ภาคผนวก ก

วิธีการตรวจวัดวิเคราะห์คุณสมบัติดิน

ภาคผนวก ก วิธีการวิเคราะห์คุณสมบัติดิน (มั่นสิน ตัณฑุลเวศม์, 2540)

1. วิเคราะห์การตรวจวัด pH ของดิน

การวัดโดยใช้ pH Meter

เครื่องมือ-อุปกรณ์

1) pH Meter

2) Beaker ขนาด 100 มิลลิลิตร

3) แท่งแก้ว

สารเคมี

1) Buffer Solution pH 7,4 และ 10

2) CaCl₂ 0.01 M

วิธีการ

 1) วิธีการวัดโดยใช้อัตราดินต่อน้ำ 1 : 1 ชั่งตัวอย่างดินที่บดร่อนผ่านตะแกรงขนาด 2 มิลลิเมตร
 20 กรัม ใส่ Beaker ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 20 มิลลิลิตร ใช้แท่งแก้วคนให้ดินและน้ำเข้ากัน ทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที ในขณะที่วางทิ้งไว้ให้คนดินเป็นครั้งคราวก่อนวัด pH ต้องปรับ pH Meter ด้วย
 Buffer Solution pH 7 และ 4 หรือ 10 แล้วจึงดำเนินการวัด pH ของตัวอย่างต่อไป

 2) วิธีการวัดโดยใช้อัตราส่วนดินต่อน้ำ 1 : 2.5 ชั่งตัวอย่างดินที่บดร่อนผ่านตะแกรงขนาด 2 มิลลิเมตร 10 กรัม ใส่ Beaker ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร แล้วดำเนินตามขั้นตอน ในข้อ 1 ต่อไป

3) วิธีการวัดโดยใช้อัตราส่วนดินต่อ 0.01 M CaCl₂ เท่ากับ 1 : 2 ชั่งตัวอย่างดินที่บดร่อนผ่าน ตะแกรงขนาด 2 มิลลิเมตร 10 กรัม ใส่ Beaker ขนาด 100 มิลลิลิตร เติม 0.01 M CaCl₂ 20 มิลลิลิตร แล้วดำเนินตามขั้นตอนในข้อ 1 ต่อไป

การหาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในดิน เครื่องมือและอุปกรณ์

- 1. Digestion block สำหรับหลอดขนาด 250 cm³
- 2. Digestion tube ขนาด 250 cm³
- 3. Kjeldahl Distillation Unit
- 4. Conical flask ขนาด 250 cm³
- 5. Conical flask ขนาด 125 cm³
- 6. Buret ขนาด 25 cm³ จำนวน
- 7. ขาตั้ง Buret
- 8. Volumetric pipet ขนาด 10 cm³
- 9. Dispensor ขนาด 20 cm³
- 10. กระบอกตวง ขนาด 20 cm³
- 11. ขวดฉีดน้ำกลั่น ขนาด 500 cm³

สารเคมี

1. กรด H₂SO₄ เข้มข้น (98%) AR grade

2. Mixed catalyst : ผสม CuSO₄ : Se : K₂SO₄ ในอัตราส่วน 100 :10 :1 (อัตราส่วนโดยน้ำหนัก)

Mixed indicator : เตรียมโดยละลาย methyl red 0.066 กรัม และ Bromocresol green
 0.099 กรัม ละลายใน 95% ethanol ประมาณ 80 cm³ ปรับปริมาตรเป็น 100 ด้วย NaOH ด้วย 0.1
 M แล้วเติม 95% ethanol จนได้ปริมาตร 100 cm³

4. สารละลายกรดบอริค และอินดิเคเตอร์ : เตรียมโดยละลาย H₃BO₃ 7.5 กรัม ด้วยน้ำกลั่น ประมาณ 1800 cm³ ใน Erlenmeyer flask ขนาด 2000 cm³ คนด้วยเครื่องแม่เหล็กจน H₃BO₃ ละลายหมด เติมอินดิเคเตอร์ผสมใน ข้อ 3 ลงไป 2.5 cm³ แล้วปรับปริมาตรเป็น 2000 cm³

5. สารละลาย 40% NaOH : ใส่น้ำกลั่นประมาณ 1800 cm³ ลงในบีกเกอร์ขนาด 2000 cm³ นำไปวางในอ่างน้ำเย็น เพื่อช่วยระบายความร้อน เติม NaOH ลงไปครั้งละ 5-10 กรัม พร้อมทั้งคนให้ สารละลายหมดก่อนจึงเติมเพิ่มลงไปใหม่จนครบ 800 กรัม ทิ้งไว้ให้เย็นจึงเติมน้ำกลั่นเพิ่มจนสารละลาย มีปริมาตรรวมเป็น 2000 cm³

6. สารละลายกรด HCl : เตรียมโดยปีเปตกรด HCl เข้มข้น (37% ความหนาแน่น 1.19 g/cm³)
 4.14 cm³ใส่ใน volumetric flask ขนาด 2000 cm³ แล้วปรับปริมาตรน้ำกลั่น จะได้กรดความเข้มข้น
 0.025 M

วิธีการทดลอง

 การย่อยสลาย ชั่งดินตัวอย่าง (ที่ร่อนผ่อนตะแกรงขนาด 0.5 มิลลิเมตร) จำนวน 5 กรัม ใส่ลง ในขวดเจลดาลห์ ตวงสารผสม catalyst ประมาณ 10 กรัม ลงในขวดแล้วเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 30 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงไป เขย่าเบาๆ เพื่อให้ดิน และกรดผสมเข้าด้วยกัน แล้วนำไปวางบนเตาเพื่อทำการ ย่อยสลายจนกระทั่งได้สารละลายใส ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วจึงนำไปทำการกลั่นต่อไป

