.56	17.15	4.74



รูปที่ 4.5 ส่วนประกอบของเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ด้วยเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (1) เอ็กซ์เรย์สเปกโตรมิเตอร์ PW1410/20 (2) เอ็กซ์เรย์เอนเนอเรเตอร์ PW1130 (3) วงจรไฟฟ้า PW1390, โปรแกรมเมอร์ PW1395 และเครื่องบันทึกสเปกตรัม PM8230



รูปที่ 4.6 ใคอะแกรมสำหรับการติดตั้งของเครื่องเอ็กซ์เรย์สเปกโตรมิเตอร์

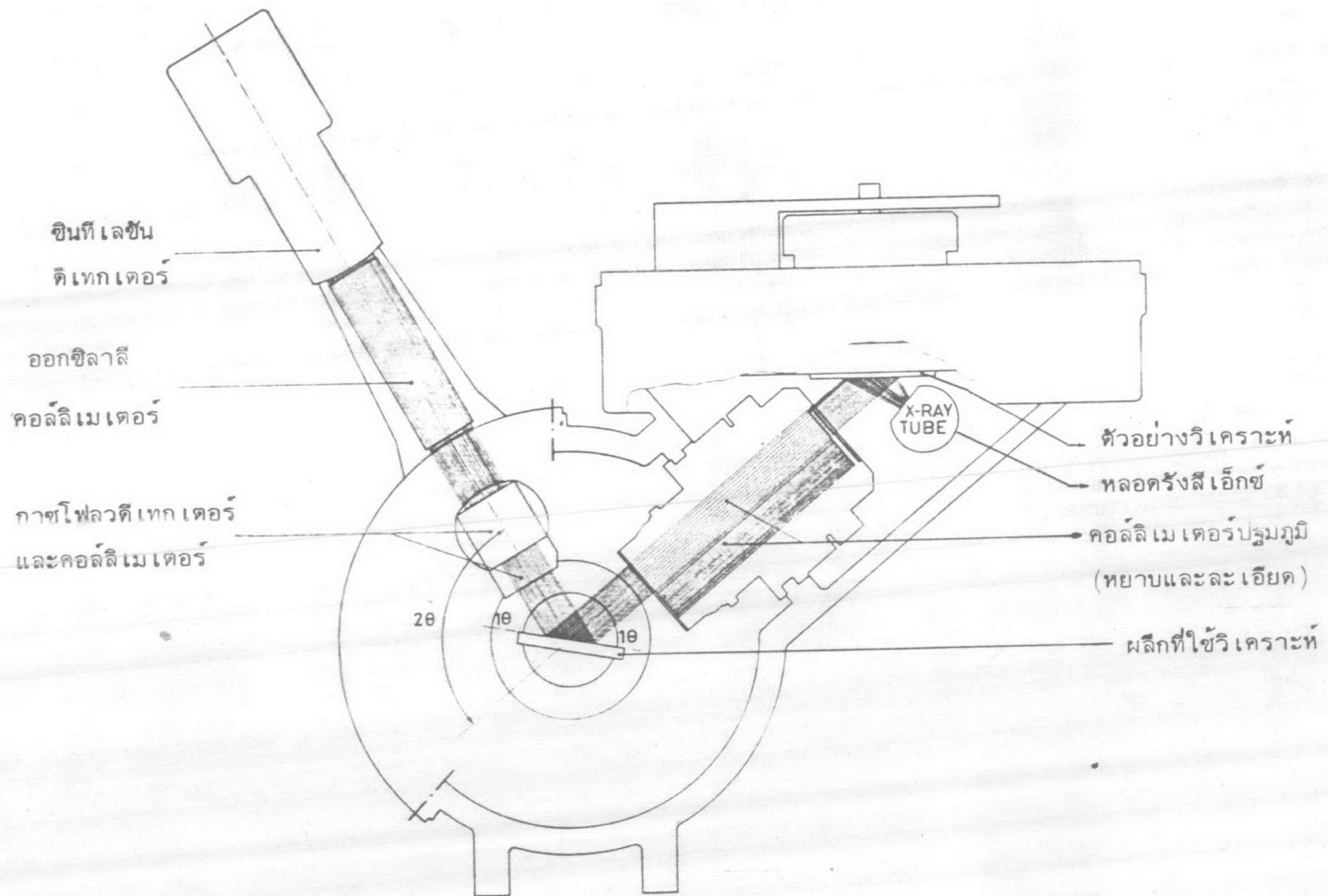
4.3.2.3 เครื่องบดไฟฟ้าของ Fisher

4.3.2.4 เครื่องวัดของ Spex Industries

สำหรับสเปกโตรมิเตอร์ PW 1410/20 ภายในเครื่องจะใช้ระบบ สูญญากาศเพื่อป้องกันไม่ให้รังสีเอ็กซ์ถูกดูดกลืนโดยอากาศโดยเฉพาะอย่างยิ่งรังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากธาตุเบา ความดันภายในเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ประมาณ 0.1 - 0.2 torr ภายในเครื่องประกอบด้วยหลอดรังสีเอ็กซ์, ที่บรรจุสารใช้วิเคราะห์, คอลลิเมเตอร์ปฐมภูมิ (primary collimator) ซึ่งสามารถปรับได้ทั้งหยาบและละเอียด, ผลึกที่ใช้วิเคราะห์, ดีเทกเตอร์ และออกซิลาลิคอลลิเมเตอร์ (auxillary collimator) การจัดส่วนประกอบในสเปกโตรมิเตอร์ดังกล่าวแสดงในรูปที่ 4.7 รายละเอียดของส่วนประกอบที่กล่าวมาแล้วแต่ละชนิดมีดังนี้

- หลอดรังสีเอ็กซ์ CrK α $\lambda = 2.29092 \text{ \AA}$ มีอุณหภูมิเป็นฟิลเตอร์
