

ภาคผนวก ค

วิธีการเก็บตัวอย่างมูลฝอยและวิธีการวิเคราะห์

วิธีการสุ่มและวิเคราะห์ตัวอย่างมูลฝอย

1. ลักษณะมูลฝอยที่จะทำการวิเคราะห์

1.1 ลักษณะมูลฝอยด้านฟิสิกส์ (Physical Characteristics) ได้แก่

- ความหนาแน่น (Density)
- องค์ประกอบ (Composition)

1.2 ลักษณะมูลฝอยด้านเคมี (Chemical Characteristics) ได้แก่

- ความชื้น (moisture content)
- ปริมาณสารที่เผาไหม้ได้ (Volatile solids)
- ปริมาณเถ้า (Ash content)
- ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด (TN)
- ปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมด (P_2O_5)
- ปริมาณโพแทสเซียมที่พืชนำไปใช้ประโยชน์ได้ (K_2O_5)
- ปริมาณแมกนีเซียม (Mg)
- ปริมาณโลหะหนัก (Zn, Cu, Mn)
- ความเป็นกรด-ด่าง (pH)

2. การสุ่มตัวอย่างมูลฝอย

มูลฝอยประกอบด้วยสิ่งของต่างๆ หลายชนิด ซึ่งมีได้มีการปะปนผสมกันอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน ดังนั้น การสุ่มตัวอย่างมูลฝอยจำเป็นต้องทำอย่างมีระบบ เพื่อให้มีลักษณะองค์ประกอบเหมือนกับมูลฝอยทั้งหมดและสามารถใช้เป็นตัวแทนของมูลฝอยที่ต้องการวิเคราะห์ การสุ่มตัวอย่างมูลฝอยจากสถานที่กักเก็บมูลฝอยที่แหล่งกำเนิดหรือจากรถยนต์เก็บขนมูลฝอยโดยนำตัวอย่างมูลฝอยมาจากจุดต่างๆ ของสถานที่กักเก็บหรือของรถหลายๆ จุดมารวมกันได้ ประมาณ 1 ลบ.ม. นำไปทดสอบหาความหนาแน่นในหัวข้อความหนาแน่น นำตัวอย่างที่ทดสอบหาความหนาแน่นเสร็จแล้วมาคลุกเคล้าให้เข้ากันมากที่สุดแล้วแบ่งกองมูลฝอยออกเป็น 4 ส่วน (Quartering) เลือกร้อยตัวอย่าง 2 ส่วนที่กองอยู่ตรงข้ามกันมารวมกันคลุกเคล้าให้เข้ากันอีกครั้งเพื่อให้องค์ประกอบต่างๆ กระจายกันอยู่อย่างทั่วถึง ส่วนที่เหลือให้แยกออกนำไปทิ้ง จากนั้นทำ Quartering

เรื่อยไปจนกระทั่งเหลือตัวอย่างมูลฝอย 50 ลิตร (ขึ้นอยู่กับความเหมาะสมและอุปกรณ์ที่มีอยู่) จึงนำมูลฝอยจำนวนนี้ไปทำการแยกองค์ประกอบ (Composition) และวิเคราะห์ลักษณะอื่นๆ ต่อไป

3. วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่าง

3.1 องค์ประกอบของมูลฝอย (composition) (%โดยน้ำหนักเปียก) อุปกรณ์

1. ถุงมือและผ้าปิดจมูก
2. เครื่องชั่งน้ำหนัก
3. ถูหรือภาชนะรวบรวมมูลฝอยแต่ละองค์ประกอบ

วิธีการ

1. นำตัวอย่างมูลฝอยมาแยกประเภท เช่น เศษผัก เศษผลไม้ เศษพลาสติก เศษแก้ว เศษโลหะ เศษกระดูก เศษไม้ เป็นต้น
2. ชั่งน้ำหนักมูลฝอยแต่ละประเภท และจดบันทึก
3. คำนวณตามสูตรดังนี้

$$C = W_1 \times 100 / W$$

โดยที่

$$C = \text{ร้อยละขององค์ประกอบมูลฝอยแต่ละประเภท}$$

$$W_1 = \text{น้ำหนักมูลฝอยแต่ละประเภท}$$

$$W = \text{น้ำหนักมูลฝอยรวม}$$

3.2 ความหนาแน่น (Bulk Density) (Weight / volume)