การกลั่น รินน้ำยาบอริก ประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดรูปชมพู่ แล้วนำไปวางที่ ใต้ก้านของคอนเดนเซอร์ของเครื่องกลั่น โดยให้ปลายของสายยางจุ่มอยู่ใต้ผิวของน้ำยาบอริก นำขวด เจลดาลห์ที่มีสารในข้อ 1 ไปต่อกับเครื่องกลั่น แล้วเติม NaOH ลงไป 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร เปิด เครื่องเพื่อทำการกลั่นขณะทำการกลั่นต้องระวังอย่าให้ไฟดับ หรืออุณหภูมิลดต่ำลง มิฉะนั้นจะทำให้ กรดบอริคในขวดรูปชมพู่ถูกดูดกลับเข้าไปในขวดเจลดาลห์ได้ อุณหภูมิของสิ่งกลั่นที่ได้ จะต้องน้อยกว่า 35 องศาเซลเซียส ดำเนินการกลั่นจนกระทั่งของเหลวที่กลั่นได้มีปริมาตรประมาณ 150 ลูกบาศก์ เซนติเมตร ก่อนที่จะหยุดทำการกลั่นจะต้องดึงเอาสายยางออกจากขวดรูปชมพู่พร้อมฉีดน้ำกลั่นล้างสิ่งที่ ค้างปลายสายยางด้วย จากนั้นจึงปิดไฟเครื่องกลั่นได้

2. การไทเทรต นำของเหลวที่กลั่นได้ไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน HCl จนสารละลาย เปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีม่วงชมพู บันทึกปริมาตรของกรดที่ใช้

3. การคำนวณ % ในโตรเจน = $\frac{(A-B)C}{D}$

A = ปริมาตรของกรดที่ใช้ไทเทรตกับตัวอย่าง (ลูกบาศก์เซนติเมตร)

B = ปริมาตรของกรดที่ใช้กับ Blank (ลูกบาศก์เซนติเมตร)

C = ความเข้มข้นของกรดในหน่วยนอร์มอล

D = น้ำหนักของดินตัวอย่าง (กรัม)

3. การหาปริมาณฟอสฟอรัสที่เป็นประโยชน์ของดิน

(Bray II and Murphy Riley method)

อุปกรณ์

- 1) เครื่องชั่งไฟฟ้า
- 2) ขวดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร
- 3) ปิเปต
- 4) ขวดรูปชมพู่ ขนาด 125 มิลลิลิตร
- 5) กระดาษกรอง เบอร์ 42
- 6) กรวยกรอง
- 7) เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

สารเคมี

1) สารละลาย 0.5 N HCI และ HCI เข้มข้น (37%W/W) 41.45 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่น แล้วปรับ ปริมาตรเป็น 1 ลิตร

2) สารละลาย 1NNH₄F ละลาย NH₄F 37 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 1000 มิลลิลิตร เก็บในขวดโพลีเอทิลีน

3) น้ำยาสกัด Bray II ผสม 0.5 N HCI 100 มิลลิลิตร และ 1N NH4F 15 มิลลิลิตร แล้วปรับ ปริมาตรให้เป็น 500 มิลลิลิตร (สารละลายนี้มีความเข็มข้น 0.03 NH4F และ 0.1 N HCI)

4) น้ำยาทำให้เกิดสี (Color developing solution) คือ Merphy'sreag ละลาย Ammonium Molybdate((NH₄)₆MO₇O₂₄4H₂O) 12 กรัม และ potassium antimony tartrare 0.0275 กรัม ใน น้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร ค่อยๆเติม conc H₂SO₄ 140 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันแล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร เก็บไว้ในขวดสีชา และสารละลายนี้ให้เตรียมใหม่ๆ 2 เดือน

5) สารละลาย 2.0 % Boric acid H_3BO_3 ละลาย H_3BO_3 2 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร

6) สารละลาย 2.5 % Ascorbic acid ละลาย L-ascorbic acid 2.5 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายใหม่ทุกครั้งที่ใช้

7) สารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัส 10 ppm ละลาย KH₂PO₄ (AR grade, อบที่ 105 C) 0.4393 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตร สารละลายนี้มีความเข็มข้น 100 pmm เจือ จางให้มีความเข็มข้น 10 ppm โดยปิเปตสารละลายนี้ 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวด ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตร 100 ppm เจือจางให้มีความเข้มข้น 10 ppm โดยปิเปตสารละลายนี้ 10 มิลลิลิตร ใส่ ในขวด ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตร

วิธีการทดลอง

1) ชั่งตัวอย่างดินที่ร่อนผ่านตะแกรงขนาด 2 มิลลิลิตร หนัก 5.00 กรัมใส่ในขวดรูปชมพู่ ขนาด 125 มิลลิลิตร

2) เติมน้ำยาสกัด Bray II 50 มิลลิลิตร ปิดปากขวดรูปชมพู่ โดยใช้จุกยาง แล้วเขย่าเป็นเวลา 1 นาที

3) กรองทันที่ผ่านกระดาษกรองเบอร์ 5 แล้วเก็บสารละลายที่กรองได้ไว้หาฟอสฟอรัส

4) ดูดตัวอย่างจากข้อ 3 มา 5ข15 มิลลิลิตร ใส่ในปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร เติม 2.0% H₃BO₃ ลง ไป 5 มิลลิลิตร เติม Merphy's reagent ลงไป 2 มิลลิลิตร และสารละลายกรด ascorbic 1 มิลลิลิตร ปรับปริมาตร ให้เป็น 25 มิลลิลิตร (สิของสารละลายจะเป็นสีน้ำเงิน)

5) ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อง 10 นาที เพื่อให้เกิดสิอย่างสมบูรณ์ (สีน้ำเงินจะคงที่อยู่ได้ นาน 24 ชั่วโมง) นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 870 นาโนเมตร เทียบกับกราฟมาตรฐานโดยใช้เครื่อง สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

6) เตรียมอนุกรมของสารละลายมาตรฐาน ให้มีความเข้มข้น 0,0.4,0.8,1.2,1.6 และ 2.0 ppm โดยปีเปตสารละลายมาตรฐาน 10 pmm P ปริมาตร 0,0.5,1,2,3,4 และ 5 มิลลิลิตร ตามดับ ใส่ในขวด ปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร แล้วดำเนินการเหมือนในข้อ 4 และ 5

การคำนวณ

	ปริมาณฟอสฟอรัสในดิน	=	ВСХ
			А
เมื่อ	น้ำหนักตัวอย่างดิน	=	A กรัม
	น้ำยา Bray no.ll	=	B มล.
	ค่าที่อ่านจากกราฟมาตรฐาน	=	X ppm
	อัตราส่วนเจือจาง	=	С

4. โพแทสเซียมทีเป็นประโยชน์

4.1 การเตรียมตัวอย่างดิน สารเคมี

 สารละลายแอมโมเนียนอะชิเตต : เตรียมโดยเจือจาง glacial acetic acid (CH₃COOH : 99%) 115 cm³ ด้วยน้ำปริมาตรประมาณ 1600 cm³ คนสารละลายด้วยเครื่องคนแม่เหล็ก ปล่อยทิ้งไว้ ให้อุณหภูมิของสารละลายลดลงใกล้อุณหภูมิห้องปรับ pH เป็น 7.0 ด้วยสารละลายเจือจางของกรดอะซิ ติก หรือแอมโมเนีย แล้วปรับปริมาตรสารละลายเป็น 2 dm³

 สารละลายมาตรฐาน K (Stock Standard Solution) : เตรียมจาก KCI (AR grade) โดยนำ สารนี้ไปอบที่อุณหภูมิ 100-110 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น แล้วชั่งสาร นี้มา 2.4972 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 cm³ เติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 25 cm³ จนท่วมสาร ค่อยๆเติม 1.0 M HCI (AR grade) ลงไปจน CaCO₃ ละลายหมด จากนั้นเติมกรดเพิ่มอีกประมาณ 25 cm³ แล้วปรับปริมาตรเป็น 1000 cm³ ด้วยน้ำกลั่น จะได้สารละลายซึ่งมีความเข็มข้น 1000 mg/dm³ เก็บสารละลายนี้ในขวด polyethylene และเก็บไว้ในที่มืด

อุปกรณ์และเครื่องแก้ว

1. Indutively Coupled Plasma

2. Dispenser ขนาด 25 cm³ และ 5 cm³

3. เครื่องชั่ง ความละเอียด 0.01 กรัม

4. Erlenmeyer flask ขนาด 250 cm³

5. Volumetric flask ขนาด 100 cm³

- 6. Volumetric flask ขนาด 25 cm³
- 7. Measuring pipet ขนาด 5 cm³
- 8. Plastic funnel

9. Whatman paper filter No 5

วิธีทดลอง

1. ชั่งดินตัวอย่างละ 5 กรัม ใส่ใน Erlenmeyer flask ขนาด 25 ${\rm cm}^3$

 2. เติมสารละลาย 1.0 M NH₄OAc pH 7.0 ลงไป 50 cm³ โดยใช้ dispenser แล้วนำไปเขย่า ด้วยเครื่อง orbital shaker นาน 30 นาที

3. กรองสารละลายลงใน Volumetric flask ขนาด 100 cm³ ผ่านกระดาษกรอง Whatman No 5แล้วล้างดินที่ค้างอยู่ใน Erlenmeyer flask ด้วย 1.0 M NH₄OAc pH 7.0 อีกประมาณ 30 cm³ และ กรองสารละลายทั้งหมดรวมกัน แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

4. เจือจางสารละลายมาตรฐาน K ลงให้มีความเข็มข้น 100 mg-K/dm³ (ปิเปต Stock Standard มา 10 cm³ ใส่ใน Volumetric flask ขนาด 100 cm³ แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น) สารละลายที่ได้เรียกว่า intermediate standard จากนั้นเจือจาง intermediate standard ด้วยน้ำ กลั่นให้มีความเข็มข้น 1, 2, 3 และ 4 mg-K/dm³ สารละลายที่ได้นี้เรียกว่า working standard 5. นำสารละลายที่เตรียมได้ในข้อ 3 และ 4 ไปวัดค่าปลดปล่อยแสงของ K ด้วยเครื่อง ICP (Indutively Coupled Plasma)

4.2 การวิเคราะห์โพแทสเซียมด้วยเครื่อง ICP (Indutively Coupled Plasma)

1. เปิดเครื่องมือตามขั้นตอนดังนี้

-ระบบแก็ส	Argon 80-120 psi, Nitrogen 40-120 psi, Ari 80-120 psi
-ระบบไฟฟ้า	Breaker, voltage stabilizer, UPS
-เครื่องมือ	เครื่อง ICP-OSE 1 ,Cooling System 2
-ระบบระบายอากาศ	เปิดระบบระบายอากาศ
-คอมพิวเตอร์	เข้าสู่ software winlab32