 - คอลลิเมเตอร์ปฐมภูมิ ซึ่งวางอยู่ระหว่างสารใช้วิเคราะห์กับผลึกที่ใช้วิเคราะห์ จุดประสงค์ในการใช้คอลลิเมเตอร์ชนิดนี้เพื่อเพิ่มกำลังในการแยกแยะของเครื่อง ซึ่งสามารถปรับได้ทั้งหยาบและละเอียด
 - ผลึกที่ใช้วิเคราะห์ มีอยู่ด้วยกัน 5 ชนิดคือ LiF(200), LiF(220), DAP, PE และ TLAP ซึ่งผลึกเหล่านี้สามารถใช้วิเคราะห์ธาตุชนิดต่าง ๆ ได้ถึงธาตุฟลูออรีน ผลึกเหล่านี้จะถูกยึดอยู่กับโกนิออมิเตอร์
 - ออกซิลาลิคอลลิเมเตอร์ วางอยู่ในแนวเดียวกับแขนของดีเทกเตอร์ ซึ่งอยู่ระหว่างหน้าต่างของกาซโฟลวดีเทกเตอร์กับซินทิลเลชันดีเทกเตอร์ คอลลิเมเตอร์ชนิดนี้ใช้ในกรณีที่ต้องการใช้ซินทิลเลชันดีเทกเตอร์ เพื่อให้มีกำลังในการแยกแยะสูง
 - ดีเทกเตอร์ ดีเทกเตอร์ที่ใช้สำหรับเอ็กซ์เรย์สเปกโตรมิเตอร์ชนิดนี้มีอยู่ด้วยกัน 2 ชนิดคือ กาซโฟลวดีเทกเตอร์ และซินทิลเลชันดีเทกเตอร์ ซึ่งตำแหน่งของดีเทกเตอร์ทั้งสองจัดไว้ดังรูปที่ 4.7
- การใช้ดีเทกเตอร์ชนิดไหนขึ้นอยู่กับธาตุที่วิเคราะห์สำหรับธาตุเบาใช้กาซโฟลวดีเทกเตอร์ และซินทิลเลชันดีเทกเตอร์ใช้ได้กับธาตุหนัก

สำหรับกาซโฟลวดีเทกเตอร์ที่ใช้ภายในบรรจุด้วยกาซผสมระหว่างอาร์กอนและมีเทน ดังส่วนผสมต่อไปนี้



รูปที่ 4.7 การจัดส่วนประกอบต่าง ๆ ในเอ็กซ์เรย์สเปกโตรมิเตอร์ PW1410/20

Ar	:	89 - 91%
CH ₄	:	9 - 11%
N ₂	:	<200 ppm
O ₂	:	<40 ppm
H ₂ O	:	<10 ppm
H ₂	:	<10 ppm
C ₂ H ₄	:	<250 ppm