วิธีการ

1. ชั่งน้ำหนักภาชนะที่ต้องการทราบปริมาตร และหาปริมาตรของภาชนะดังกล่าว (V)
2. นำตัวอย่างใส่ภาชนะจนเต็ม ยกกระทกภาชนะดังกล่าวลงกับพื้น สังเกตไม่ให้ตัวอย่างลดความสูงลง ประมาณ 2-3 ครั้ง
3. ชั่งน้ำหนักตัวอย่างดังกล่าว บันทึกน้ำหนัก (M)

การคำนวณ

$$D = M / V$$

โดยที่

$$D = \text{ความหนาแน่น (กก. / ลบ.ม.)}$$

$$M = \text{มวลหรือน้ำหนักของตัวอย่าง (กก.)}$$

$$V = \text{ปริมาตรของภาชนะ (ลบ.ม.)}$$

3.3 ความเป็นกรด-ด่าง (pH)**วิธีการ**

1. ชั่งตัวอย่าง 10 กรัม ใส่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร เขย่าประมาณ 30 นาที โดยใช้เครื่องเขย่า (Shaker)
3. วางทิ้งให้ตกตะกอนประมาณ 5 นาที
4. วัดค่า pH ของสารละลาย ด้วยเครื่อง pH meter จดบันทึกค่า

3.4 ปริมาณความชื้น (moisture content)**อุปกรณ์**

1. ตู้อบ (Hot air oven)
2. ถาดอะลูมิเนียม
3. เครื่องชั่งน้ำหนัก

วิธีการ

1. นำตัวอย่างมูลฝอยที่ทำการสุ่มตัวอย่างแล้ว ใส่ถาดอะลูมิเนียมที่ทราบน้ำหนักแน่นอน
2. นำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 75-100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3-4 วัน จนน้ำหนักคง ที่จดบันทึกน้ำหนักหลังอบ
3. คำนวณตามสูตร

$$W = (W1 - W2) \times 100 / W1$$

โดยที่

$$W = \text{ร้อยละของความชื้น (\%wet wt.)}$$

$$W1 = \text{น้ำหนักมูลฝอยก่อนอบ}$$

$$W2 = \text{น้ำหนักมูลฝอยหลังจากอบแห้ง}$$

3.5 ปริมาณของแข็งระเหยได้ (Volatile solid content) และปริมาณเถ้า (Ash content)

อุปกรณ์

1. ตู้อบ (Hot air oven)
2. Desiccator
3. เครื่องบดหรือสับมูลฝอย
4. เครื่องชั่งน้ำหนัก
5. Porcelain crucible
6. Muffle Furnace

วิธีการ

1. ชั่งน้ำหนักตัวอย่างมูลฝอยที่อบแห้งสนิท (ประมาณ 3-5 กรัม) ใส่ใน Porcelain crucible ที่ทราบน้ำหนักแน่นอน และชั่งน้ำหนักรวมอีกครั้ง (จดบันทึกน้ำหนักรวมน้ำหนัก Porcelain crucible)

2. นำไปเผาใน Muffle furnace ที่อุณหภูมิ 600-650 องศาเซลเซียส (เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) ปลดยंत्रไว้ให้เย็นจนสามารถนำออกมาไว้ใน Desiccator ได้

3. ทิ้งไว้ใน Desiccator ประมาณ 1-2 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนัก Porcelain crucible อีกครั้ง จดบันทึกและคำนวณตามสูตร

$$\begin{aligned} \text{โดยที่} \quad V &= (W1-W2) \times 100 / w1 \\ V &= \text{ร้อยละของปริมาณสารที่เผาไหม้ได้} \\ W1 &= \text{น้ำหนักมูลฝอยก่อนเผา} \\ W2 &= \text{น้ำหนักมูลฝอยหลังเผา} \end{aligned}$$

การคำนวณปริมาณเถ้า (Ash content)

$$(\text{Ash content}) = 100 - V$$

3.6 ไนโตรเจนทั้งหมด (Total nitrogen) (Kjeldahl Method : AOAC, 1990)