Software จะแสดงหน้า System Status เพื่อแสดงการเชื่อมต่อเครื่องมือและจะเข้าสู่หน้าใช้งานหลัก หน้าต่างการใช้งานหลัก

2. สร้าง Method เพื่อใช้งานตามขั้นตอนดังนี้

Click ที่ File — New — Method 1 เลือกที่ Default 2 และ Click Ok 3

ทำการตั้งค่าต่างๆดังนี้

2.1 Spectrometer-Define Element – Click ที่ Periodic table 1 เพื่อเปิดตารางธาตุทำ การเลือกธาตุ 2 และความยาวคลื่น 3 เพื่อใส่ลงในแถวที่กำหนด 4 และระบุ Function ของธาตุว่าเป็น ธาตุที่ต้องวิเคราะห์ (Analyte) หรือ Internal Standard (Int.Std.) 5

2.2 Spectrometer-Setting – เลือก Purge Gas Flow เป็น Normal 1 ในกรณีที่วิเคราะห์ ปกติและเลือก High ในกรณีที่วิเคราะห์ธาตุที่มีความยาวคลื่นต่ำ 190 nm, ตั้งเวลาการอ่านค่าต่ำสุด และสูงสุดในแต่ละธาตุ 3 (ตัวอย่างเช่น Min1 Max2 สำหรับการใช้งานที่ต้องการความเร็วMin2 Max 5 สำหรับงานทั่วไป,Min5 Max 10 สำหรับงานที่ต้องการความแม่นยำ)

ตั้ง Delay Time 10-15 วินาทีสำหรับการวิเคราะห์แบบ Manual และ 15-30 วินาทีสำหรับการ วิเคราะห์สำแบบใช้ Auto sampler , ตั้ง Replicate = 3

2.3 sampler-Plasma – ทำการติดตั้ง Plasma Condition และ Plasma View โดยเลือก ที่จะปรับทุกธาตุให้เหมือนกัน(Same For All Elements) 1 หรือตกแต่งในแต่ละธาตุ (vary by Element) 2 และเลือก Plasma View 3 ให้เป็น Axial (Sensitivity สูงเหมาะกับตัวอย่างของความ เข้มข้นต่ำ), Radial (Sensitivity ต่ำเหมาะกับตัวอย่างของความเข้มข้นสูง), Attn Axial (Axialที่มีการ ลดทอนสัญญาณ),และ Attn Radial (Radial ที่มีการลดทอนสัญญาณ) โดยทั่วไปการปรับ Plasme Condition อาจทำได้โดยหลักการดังนี้

Plasme Flow -ทั่วไปใช้ 15 L/min โดยอาจจะตั้งเพิ่มขึ้น (17-20) ในกรณีที่ต้องการ Plasma ที่ เสถียร

Aux Flow -ทั่วไปใช้ 0.2 L/min สำหรับ Aqueous Solution และ 1.0-1.2 L/min สำหรับ Organic Solution

Neb Flow –ทั่วไปใช้ 0.5-0.8 L/min สำหรับ Aqueous Solution และ 0.35-0.6 L/min สำหรับ Organic Solution ซึ่งการลด Nebulizer Flow ลงเล็กน้อยอาจทำไห้ Sensitivity ดีขึ้น

Power –ค่าเริ่มต้นจะใช้ 1300 Watt โดยอาจจะตั้งเพิ่มขึ้น (1400-1500 Watt) ในกรณีที่ต้องการ Plasma ที่เสถียร 2.4 Sampler-Peristaltic Pump –โดยทั่วไปจะใช้ Sampler Flow Rate = 1.50 ML/min และตั้ง Flush time เพื่อลดเวลา Delay ไว้ที่ 5-10 วินาทีสำหรับการวิเคราะห์แบบ Manual และ 10-20 วินาทีสำหรับการวิเคราะห์แบบใช้ Auto sampler

2.5 Sampler- Auto sampler – หากมี Auto sampler ส่วนใหญ่นิยมให้มีการล้างระหว่างตัวอย่าง (Between Sampler) 1 โดยตั้งอัตราการล้าง ; Rate ไว้ที่ 2.50 ml/min 2 และเวลาล้างไว้ที่ 10-30 วินาที

2.6 Process-Internal standard – หากมีการใช้ Internal standard จะต้องทำกรเลือก Internal standard ที่ใช้ในแต่ละธาตุ 1 และอาจระบุให้แสดงการแก้ไข้เป็น % 2

2.7 Calibration—Define standard – พิมพ์ตำแหน่งของ Auto sampler (1,2,3,4,5) ของ Blank standard และ Reagent Blank (ถ้ามี) ชื่อในแต่ละตำแหน่งขึ้นมาโดยอัตโนมัติ

2.8 Calibration –Calib Unit and Concentration – ใส่ความเข้มข้น Standard ทุกตัว ของธาตุ 1 และกำหนดหน่วยของ Standard เป็น mg/L 2

2.8 Calibration-Equations and Sample Units – ระบุสมการที่ต้องใช้ (นิยมใช้ Linear Through Zero)1 และกำหนดของตัวอย่างที่ต้องการ 2

2.10 Option- เลือกรายละเอียดที่ต้องการให้แสดง/ไม่แสดงในหน้า Result และหน้าที่พิมพ์ ออกมา (อาจไม่แสดง Replicate Data 1)

ทำการบันทึก Method โดย Click ที่ File →Save As→ Method 1ระบุชื่อที่ต้องการ2

3. สร้าง Sample Information File เพื่อใช้งานตามขันตอนดังนี้

Click ที่ File \rightarrow New \rightarrow Sample Info File 1 เลือกที่ Default 2 Click Ok 3