อัตราเร็วในการชกแกนมุม 2θ โดยโกนอิมิตเตอร์ซึ่งเป็นแบบต่อเนื่อง อัตราเร็วที่ใช้มีดังนี้ 1/8°, 1/4°, 1/2°, 1°, 2° หรือ 4° 2θ ต่อนาที ในทางปฏิบัติมุม 2θ สามารถชกแกนได้สูงสุด 116° สำหรับซินทีเลซันดีเทกเตอร์ และ 148° สำหรับกาซโฟลวดีเทกเตอร์

4.3.3 วิธีการทดลอง

4.3.3.1 การตรวจสอบธาตุที่อยู่ในปุ๋ยผสม

4.3.3.1.1 การเตรียมตัวอย่างวิเคราะห์ : นำตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์มาบดให้ละเอียด โดยใช้เครื่องบดไฟฟ้า ใช้เวลาบดประมาณ 30 นาที นำตัวอย่างที่บดแล้วมาประมาณ 5 g ใส่ลงในที่บรรจุตัวอย่างซึ่งทำด้วยอลูมิเนียมรูปทรงกระบอกซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 30 mm หนา 8 mm นำไปอัดด้วยเครื่องอัดใช้แรง 10 ตัน จะเหลือความหนาของอลูมิเนียมและตัวอย่างวิเคราะห์เพียง 2 mm และมีผิวหน้าเรียบ

4.3.3.1.2 การตรวจสอบธาตุต่าง ๆ ในปุ๋ยผสม : นำตัวอย่างที่อัดเรียบร้อยแล้วไปใส่ลงในที่บรรจุตัวอย่างวิเคราะห์ ชกแกนมุม 2θ ตั้งแต่ 5 - 60° โดยใช้ TLAP เป็นผลึกที่ใช้วิเคราะห์ คอลลีเมเตอร์ปฐมภูมิใช้แบบหยาบ กำลังของหลอดรังสีเอ็กซ์ใช้ 40 Kv และ 60 mA และใช้กาซโฟลวดีเทกเตอร์ บันทึกสเปกตรัมบนกระดาษโดยใช้อัตราเร็วของโกนอิมิตเตอร์ 2° 2θ ต่อ นาที และกระดาษเคลื่อนด้วยความเร็ว 1 cm ต่อ นาที ความเข้มเต็มสเกลเท่ากับ 1×10^5 cps จากนั้นแปลงค่าของมุม 2θ เป็นค่า d ก็จะทราบว่าพีคที่เกิดขึ้นแต่ละพีคเป็นของธาตุอะไร

4.3.3.2 การวิเคราะห์ทางปริมาณ

ในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ ในปุ๋ยผสม สามารถวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ที่ตรวจสอบได้จาก 4.3.3.1.2 คือ P, K, S, Ca, Mg และ Cl ส่วน N นั้นหาไม่ได้เพราะเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ชนิดนี้สามารถวิเคราะห์ได้ลงไปถึง F เท่านั้น เนื่องจากการวิเคราะห์ปุ๋ยในขณะนี้ยังไม่มีปุ๋ยมาตรฐานซึ่งทราบส่วนประกอบและปริมาณธาตุต่าง ๆ ในปุ๋ย จึงไม่สามารถหาปริมาณธาตุต่าง ๆ จากเส้นมาตรฐานได้ การวิเคราะห์หาปริมาณจึงสามารถทำได้โดยนำปุ๋ยแต่ละชนิดซึ่งหาปริมาณของธาตุดังกล่าวโดยวิธีทางเคมี และนำตัวอย่างเหล่านี้ไปวิเคราะห์โดยเอ็กซ์เรย์สเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งจะวัดค่า cps ของพีคที่ใช้วิเคราะห์ (analysed peak) ของแต่ละธาตุ จากผลการวิเคราะห์ทางเคมีและค่า cps ที่วัดได้นำไปคำนวณหาสมการรีเกรสชัน (regression equations) ด้วยเครื่องคำนวณ HP 9815 A และสุดท้ายก็จะให้ความเข้มข้นของแต่ละธาตุ โดยนำค่า cps ไปคำนวณจากสมการรีเกรสชันอีกทีหนึ่ง