เครื่องมือ

1. Digestion , ใช้ kjeldahl flask หนาพอสมควร ขนาด 800 มิลลิลิตร ใช้ น้ำกลั่น 250 มิลลิลิตร ต้มประมาณ 5 นาที

2. Distillation, ใช้ kjeldahl flask หนาพอสมควร ขนาด 800 มิลลิลิตร และชุด น้ำกลั่น

สารเคมี

1. กรดซัลฟูริก (H_2SO_4 96 %)
2. เมอร์คิวรีออกไซด์ (HgO reagent grade, N-free)
3. โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4 , N-Free)
4. กรดซาลิซิลิก (salicylic acid, N-Free)
5. สารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต (sodium thiosulfate solution)

เตรียมโดยละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 80 กรัม ในน้ำ De-ionized

แล้วปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร

6. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40 % (sodium hydroxide solution 40%)

เตรียมโดยละลาย NaOH 400 กรัมในน้ำกลั่น ทำให้เย็น แล้วปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร โดยใช้น้ำ De-ionized

7. สารละลายอินดิเคเตอร์ผสม (mix indicator solution)

เตรียมโดยละลาย Methyl red indicator 0.066 กรัมและ bromocresol green 0.099 กรัม ในเอทิลแอลกอฮอล์ ปรับเป็นสีเขียวเข้ม (pH ประมาณ 4.2) ด้วย 0.1 NaOH แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร ด้วย เอทิลแอลกอฮอล์

8. สารละลายกรดบอริกอินดิเคเตอร์ (boric acid-indicator solution)

เตรียมโดย ละลาย H_3BO_3 20 กรัม ในน้ำ de-ionized ประมาณ 900 มิลลิลิตร ให้ความร้อนบน hotplate จนละลายหมด แล้วเติม mix indicator จนได้สารละลายสีชมพู ปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร

9. สารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริก (standard sulfuric acid solution) 0.05 N

เตรียมโดยปิเปต conc. H_2SO_4 1.4 มิลลิลิตร ใส่ใน volumetric flask ขนาด 1 ลิตร ซึ่งมีน้ำ De-ionized อยู่ประมาณ 800 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร

วิธีการทดลอง

1. ชั่งตัวอย่าง 0.7-2.2 กรัม ใส่ใน digestion flask ขนาด 800 มิลลิลิตร
2. เติม H_2SO_4 40 มิลลิลิตร และ 2 กรัม salicylic acid
3. เขย่าประมาณ 30 นาที เติม $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 5 กรัม เขย่าและทิ้งไว้ 5 นาที
4. เติม glass bead แล้วทำการย่อยจนสารละลายไม่มีฟอง
5. ปิด heater เติม 0.7 กรัม HgO และ 15 กรัม Na_2SO_4
6. ทำการย่อยต่อจนกระทั่งสารละลายใส ปล่อยให้เย็นลงเท่าอุณหภูมิห้อง

7. เติมน้ำ de-ionized ประมาณ 200 มิลลิลิตร
8. เติมสารละลายโซเดียมไนโอซัลเฟต 25 มิลลิลิตร เขย่าให้สารละลายผสมกันดี จน Hg ตกตะกอน
9. เติม 40 % NaOH 50-100 มิลลิลิตร หรือเติมมากพอเพื่อให้เป็นด่าง
10. ตวงสารละลายกรดบอริก อินดิเคเตอร์ 50 มิลลิลิตร ใส่ใน erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร
11. นำไปวางใต้ก้าน condenser โดยให้ก้าน condenser จุ่มลงในสารละลายเพื่อรองรับแอมโมเนียที่ได้จากการกลั่น
12. ทำการกลั่น ให้ได้สารละลายใน erlenmeyer flask ประมาณ 200 มิลลิลิตร และสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีเขียว เอา erlenmeyer flask ออก
13. ไตเตรตสารละลายที่ได้กับสารละลายมาตรฐาน 0.05 N H₂SO₄ จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพู
14. บันทึกปริมาตรของกรดที่ใช้ในการไตเตรต
15. ทำ blank โดยใช้วิธีเดียวกับตัวอย่าง

การคำนวณ

$$\% N = ((a - b) \times N) \times 1.4007 / \text{กรัม sample}$$

โดยที่

- a = ปริมาตรของกรดซัลฟูริก ที่ใช้ไตเตรตสารละลายตัวอย่าง (มิลลิลิตร)
- b = ปริมาตรของกรดซัลฟูริก ที่ใช้ไตเตรต blank (มิลลิลิตร)
- N = normality สารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริก

3.7 ฟอสฟอรัสทั้งหมด (total phosphorus)

(spectrophotometric molybdovanadophosphate method)

สารเคมี

1. กรดไนตริก (HNO₃)
2. สารละลายโมลิบโดวานาเดต (molybdovanadate solution)
เตรียมโดย ละลาย NH₄ molybdate.4H₂O 40 กรัม ในน้ำกลั่นที่ร้อน 400 มิลลิลิตรแล้วทิ้งไว้ให้เย็น และละลาย NH₄VO₃ 2 กรัม ในน้ำกลั่นที่ร้อน 250 มิลลิลิตรแล้วทิ้งไว้

ให้เย็น แล้วเติม 70 % HClO₄ 450 มิลลิลิตร เติมสารละลาย molybdate ลงในสารละลาย vanadate และปรับปริมาตรให้ได้ 2 ลิตร

3. สารละลายมาตรฐาน P₂O₅

เตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 0.2 0.4 0.6 0.8 และ 1.0 mgP₂O₅/ml โดยใช้ KH₂PO₄ (52.15 % P₂O₅) ซึ่งอบที่ 105 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง โดยละลาย KH₂PO₄ 0.0384, 0.0767, 0.1151, 0.1534 และ 0.1918 กรัม ตามลำดับ ในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตร ให้ได้ 100 มิลลิลิตร

การเตรียมกราฟมาตรฐาน

1. ปิเปต สารละลายมาตรฐาน 5 มิลลิลิตร ที่เตรียมไว้ แต่ละความเข้มข้นลงใน volumetric flask 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายที่ความเข้มข้น 2-5 mg P₂O₅ / aliquot

0.2 mg P₂O₅ / ml ปิเปต solution 5 ml = 1.0 mg P₂O₅ / aliquot

0.4 mg P₂O₅ / ml ปิเปต solution 5 ml = 2.0 mg P₂O₅ / aliquot

0.6 mg P₂O₅ / ml ปิเปต solution 5 ml = 3.0 mg P₂O₅ / aliquot

0.8 mg P₂O₅ / ml ปิเปต solution 5 ml = 4.0 mg P₂O₅ / aliquot

1.0 mg P₂O₅ / ml ปิเปต solution 5 ml = 5.0 mg P₂O₅ / aliquot

2. เติมน้ำกลั่น 45 มิลลิลิตร

3. เติมสารละลาย molybdovanadate 20 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ได้ 50 ml

4. วางไว้ 10 นาที แล้ววัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 400 nm.

5. เขียนกราฟ ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ กับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน (mg P₂O₅ / ml) โดยให้ค่าการดูดกลืนแสงเป็นแกนตั้ง

วิธีการทดลอง

1. ชั่งตัวอย่าง 1 กรัม ใส่ใน erlenmeyer flask ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. เติม HNO₃ 20-30 มิลลิลิตร แล้วย่อยบน hot plate จนควันสีน้ำตาลหมด
3. ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง เติม 70-72 % HClO₄ 10-20 มิลลิลิตร
4. ย่อยสารละลายที่อุณหภูมิต่ำๆ ค่อยๆ เพิ่มความร้อน จนกระทั่งสารละลายใส(จนแทบจะไม่มีควันขาวปรากฏใน flask) ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

5. เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร ต้มต่อประมาณ 2-3 นาที
6. ปิเปตสารละลายมา 5 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask 100 มิลลิลิตร
7. เติมน้ำกลั่น 45 มิลลิลิตร
8. เติมสารละลาย molybdovanadate 20 มิลลิลิตร
9. ปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร
10. วางไว้ 10 นาที แล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 400 nm.
11. ทำ blank โดยใช้วิธีเดียวกับตัวอย่าง

การคำนวณ

$$\% P_2O_5 = 100 \times (\text{mg } P_2O_5 \text{ from standard curve} / \text{mg sample in aliquote})$$

3.8 โพแทสเซียม (potassium) (volumetric sodium tetraphenylboron method I)