ระบุตำแหน่งบน - Auto sampler 1 ,ชื่อตัวอย่าง2, น้ำหนักที่ชัง 3,ปริมาตรที่เตรียม 4 และ การเจือจาง (โดยระบุปริมาตรที่ปีเปตมา5และปริมาตรที่เจอจางเป็น6) ทำการบันทึก Sample Information File โดย Click ที่ File →Save As→ Sample Info File 1 ระบุชื่อที่ต้องการ 2

4. ระบุชื่อ Result Data Set Name เพื่อบันทึกข้อมูลในการวิเคราะห์ดังนี้

ไม่ใช้ Auto sampler Click หน้า Manual 1

Click Open 1 เพื่อระบุชื่อต้องการบันทึก และช่อง Save Data จะถูก Check ไว้ 2ใช้ Auto sampler Click หน้า Auto

Click Open 1 เพื่อระบุชื่อต้องการบันทึก และช่อง Save Data จะถูก Check ไว้ 2

5. เปิดหน้าต่างเพื่อเตรียมพร้อมวิเคราะห์

Click เปิดหน้าต่างเพื่อแสดงผล Spectra 1,Result2, Calibration 3 และหน้าต่างวิเคราะห์ Manual หรือ Auto 4 โดยอาจจักหน้าต่างบันทึก Work Space เพื่อความสะดวกในการเรียกหน้าจอ กลับมาใหม่โดยไม่ต้อง โดย Click ที่ File →Save As→ Work Space 5 ระบุชื่อที่ต้องการ 6

6. จุด Plasma

- Setup Peristaltic Pump โดยล็อคสาย Peristaltic Pump ให้ถูกต้อง สาย Code สี ดำ-ดำ 1 สำหรับตัวอย่างเข้าเครื่อง

สาย Code สี แดง-แดง 2 สำหรับ Drain ออกจากเครื่อง

-คล้องตัวล็อค 3 เข้ากับ Pump สังเกตตัวล็อคให้เข้ากับสาย 4 ตรวจสอบให้เกี่ยวปรับความตึง 5 ไม่แน่นหรือหลวมเกินไป

-เปิดหน้าต่าง Plasma 1 และจุด Plasma โดย Click ที่ Plasma On2 รอ 45 วินาทีเพื่อ Purg ระบบ

เมื่อ Plasma ติด Pump จะทำงานเองโดยอัตโนมัติ ทำการ Warm Plasma ไว้ประมาณ 20-30 นาทีก่อนเริ่มวิเคราะห์โดยจุ่มในน้ำกลั่น

7. ทำการวิเคราะห์

สำหรับการวิเคราะห์แบบ Manual ให้ Click Analyze Blank 1, Analyze Standard 1,2,3....2, Analyze Reagent Blank 3, Analyze Sample 1,2,3,....4 สำหรับการวิเคราะห์แบบ Auto ให้ Click Analyze All 5, หรือ Calibrate 6 และตามด้วย Analyze Sample 7 หลังจากการวิเคราะห์ ให้ทำการล้างอุปกรณ์ Flush 2% HNO₃ ตามด้วยน้ำกลั่นประมาณ 5 นาที จากนั้นดับ Plasma โดย Click ที่ Plasma Off 1 และปลดล็อกสาย Peristaltic Pump

8. ปิดเครื่องมือตามขั้นตอนดังนี้

- คอมพิวเตอร์	ปิด software winlab32 และคอมพิวเตอร์
-เครื่องมือ	เครื่อง ICP-OSE และCooling System 2
-ระบบระบายอากาศ	ปิดระบบระบายอากาศ
-ระบบไฟฟ้า	ปิด voltage stabilizer, UPS, Breaker
- ระบบแก็ส	ปิด Argon, Nitrogen และAri พร้อมกับ Drain น้ำออกจาก
	Air Filter

4.3 การคำนวณ

ความเข้มข้นของ K คำนวณได้จากสูตร Exch. Cation = CfVs/W mg/kg

เมื่อ C = ความเข้มข้นของ K ในสารละลายที่คำนวณได้จาก โปรแกรม CalLib (mg/dm3)

- F = จำนวนเท่าที่ต้องเจือจางสารละลายสกัดก่อนนำไปวิเคราะห์
 (ปริมาตรสุทธิของสารละลาย ก่อนวิเคราะห์/ปริมาตรของสารละลายที่สกัด)
- Vs = ปริมาตรสุทธิของสารละลายที่สกัดได้ในที่นี้คือ 100 cm³

W = น้ำหนักดิน ในที่นี้คือ 5 กรัม

การวิเคราะห์โลหะหนัก

การวิเคราะห์โลหะหนักได้ใช้เครื่อง AAS AAS Quick Guide for PinAAcle 900F ซึ่งมีวิธีการใช้ เครื่องดังนี้

Flame 1. สร้าง Method เพื่อใช้งานตามขั้นตอนดังนี้

Click ที่ File --- New --- method (1) เลือกธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ (2) และ click OK (3)



1.1 Spectrometer-Define Element – หน้าแรกจะแสดงธาตุที่เลือก (1) โดยระบุความยาว คลื่น Slit ให้โดยอัตโนมัติ

efine Element		
Method Description:		Settings
Spectrometer		-
Element	Cu 🗸 🔫	
Wavelength (nm)		
Slit Width (nm)		
Signal		
Туре	····· [AA -]	
	(

 1.2 Spectrometer - setting - โดยปกติจะใช้เวลาอ่านค่า 3 วินาทีต่อซ้ำ (1) ซึ่งอาจปรับเพิ่มได้ (เช่น 5-10 วินาที) เมื่อต้องการผลที่สม่ำเสมอมากขึ้น โดยอาจตั้ง Delay Time (2) 5-10 วินาที เมื่อไม่ ใช้ Autosampler และ 10-20 วินาที เมื่อใช้ Autosampler โดยใช้การอ่านซ้ำ 2 ครั้งต่อตัวอย่าง (3)