เนื่องจากธาตุข้างเคียง (matrix element) มีผลต่อการวิเคราะห์ จึงจำเป็นต้องเตรียมตัวอย่างอีกชุดหนึ่งโดยเจือจางตัวอย่างด้วย Al_2O_3 เพื่อลดผลข้างเคียง (matrix effect)

4.3.3.2.1 การเตรียมตัวอย่าง จะเตรียมตัวอย่างเป็น 2 ชุด ชุดแรกใช้ตัวอย่างปุ๋ยโดยตรง จัดให้เป็นเม็ดดัง 4.3.3.1.1 อีกชุดหนึ่ง ทำได้โดยการเจือจางตัวอย่างปุ๋ย ใช้ตัวอย่างปุ๋ย 10 เปอร์เซ็นต์ และ Al_2O_3 90 เปอร์เซ็นต์ บดให้เป็นเนื้อเดียวกันและจัดเป็นเม็ดดัง 4.3.3.1.1

4.3.3.2.2 การวิเคราะห์ นำตัวอย่างทั้ง 2 ชุดที่จัดเป็นเม็ดเรียบร้อยแล้ว ไปวิเคราะห์เพื่อหาค่า cps ของธาตุแต่ละชนิด โดยการเลือกผลึกที่ใช้วิเคราะห์ที่เหมาะสม, พีคที่ใช้ในการวิเคราะห์ของธาตุแต่ละธาตุ กำลังของหลอดรังสีเอ็กซ์ที่ใช้, ชนิดของคอลลิเมเตอร์ปฐมภูมิ และเวลาที่ใช้วิเคราะห์ แสดงในตารางที่ 4.2

ในการทดลองจะวัดค่าแกมมา โดยใช้กาซโฟลวดีเทกเตอร์ตัวอย่างละ 2 ครั้ง ในเวลาที่ต่างกัน และพบว่า Mg และ P มีแบคกราวนด์ที่พีค 20 เท่ากับ 46.85 และ 28.52 องศา เมื่อใช้ TLAP เป็นผลึกที่ใช้ในการวิเคราะห์ ดังนั้นการวิเคราะห์หาปริมาณของ Mg และ P จึงมีค่าของแบคกราวนด์มาเกี่ยวข้องด้วย เมื่อได้ค่า cps ของธาตุแต่ละธาตุแล้ว นำค่า cps และค่าความเข้มข้นของแต่ละธาตุ ไปหาความสัมพันธ์แบบเส้นตรง โดยใช้ linear least - squares regression ซึ่งคำนวณจากเครื่องคำนวณ HP 9815 A จะให้ค่าความลาด (slope) และจุดตัด (intercept) ของ

ตารางที่ 4.2 สภาวะในการจัดเครื่องเอกซเรย์สเปกโตรมิเตอร์

ธาตุ	ผลึกที่ใช้ วิเคราะห์	พีคที่ใช้วิเคราะห์ , 2 θ (ค่าในวงเล็บเป็นค่าทางทฤษฎี)	คอลลิเมเตอร์ ปรุขุมมิ	กำลังของหลอด รังสีเอกซ์		เวลาที่ใช้ใน การเคานท์ (วินาที)
				Kv	mA	
Mg	TLAP	พีค 45.19 (45.17) แบคกราวด์ 46.85	หยาบ	40	60	100
P	TLAP	พีค 27.60 (27.57) แบคกราวด์ 28.52	ละเอียด	60	40	100
S	TLAP	พีค 24.03 (24.09)	ละเอียด	40	60	40
Cl	PE	พีค 65.35 (65.49)	หยาบ	40	60	40
K	LiF(200)	พีค 136.73 (136.69)	หยาบ	60	40	40
Ca	LiF(200)	พีค 113.17 (113.09)	หยาบ	60	40	40

เส้นตรง และจะคำนวณค่า relation coefficient (r^2) ระหว่างการทดลองทางเคมีและ XRFs จากนั้นจะคำนวณค่าความเข้มข้นของแต่ละธาตุโดยนำค่าเกณฑ์ไปคำนวณจากสมการเส้นตรงที่ได้อีกทีหนึ่ง