

**APPLICATION OF CONTINUOUS FLOW TECHNIQUE FOR  
SEQUENTIAL EXTRACTION AND FOR DETERMINATION  
OF PHOSPHORUS IN SOIL AND SEDIMENT**

**WARAWUT TIYAPONGPATTANA**

อภินันท์นาการ  
จาก  
บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยมหิดล

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENTS FOR  
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE  
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)  
FACULTY OF GRADUATE STUDIES  
MAHIDOL UNIVERSITY**

**2002**

**ISBN 974-04-1746-9**

**COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY**

4236981 SCAI/M: MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;  
M. Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : PHOSPHORUS / SEQUENTIAL EXTRACTION / A CONTINUOUS-  
FLOW SYSTEM / FLOW INJECTION / AUTOCLAVE DIGESTION /  
PEROXODISULFATE DIGESTION

WARAWUT TIYAPONGPATTANA: APPLICATION OF CONTINUOUS  
FLOW TECHNIQUE FOR SEQUENTIAL EXTRACTION AND FOR  
DETERMINATION OF PHOSPHORUS IN SOIL AND SEDIMENT. THESIS  
ADVISOR: DUANGJAI NACAPRICHA, Ph.D., JUWADEE SHIOWATANA,  
Ph.D. 138 p. ISBN 974-04-1746-9

A continuous-flow system was applied for speciation of inorganic phosphorus in soil and sediment using Hieltjes and Lijklema's sequential extraction scheme.

The results have demonstrated that the continuous-flow procedure is suitable for sequential extraction of phosphorus in soils and sediments. Advantages of the system over the conventional batch are the benefits of simplicity, rapidity, less risk of contamination and less vulnerability to changes in extraction conditions. In addition, contact time between the extractant and solid sample is minimized, which allows less opportunity for re-adsorption to occur. However there is one problem causing the system providing non-constant flow rate. For particular samples, pressure may be built up from clogging of hydroxy metal precipitation during the sequence of NaOH extractant.

The method of dissolution of phosphorus from sediments was first tested for its suitability with CRM soil and sediment materials. The results demonstrated that the dissolution method by peroxydisulfate with autoclave assisted digestion was appropriate and applicable for determination of phosphorus in solid residues left over the extraction process.

In another part of this work, a FI method for determination of phosphorus in sequential soil extract was developed. The FI system is based on the formation of molybdophosphoric acid and subsequent reduction to molybdenum blue with stannous (II) chloride. The working range was 0.0-1.0 mg P/L, with detection limit ( $3\sigma$ ) in  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , NaOH and HCl fractions of 0.003, 0.002 and 0.006 mg P/L, respectively. Average total recovery was 99% ( $n=24$ ). The method gave satisfactory high precision (RSD was lower than 1.17;  $n=10$ ). Sample throughput was at  $60 \text{ h}^{-1}$ . Tolerance limits of silicate interference in NaOH and HCl soil extracts were 600 and 1000 mg Si/L. Method comparison, performed on 24 samples, showed no significant difference between the FI method and the conventional batch method.

This implies that the FI method can be used as an alternative to the conventional method. Advantages of the FI method over the conventional method include higher sample throughput and better precision. Furthermore, this FI method can be fully automated. This method can be used in cooperation with the continuous flow system to speed up analysis time.

4236981 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์;

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

รารัฐ ดิยพงศ์พัฒนา : การประยุกต์ใช้เทคนิคการไหลอย่างต่อเนื่องสำหรับการสกัดแบบลำดับขั้นและการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสในดินและดินตะกอน (APPLICATION OF CONTINUOUS FLOW TECHNIQUE FOR SEQUENTIAL EXTRACTION AND FOR DETERMINATION OF PHOSPHORUS IN SOIL AND SEDIMENT) : คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : ดวงใจ นาคะปรีชา, Ph.D., ยวดี เชื้อววัฒนา, Ph.D. 138 หน้า. ISBN 974-04-1746-9

ในงานวิจัยนี้ได้ทดลองนำวิธีการสกัดที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องซึ่งได้พัฒนาขึ้นโดย Shiwatana และคณะ มาใช้ศึกษาการสกัดแบบลำดับขั้นของฟอสฟอรัสโดยอาศัยลำดับของ Hieltjes and Lijklema จากผลการทดลอง พบว่า การสกัดแบบลำดับขั้นที่ใช้ระบบการไหลอย่างต่อเนื่องมีข้อดีว่าการสกัดลำดับขั้นแบบ batch คือ วิธีการสกัดง่ายกว่า สะดวก รวดเร็วกว่า และลดโอกาสเกิดการปนเปื้อนและการดูดซับแบบย้อนกลับ แต่ปัญหาที่พบคือ ในบางตัวอย่างมีอัตราการไหลของระบบสกัดไม่คงที่ เนื่องจากเกิดการอุดตันจากการตกตะกอนของโลหะไฮดรอกไซด์ในระหว่างการสกัดด้วย NaOH

ในการทดสอบวิธีการย่อยฟอสฟอรัสจากดินตะกอนโดยใช้สารมาตรฐานอ้างอิงพบว่า วิธีการย่อยด้วย Autoclave digestion (acid peroxodisulfate) มีความเหมาะสมสำหรับการย่อยตัวอย่างดิน ดินตะกอนและของแข็งที่เหลือจากการสกัด

ในงานวิจัยนี้ยังได้พัฒนาระบบ Flow injection (FI) ขึ้นมาวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสในน้ำยาสกัดดินสูตรลำดับขั้น หลักการในการวิเคราะห์ระบบ FI อาศัยการเกิด molybdophosphoric acid และการเกิดรีดักชันของ molybdenum blue ด้วย stannous (II) chloride โดยให้สัญญาณที่มีความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงกับความเข้มข้นในช่วงความเข้มข้นของฟอสฟอรัส 0.0-1.0 มิลลิกรัมฟอสฟอรัสต่อลิตร ค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (3 $\sigma$ ) ในน้ำยาสกัด  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , NaOH และ HCl เท่ากับ 0.003, 0.002 และ 0.006 มิลลิกรัมฟอสฟอรัสต่อลิตร ตามลำดับ ร้อยละของการคืนกลับเฉลี่ยเท่ากับ 99% (n=24) วิธีการที่พัฒนานี้ให้ความแม่นยำของการวิเคราะห์ที่น่าพอใจคือ มีค่า %RSD ต่ำกว่า 1.17 (n=10) และสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ 60 ตัวอย่างต่อชั่วโมง นอกจากนี้ระดับปริมาณของซิลิเกตที่มีผลรบกวนการวิเคราะห์ในช่วงที่ยอมรับได้ในน้ำยาสกัด NaOH และ HCl เท่ากับ 600 และ 1000 มิลลิกรัมซิลิกอนต่อลิตร ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสที่ได้จากการสกัดแบบลำดับขั้นในตัวอย่างดิน 24 ตัวอย่าง เทียบผลการวิเคราะห์ของวิธี FI กับวิธีการวิเคราะห์แบบ batch ที่นิยมใช้กันทั่วไป พบว่าให้ผลการวิเคราะห์ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ

วิธี FI ที่พัฒนาขึ้นมาสามารถใช้แทนวิธี batch ได้ และยังมีข้อดีกว่าวิธี batch คือมีความรวดเร็วและแม่นยำสูงกว่า นอกจากนี้ยังสามารถพัฒนาให้เป็นวิธีการวิเคราะห์แบบอัตโนมัติได้ต่อไป เหมาะที่จะนำมาใช้ร่วมกับระบบสกัดที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องเพื่อทำให้การวิเคราะห์รวดเร็วยิ่งขึ้น