Settings (1).	Define Elen
Read Parameters	Settings
Time (sec) 3.0	
Delay Time (sec) 0	
Vary by Sample Set	
Vary by Sample Set	
Vary by Sample Set Lamp Current: Use value entered in Lamp Setup window	
Vary by Sample Set Lamp Current: Use value entered in Lamp Setup window Use current (mA) 0	
Vary by Sample Set Lamp Current: Use value entered in Lamp Setup window Use current (mA) 0	

1.3 Sampler – Flame – ปกติ Software จะเลือกชนิดของ Oxidant (Air หรือ N₂O) (1) ให้ เหมาะกับธาตุที่เลือก โดยกำหนดอัตราการไหลให้โดยอัตโนมัติ

Oxidant		Air 👻	Autosamp
Oxidant Flow (L/min)		10.00 😂	
Acetylene Flow (L/mi	n)	2.50	
Viewing Height (mm)		0.00	

1.4 Sampler – Autosampler – หากมี Autosampler ส่วนใหญ่นิยมให้มีการล้างหลังจาก วิเคราะห์ตัวอย่าง (After all sollution) (1) โดยอาจตั้งเวลาล้างไว้ที่ 10 – 20 วินาที (2)

Wash			
Frequency:	Never		Autosamp
	After all solutions		
-/	Only after solution	ns exceeding limit	
1	After all solutions	+ extra time if solution exceeds limit	
Limit:	Absorbance	* > A	
		Wash Location 0 🜩	
Normal Time	(sec) 10	Extra Time (sec) 10	
		2	

1.5 Calibration-Equation and Units - ระบุสมการที่ต้องใช้ (นิยมใช้ Linear Through Zero)
 (1) และกำหนดหน่วยของ Standard (2) และหน่วยของตัวอย่าง (3) ที่ต้องการ

Calibration Equation	n	Units
Equation	Linear Through Zero	Standard
Maximum Decimal Plac	bes: 3 🛊	Initial Calibr
Maximum Significant Fi	gures: 4	1 Calibration Check
Units		Recalibratio
Calibration	mg/L	-2
Sample	mg/kg	-3
		T

1.6 Calibration-Standard Concentrations – ใส่ชื่อ (1) ความเข้มข้น (2) และตำแหน่ง บน Autosampler (3) ของ Standard ทุกตัว

Standard Co	oncentration	S			Units
	ID	Conc	A/S Loc. ^		Standard
Calib Blank	Calib Blank 1		1		Concentration
Reslope Std.					Initial Calibrat
Reagent Blank					Thindi Calibrat
Standard 1	Calib Std 1	0.25	2		Calibration
Standard 2	Calib Std 2	0.50	3	1	Check
Standard 3	Calib Std 3	1.0	4		
Standard 4	Calib Std 4	1.5	5	1	Hecalibration
Standard 5					1.00
Standard 6	1 🕇	T	T	_	J
Standard 7					
Standard 8	1		-		
	1	(2)	3		

ทำการบันทึก Method โดย click ที่ File -- Save As -- Method (1) และระบุชื่อที่ต้องการ (2)

New		C Bas	AD	Method Mobiled		
Open		Calib Manual Auto	Reproc Reprint Flame	Sample Into: Untitled	- Cu	
Save	•	nler (Spectrometer			
Save As	• M	lethod				
Save As Text Import from Results	 Sa Library Sa 	ample Info File Imple Info Design	1		17. 20	
Message	W	orkspace	1			
Print						
Print Setup						
Active Window Pre	Saus Method Ar		12			-
t de litte la contra		-				-
Utilities Exit	Name	ars\Public\PerkinElmer\AA	\Data\Methods\Methods.mdb	. 6	Browse	OK Cancel
Utilities Exit	Name Book	ars Public PerkinElmer VA	\Data\Methods\Methods.mdb	Description	Browse	OK Cancel
Utilities Exit	Name	ers/Public/PerkinElmer/AA	Date/Methods/Methods.mdb Date/Time 7/12/2011 5.24.51 PM 7/12/2011 4.08.55 Pv	Description	Browse	OK Cancel
Utilities Exit	Name Database Library C/Ular C/Ular Co 3+ Cu	SSTERE	Data/Wethods/Wethods.mdb Date / Time 7/12/2015 24:51 PM 7/12/2011 4:08:55 PM	Description	Browse	OK. Cancel
Uniinties East	Name Database Library CvUse Name Cr 3 Cu	Internet Internet Internet Internet Cr Cr Cr	AD ata Wethods Methods mdb Date / Time 7/12/2011 5 / 24 51 PM 7/12/2011 4 08 55 PM	Description	Browse	OK. Cancel

Flame 2. สร้าง Sample Information File เพื่อใช้งานตามขั้นตอนดังนี้ click ที่ File --- New --- Sample Info File (1) เลือกที่ Default (2) click OK (3)

E Edit Tools Analysis Optio	ns Window	v Help
New	*	Method D
Open	•	Sample Info File Vice Reprint Flame Sample Info: Unlitled
Save	itos	Impler Spectrometer
Save As	> pbe a	t location 0
Save As Text	•	
Import from Results Library	1.100	
Message		New Sample Information File
Print		
Print Setup	1.10	Available Designs OK -3
Active Window Preview		DEFAULT SID
Change Technique		
Utilities	101	
Exit	2	
		Help