สารเคมี

1. สารละลายฟอร์มัลดีไฮด์ 37 % (formaldehyde solution (HCHO))
2. สารละลายไฮดรอกไซด์โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide solution) 20 %
เตรียมโดยละลาย 20 กรัม NaOH ในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร
3. สารละลายไฮดรอกไซด์เตตระฟีนีลโบรอน (sodium tetraphenylboron : STPB solution) 1.2 %
เตรียมโดยละลาย $NaB(C_6H_5)_4$ 12 กรัม ในน้ำกลั่น 800 มิลลิลิตร แล้วเติม $Al(OH)_3$ 20-25 กรัม กวนประมาณ 5 นาที กรองด้วยกระดาษกรอง whatman No. 42 เติมน้ำกลั่น 20 % NaOH แล้วปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร ตั้งทิ้งไว้ 48 ชั่วโมง แล้วทำการ standardize และปรับให้ 1 มิลลิลิตร = 1 % K_2O เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง
4. สารละลายเบนซัลโคเนียมคลอไรด์ (benzalkonium chloride (BAC) solution) 0.625 %
เตรียมโดยนำสารละลายเบนซัลโคเนียมคลอไรด์ 17 % มา 38 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่น ปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร ทำการ standardize

5. สารละลาย clayton yellow อินดิเคเตอร์ (titan yellow ; colour Index No.19540) 0.04 %

เตรียมโดยละลาย clayton yellow 40 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร

6. สารละลายแอมโมเนียมออกซาเลท(ammonium oxalate solution) 4 %

เตรียมโดยละลาย $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 4 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร

การ standardize

1. สารละลายเบนซัลโคเนียมคลอไรด์ (BAC)

1. เติมสารละลายไซเดียมเตรททระฟีนีลโบรอน 1 มิลลิลิตร ใน erlenmeyer flask 125 มิลลิลิตร

2. เติมน้ำกลั่น 20-25 มิลลิลิตร

3. เติม 20 % NaOH 1 มิลลิลิตร

4. เติมสารละลายฟอร์มาลดีไฮด์ 2.5 มิลลิลิตร

5. เติม 4% $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ solution 1.5 มิลลิลิตร หยด clayton yellow Indicator 6-8

หยด

6. ไตเตรตด้วยสารละลายเบนซัลโคเนียมคลอไรด์ จุดยุติเป็นสีชมพู ปรับสารละลายเบนซัลโคเนียมคลอไรด์ ดังนี้ 2 มิลลิลิตร BAC solution = 1 มิลลิลิตร STPB solution

2. sodium tetraphenylboron (STPB) solution

1. ละลาย KH_2PO_4 2.5 กรัม ในน้ำกลั่น ประมาณ 100 มิลลิลิตร เติลงในvolumetric flask ขนาด 250 มิลลิลิตร

2. เติม 50 มิลลิลิตร ของ $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ผสมให้เข้ากันปรับปริมาตรให้เท่ากับ 250 มิลลิลิตร .

3. ดูดสารละลายมา 15 มิลลิลิตรใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร

4. เติม 20 % NaOH 2 มิลลิลิตร

5. เติมสารละลายฟอร์มาลดีไฮด์ 5 มิลลิลิตร และสารละลายไซเดียมเตรททระฟีนีลโบรอน 43 มิลลิลิตร

6. ปรับปริมาตรให้ได้ 250 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ 5-10 นาที แล้วกรองด้วยกระดาษwhatman No. 42

7. นำสารละลาย 50 มิลลิลิตร ที่ผ่านกระดาษกรองแล้ว ลงใน erlenmeyer flask 125 มิลลิลิตร หยดสาร clayton yellow Indicator 6-8 หยด

8. ไตเตรตด้วยสารละลายเบนซัลโคเนียมคลอไรด์ (BAC) จุดยุติเป็นสีชมพู
การคำนวณ

$$F = 34.61 / (43 \text{ มิลลิลิตร} - \text{มิลลิลิตร BAC}) = \% K_2O / \text{มิลลิลิตร STPB reagent}$$

* F ใช้แทนปุ๋ยทั้งหมด ถ้า sample 2.5 กรัม ถูก dilute เป็น 250 มิลลิลิตร และใช้ สารละลาย 15 มิลลิลิตร ในการวิเคราะห์

* ถ้าผล เน้น $K > K_2O$ ให้ใช้ 28.73 แทน 34.61 ในการคำนวณค่า F

วิธีการทดลอง

1. ชั่งตัวอย่าง 2.5 กรัม (1.25 กรัม ถ้า $K_2O > 50\%$) ใส่ใน erlenmeyer flask 250 มิลลิลิตร