ทำการบันทึก Sample Information File โดย click ที่ File --- Save As --- Sample Info File และระบุชื่อที่ต้องการ (2)

Edit Tools Analysis Option	15 Win	dow Help							_			
New	1	3 🗹	5	lõoo	0	-	•	Method	Cu Ana	lysis	Cu	
Open	1	its Callb	Manual	Auto	Reproc F	Reprint F	lame	Sample Info	Untilled			
Seve Ar		Mathed			Snectr	ometer		1000				
Seve As		Sample I	ofo File		-		-1	-				
Import from Results Library	-	Sample I	nfo Des	ion_			U					
					- 11							
Message		Workspa	CE									
Print Setup			r									
Artive Window Dreview			81	Save :	Sample I	nformatic	on File A	5				
				Save in:	📕 Sar	nple Inform	ation		. 0	1 🖻 🗔	-	
Change Technique				Name					Da	te modified	Ty	
Utilities				Peri	kinElmer	sif			8/2	3/2011 11:56	PM SI	
Exit												
										_	2	
							-			/		
				File came					-			
				rise hane		and and			-	- 38	ve	
				Save as t	ppe: Sa	moleinfo fi	le (*sf)			+ Car	loel	

Flame 3. ระบุชื่อ Results Data Set Name เพื่อบันทึกข้อมูลในการวิเคราะห์ดังนี้ Click Open (1) เพื่อระบุชื่อที่ต้องการบันทึก และช่อง Save Data จะถูก check ไว้ (2)





Flame 4. เปิดหน้าต่างเพื่อเตรียมพร้อมวิเคราะห์

Click เปิดหน้าต่างเพื่อแสดงผล Result (1), Calibration (2), และ/หรือ Flame (3) และ หน้าต่างวิเคราะห์ Manual หรือ Auto (4) โดยอาจจัดหน้าต่าง และบันทึกเป็น Workspace เพื่อ ความสะดวกสบายในการเรียกหน้าจอกลับมาใหม่ได้โดย click ที่ File --- Save As --- Workspace (5) ระบุชื่อที่ต้องการ (6)



le Edit Tools Analysis Optio	ons Window Help		
New	1 🖌 🖉 🖉 lino 🔿	Method Curarshyse	Cu
Save	- FURE Callo Mahual Auto Repo	o Preprint Flame Sample Infor Persund Iner	
Save As	 Method 	e al location 0	
Save As Text	Sample Info File		
Import from Results Library	Sample Info Design	the second second second second	
Message	Workspace.		
Print			
Print Setup	1		
Active Window Preview	5	Save Workspace File As	
Change Technique		Save in: 📕 Workspaces	· 0 0 0 0.
Utilities		Name	Date modified Ty
Exit		Auto.fim	8/29/2011 3:37 PM FL
		Manual.fim	8/29/2011 3:37 PM FL
			6
		/	
		Fie name: Manual	* Save

Flame 5. Setup Lamp

เปิดหน้าต่าง Lamp (1) และทำการ Setup Lamp ที่ต้องการใช้งานโดย click Set Up ที่ หมายเลข Lamp ที่ต้องการ (2) เครื่องมือจะทำการ Setup ให้โดยอัตโนมัติ และจะแสดงแถบพลังงาน (3) และค่าพลังงาน (4) ของ Lamp นั้น โดยอาจ warm Lamp ไว้ 5-10 นาที

			1							
💊 WinLab32 A	A Flame	e	/							
File Edit To	iols A	nalysis	Options Window	Help						
Vikspo MethEd	Samin	fc Lamps	Cont. Results	Calib Man	al Auto	Reproc	Reprint	Flame	Method: Cu Analysis Sample Info: PerkinElmer	Cu
Flame Ide			© Spectro ↑ ■ P	neter		<+→ Auto Prob	osampler ie at locatio	n 0		
Lamp Set	up			3						
AA BG					Eleme Wave Slit: Curre	ent: elength: nt(mA):	Cu 324.75 0.7 15		Energy 58	
Set Up	On / Off	Actual Current	Elements	Setup Elem	Lamp Type	Desired Current	Wave- length	Slit	Set Midscale	
Lamp 1 Lamp 2 Lamp 3	000	0	Co Cr,Cu,Ni,Ag Cu,Fe,Ni	Co Cr Cu	C-HCL C-HCL C-HCL	30 30 30	240.73 357.87 324.75	0.2 0.7 0.7	Background Corrector	
Lamp 5 Lamp 6	000	0	Lu	Lu	HCL	0	324.70	0.7	Lamp Information	
Lamp 7 Lamp 8	0	0			HCL	0		0.7	Apply	
	-									
2										

Flame 6. จุด Flame และ check sensitivity

เปิดหน้าต่าง Flame (1) และจุด Flame โดย click ที่ Flame On (2) เมื่อ Flame ติดให้ทำการ warm Flame ไว้ประมาณ 10-15 นาทีก่อนเริ่มการวิเคราะห์โดยจุ่มในน้ำ DI



ก่อนเริ่มการวิเคราะห์ จะทำการ check sensitivity โดยการ click ที่ Continuous Graphic (1)



จุ่ม Blank และ Set Zero (1) จากนั้น จุ่ม Standard ที่จะใช้ check sensitivity (มีค่า Absorbance ประมาณ 0.2) จดค่า Absorbance ที่ได้ (2)



คำนวณ Characteristic Concentration โดย click ที่ --- Analysis --- Characteristic Cone. (1) ระบุความเข้มข้นของ Standard ที่ใช้ (2) และค่า Absorbance ที่ได้ (3) กด Tab 1 ครั้งเพื่อ คำนวณค่า โดยค่าที่คำนวณได้ (4) ควรอยู่ในช่วง ± 20% ของค่าที่กำหนดไว้ (5)

	Print Analytical Header		🗘 🐁 🗰 Method: Cu Analysis Cu
kspo MethEd Sa	Cancel Analysis	81	Perroc Reprint Flame Sample Info. PerkinElmer
Flame	New Calibration		
a second second	Recall Calibration		
	Print Calibration Summary		
	Clear Calibration Blank		
	Clear Reagent Blank		
	Characteristic Concentration	-	
	Clear Results Display		
	Manual Analysis	,	Characteristic Concentration
	Automatic Gain Control	F2	
	Autozero Signal	F3	Element: Cu 324.75 Close
	Read	F4	
	Flame On/Off	F10	Sample concentration (mg/L) 1000
	Bleed Gases	Shift-F10	
	Autosampler	,	
	Performance Checks		Measured Value 0.025 mg/L - 4
			Comparison Values:
			Stainless Steel Nebulizer 0.077 mg/L Print

หากค่า Characteristic Concentration ที่ไม่ได้อยู่ในช่วง ± 20% โดยมีค่าน้อยกว่า 20% ส่วนใหญ่ เกิดจากการปนเปื้อนหรือเตรียม standard ไม่ถูกต้อง แต่หากมีค่าเกิน 20% ส่วนใหญ่เกิดจากการที่ เครื่องมือไม่ Optimize ซึ่งทำการ Optimize ได้โดยจุด Flame และ click ที่ Align Burner (1)



Click เลือก Automatically align the burner (2) และ click Next (3)



จุ่ม Blank และ click Adjust(4) เครื่องมือจะปรับระดับที่เหมาะสมในแนวตั้งให้โดยอัตโนมัติ เมื่อ ได้ตำแหน่งจะขึ้นข้อความ Vertical reference position found. ให้ click OK(5)

	Determine Vertical Position The vertical position is best determined with the flame off. However, if the wavelength is above 250 nm the flame can remain on while againsting a blank (a) 1. Turn of the flame or aspirate oblank if the wavelength is above 250 nm. 2. Olick on the Adjust burno below to start the procedure. This process could the averal minutes. Adjust Vertical Position (nm) 000 3. Click on Next > to determine the horizontal position.	VinLab32 Please note Vertical reference position found. The system has successfully found the position where the burner head is just below the light beam. the zero height position. Click on OK to remove this dialog from the screen. Then click on Next > to determine the horizontal reference position. [0012]	OK
--	--	---	----

จุ่ม Standard ที่จะใช้ check sensitivity และ click Adjust (6) เครื่องมือจะปรับระดับที่ เหมาะสมในแนวนอนให้โดยอัตโนมัติ เมื่อได้ตำแหน่งจะขึ้นข้อความ Horizontal reference position found. ให้ click OK (7) และ click Finish (8)

	Determine Horizontal Position The horizontal position must be determined with the flame on and aspirate a blank. Allow the flame is warm up for a few minutes. 1. furth the flame on and aspirate a blank. Allow the flame is warm up for a few minutes. 2. fifthe wavelength is below 25 6 the background corrector should be on. 3. Apprate a solution contraining the current element that will produce a signal of appreximately 0.2 absorbance units. 4. Click on the Adjustration below to start the procedure. Adjust Motional Position (ywp): 0.00 5. Click on finish to record the burner por start for use when performing analyses.	WinLab32 Please note Horizontal reference position found The system has successfully found the horizontal interemption where the maximum signal is measured. This position will be used for future measurements. Cick on OK to remove this dialog from the screen. Then cick on Firish to save the vertical and holick on Firish to save the screen. Then cick on Firish to save the screen mean block on Firish to save the screen mean block of Firish to	ОК
--	--	---	----

ใช้หน้า Continuous Graphic ที่ยังเปิดอยู่เพื่อปรับ Nebulizer โดยจุ่ม standard ที่ใช้ check sensitivity --- หมุน nebulizer ทวนเข็มนาฬิกาจนเกิดฟองอากาศปุดขึ้นที่สาย nebulizer --- หมุน nebulizer ตามเข็มนาฬิกา จนได้ค่า Absorbance สูงที่สุด --- บันทึกค่า Absorbance ที่ได้และ คำนวณหาค่า Characteristic Concentration อีกครั้ง



Flame 7. ทำการวิเคราะห์

สำหรับวิเคราะห์แบบ Manual ให้ click Analyze Blank (1), Analyze Standard 1,2,3,... (2), Analyze Reagent Blank (3), Analyze Sample 1,2,3,... (4)

Sample Progress	
Step. Idle	
Blank: Calb Blank 1 • Analyze Blank	Standard: Calib Std 1 Analyze Standard Conc
Sample No. Info. File: 1 PerkinElmer Open	QC: CCV - Analyze Q
ID: PerkinElmer_01 Details Anal Sam	yze 4
ID: PerkinElmer_01 Details Anal Sam Results Data Set Name: Inorganic Test Open	pie 4 During Analyset: V Save Data Print log
ID: PerkinElmer_01 Details Anal Sam Results Data Set Name: Inorganic Test Open Go to A/S Loc. >> 1 ÷	vze ple During Analyser: V Save Data Print log Read Delay Insct 0



หลังจากการวิเคราะห์ให้ทำการล้างอุปกรณ์โดยการ Flush 2% HNO₃ ตามด้วยน้ำ DI ประมาณ 5 นาที จากนั้นดับ Flame โดย click ที่ Flame Off (1) ปิด Acetylene และ N₂O (ถ้าใช้) และ click Bleed Gases (2) และปิด Lamp (3)