2. เติม 4% $(NH_4)_2 C_2O_4$ solution 50 มิลลิลิตร

3. เติมน้ำกลั่น 125 มิลลิลิตร และต้มประมาณ 30 นาที

4. เทใส่ volumetric flask 250 มิลลิลิตร ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตร 250 มิลลิลิตร

5. กรองด้วยกระดาษ whatmen No. 12 และทิ้งไว้จนกระทั่งใส

6. ถ่ายสารละลาย 15 มิลลิลิตร ใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร

7. เติม 20% NaOH 2 มิลลิลิตร และสารละลายฟอร์มัลดีไฮด์ 5 มิลลิลิตร

8. เติมสารละลายโซเดียมเตรทอะพีนิลโบรอน 1 มิลลิลิตร สำหรับแต่ละ 1% K_2O เติม 8 มิลลิลิตร เพื่อให้แน่ใจว่าการตกตะกอนสมบูรณ์

9. ปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ 5-10 นาที และกรองด้วยกระดาษ whatman No. 12

10. ถ่ายสารละลาย 50 มิลลิลิตร ที่กรองแล้วลงใน 125 มิลลิลิตร erlenmeyer flask

11. หยดสารละลาย clayton yellow 6-8 หยด ไตเตรตด้วยสารละลายเบนซัลโค
เนียมคลอไรด์ จุดยุติเป็นสีชมพู

การคำนวณ

$$\% K_2O \text{ in sample} = (\text{มิลลิลิตร STPB added} - \text{มิลลิลิตร BAC}) \times F$$

$$\text{เมื่อ } F = \%K_2O / \text{มิลลิลิตร STPB reagent (x2 ถ้าใช้ตัวอย่างแค่ 1.25 กรัม)}$$

3.9 ปริมาณไนเตรต-ไนโตรเจน

สารเคมี

1. สารละลายบอเรตบัฟเฟอร์

เตรียมโดย NaOH 0.1 N (NaOH 4 กรัม ปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร เอามา 88 มิลลิลิตร) ในโซเดียมเตตระบอเรต 0.025 M ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 9.5 กรัม ปรับเป็น 1 ลิตร เอามา 500 มิลลิลิตร) ปรับเป็น 1 ลิตร

2. NaOH 6 N

เตรียมโดย NaOH 240 กรัม ในน้ำกลั่น ปรับปริมาตร เป็น 1 ลิตร

3. ผง Devarda 's alloy ที่มี Cu 50 % Al 45 % Zn 5 %

4. สารละลาย Mix Indicator

เตรียมโดย ละลายเมทิลเรด 200 mg (0.2g) ในเอทิลแอลกอฮอล์ 95 % 100 ml และ เมทิลลิ้นบลู 100 mg (0.1g) ใน เอทิลแอลกอฮอล์ 50 ml ผสมสารทั้ง 2 เข้าด้วยกัน

5. สารละลาย Indicator ในกรดบอริก

เตรียมโดยละลายกรดบอริก 20 g ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย เดิมสารละลายอินดิเคเตอร์ผสม 10 ml ปรับปริมาตร 1 l

6. สารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 0.02 N 96%

เตรียมโดย H_2SO_4 0.1 N 2.8 ml ปรับปริมาตร 1 l เอามา 200 ml แล้วปรับปริมาตรเป็น 1 l (0.02 N)

วิธีการ

1. ชั่งตัวอย่างที่อบแห้งและบดละเอียด 1 กรัม เติมน้ำกลั่น ปรับปริมาตร 500 มิลลิลิตร
2. เติมสารละลายบอเรตบัฟเฟอร์ 25 ml ปรับ ความเป็นกรด-ด่างให้ได้ 9.5 ด้วย NaOH 6 N ใส่เม็ดแก้ว 4-5 เม็ด
3. กลั่นล้างแอมโมเนียไนโตรเจนโดยให้ได้ปริมาตรประมาณ 250-300 ml
4. หลังจากนั้นนำขวดกลั่นที่มีของเหลวเหลืออยู่มาเติมผง Devarda's alloy 1 g
5. เติมน้ำกลั่นปรับปริมาตรเป็น 350 ml
6. นำขวด erlenmeyer flask ใส่สารละลายอินดิเคเตอร์ในกรดบอริก 50 ml หยด mix indicator 6-8 หยด ไปรองไว้ที่ปลายหลอดของเครื่องกลั่น
7. กลั่นต่อจนได้สารละลาย 250 ml
8. นำไปไตเตรทด้วยด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 0.02 N จุดยุติจะเปลี่ยนเป็นสีม่วง จดบันทึกปริมาตร และคำนวณตามสูตร
9. ทำ blank เช่นเดียวกับตัวอย่าง

การคำนวณ

ค่าไนโตรต-ไนโตรตไนโตรเจน (mg/g) = $(A-B) \times 280 /$ กรัม น้ำหนักแห้งของตัวอย่าง

A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 0.02 N ของตัวอย่าง ml

B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 0.02 N ของ Blank ml

3.10 โลหะหนัก (Cu Zn Mn) และปริมาณธาตุอาหารรอง Mg

การย่อยตัวอย่างโดยใช้ส่วนผสมของกรดไนตริกและเปอร์คลอริก

สารเคมี

digestion acid : HNO_3 (conc.) 1250 ml + $HClO_4$ (conc.) 250 ml + 0.06 g

Ammonium metavanadate (NH_4VO_3)

หมายเหตุ Ammonium metavanadate เตรียมโดยละลายในน้ำเดือดประมาณ 10 ml วางทิ้งไว้ให้เย็น เทลงในส่วนผสมกรด

วิธีการ

ชั่งตัวอย่างที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ปริมาณ 200-300 mg (บันทึกน้ำหนัก) ใส่ใน erlenmeyer flask ขนาด 50 ml เติมกรดย่อยปริมาตร 15 ml วางทิ้งไว้อย่างน้อย 2 ชั่วโมง ย่อยตัวอย่างบนภาดย่อยหรือแผ่นให้ความร้อน (Hot plate) ค่อยๆ ปรับความร้อนให้ได้ 80 องศาเซลเซียส ระยะเวลาจะเห็นควันสีน้ำตาล จากการทำปฏิกิริยาของกรด

ไนตริกและอินทรีย์คาร์บอนในตัวอย่าง เมื่อควั่นสีน้ำตาลหมดปรับอุณหภูมิเป็น 190 องศาเซลเซียส จะสังเกตเห็นควั่นสีขาวของเปอร์คลอริก การย่อยตัวอย่างจะสิ้นสุดเมื่อสารละลายใสและเกิดควั่นสีขาวในerlenmeyer flask วางทิ้งไว้ให้เย็น เจือจางสารที่ได้จากการย่อยด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน หรือน้ำกลั่น โดยล้างสารที่ติดบริเวณด้านข้าง Flask ลงไปให้หมดเทใส่ Volumetric Flask ขนาด 25 หรือ 50 ml ปรับปริมาตรจนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน สารละลายที่ได้ สามารถนำไปวิเคราะห์ P K Ca Mg Fe Mn Zn และ Cu (กรณีวิเคราะห์ Cu ต้องปรับปริมาตรเป็น 10 ml เนื่องจากโดยทั่วไปความเข้มข้นของ Cu ในตัวอย่างมีปริมาณน้อยมาก)

การคำนวณปริมาณธาตุต่างๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง atomic absorption spectrophotometer และ flame photometer

$$\text{ปริมาณธาตุ (ppm.)} = X \times V \times 1000/W$$

โดยที่

$$X = \text{ความเข้มข้นของธาตุที่อ่านได้เมื่ออ่านเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน}$$

$$V = \text{ปริมาตรสารละลายตัวอย่างเมื่อปรับปริมาตรหลังจากการย่อย}$$

$$W = \text{น้ำหนักตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ (มิลลิกรัม)}$$

3.11 % RECOVERY ของ Cu Mg Mn และ Zn

วิเคราะห์ spiked sample ที่ 3-5 ความเข้มข้น ครอบคลุมช่วงที่ใช้งานแต่ละความเข้มข้น วิเคราะห์ 7-10 ซ้ำ หาค่าเฉลี่ย

คำนวณ % recovery แต่ละความเข้มข้น

$$\% \text{ Recovery} = \frac{((\text{conc. of spiked sample} - \text{conc. of original sample}) * 100)}{\text{conc. of std. added.}}$$