ข้อมูลข่าวสาร วศ.

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ
กม
อว 3

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

✓ เรื่องที่ 1

การศึกษาการใช้ catalyst ในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

โดย
นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม
นักวิทยาศาสตร์ 5

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3
กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

เรื่องที่ 1

การศึกษาการใช้ catalyst ในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

เลขหมู่ วน
ดม
ก3
เลขทะเบียน 9951
วันที่ 14 เม.ย. 44

โดย

นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม

นักวิทยาศาสตร์ 5

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
วน.

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ

คำนำ 1

เอกสารทางวิชาการ 1

วัตถุประสงค์ 2

หลักการวิเคราะห์ 3

ตัวอย่างที่ทำการศึกษาทดลอง 5

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 6

สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 6

วิธีการวิเคราะห์ทดลอง 7

ผลการทดลอง 10

วิจารณ์ผลการทดลอง 11

สรุปผลการทดลอง 12

ประโยชน์ที่ได้รับ 13

เอกสารอ้างอิง 14

ภาคผนวก ก 15

ภาคผนวก ข 17

บทคัดย่อ

ในการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่มีองค์ประกอบของ organic nitrogen จำเป็นต้องใช้ catalyst ชนิด HgO ในขั้นตอนการวิเคราะห์ แต่ HgO เป็นสารที่มีความเป็นพิษสูง ดังนั้นงานวิเคราะห์ปุ๋ยและวัตถุดิบ ฝ่ายวิเคราะห์สารเคมีทางการเกษตร กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ จึงได้ทำการศึกษาทดลองหา catalyst ชนิดอื่นที่ไม่เป็นพิษ หรือ เป็นพิษน้อยกว่า มาใช้ในขั้นตอนการวิเคราะห์ทดแทน ทั้งนี้เพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์ ให้สอดคล้องกับสภาวะการปัจจุบัน ลดอันตรายต่อผู้วิเคราะห์ และการเกิดมลภาวะของสารพิษ โดยทำการศึกษาทดลองใช้ catalyst ชนิด $CuSO_4$ และ Selenium reagent mixture ในการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีเกรดต่าง ๆ ที่มีปริมาณไนโตรเจนในช่วง 12-42% พบว่าผลวิเคราะห์เปรียบเทียบระหว่าง catalyst ชนิด HgO กับ catalyst ชนิด $CuSO_4$ และ Selenium reagent mixture ให้ผลการวิเคราะห์สอดคล้องกัน โดยมีค่าแตกต่างกันของผลวิเคราะห์อยู่ในช่วง 0 ถึง 0.3% ซึ่งความแตกต่างกันของผลวิเคราะห์ดังกล่าว มีผลสืบเนื่องมาจาก ขั้นตอนการผลิตปุ๋ยเคมีเชิงผสม ที่มีวิธีการนำธาตุอาหารและ filler ต่างๆคลุกเคล้าด้วยกันแล้วจึงปั้นเป็นเม็ดการรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันทำให้ธาตุอาหารในแต่ละเม็ดจึงมีความแตกต่างกัน

ผลที่ได้จากการศึกษาทดลองสามารถที่จะใช้ catalyst ชนิด $CuSO_4$ และ Selenium reagent mixture ทดแทน catalyst ชนิด HgO ที่เป็นสารพิษ ทำให้ลดอันตรายต่อผู้วิเคราะห์ เป็นการลดมลภาวะจากสารพิษทำให้สภาวะแวดล้อมดีขึ้น

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ

คำนำ 1

เอกสารทางวิชาการ 1

วัตถุประสงค์ 2

หลักการวิเคราะห์ 3

ตัวอย่างที่ทำการศึกษาทดลอง 5

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 6

สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 6

วิธีการวิเคราะห์ทดลอง 7

ผลการทดลอง 10

วิจารณ์ผลการทดลอง 11

สรุปผลการทดลอง 12

ประโยชน์ที่ได้รับ 13

เอกสารอ้างอิง 14

ภาคผนวก ก 15

ภาคผนวก ข 17

เรื่อง การศึกษาการใช้ catalyst ในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

คำนำ

ประเทศไทย เป็นประเทศที่มีประชากรประกอบอาชีพเกษตรกรรม ทำสวน ทำนา และทำไร่ เพื่อให้ได้ผลผลิตสูง เกษตรกรจึงได้นำปุ๋ยเคมีเข้ามาใช้ ในปุ๋ยเคมีมีธาตุอาหารหลักที่พืชต้องการ ได้แก่ ธาตุไนโตรเจน ธาตุฟอสฟอรัส และธาตุโพแทสเซียม ซึ่งธาตุอาหารหลักดังกล่าว พืชมีความต้องการแตกต่างกันไป ในแต่ละปีประเทศไทย ต้องสูญเสียเงินตราในการนำเข้าปุ๋ยเคมีจากต่างประเทศเป็นจำนวนมาก และเพื่อให้ได้ปุ๋ยที่เหมาะสมตามความต้องการของพืช มีปริมาณธาตุอาหารหลักเป็นไปตามที่ผู้ผลิตได้ระบุ จึงต้องมีการตรวจวิเคราะห์หาปริมาณธาตุอาหารหลักดังกล่าว ว่ามีปริมาณถูกต้องตามที่ระบุหรือไม่ ในการตรวจวิเคราะห์ วิธีการตรวจจำเป็นต้องใช้สารเคมีหลายชนิด มีสารเคมีบางชนิดที่เป็นอันตรายต่อทั้งผู้วิเคราะห์และก่อให้เกิดมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้น หากการตรวจวิเคราะห์ยังมีความจำเป็นต้องใช้สารเคมีเหล่านี้ ก็จะเป็นการเพิ่มอันตรายต่อผู้วิเคราะห์ และทำให้เพิ่มวิกฤตของสภาพแวดล้อมให้เลวร้ายยิ่งขึ้น งานวิเคราะห์ปุ๋ยและวัตถุดิบ ฝ่ายวิเคราะห์สารเคมีทางการเกษตร กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ ได้ริเริ่มพัฒนาและหาวิธีการวิเคราะห์โดยมุ่งเน้นสารเคมีที่ไม่เป็นพิษ หรือเป็นพิษน้อยกว่ามาใช้ทดแทนในการวิเคราะห์ และให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันหรือดีกว่า การศึกษาดังกล่าวเป็นการศึกษาเพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ย โดยใช้สารเคมี $CuSO_4$ และ Selenium เป็น catalyst ในการวิเคราะห์ ทดแทนการใช้สารเคมี HgO ที่เป็นอันตราย

เอกสารทางวิชาการ

ธาตุอาหารไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบสำคัญที่มีอยู่ในสารประกอบต่างๆในตัวพืช เป็นธาตุอาหารที่ทำให้พืชเจริญเติบโต เป็นองค์ประกอบสำคัญของโปรตีน ทำหน้าที่จับ

พลังงาน/.....

พลังงานแสงแดดในการสร้างอาหารของพืช ไนโตรเจนเป็นธาตุที่สำคัญมากในการส่งเสริม การเจริญเติบโตอย่างรวดเร็วของพืช พืชที่ได้รับไนโตรเจนอย่างเพียงพอใบจะมีสีเขียวสด มีความแข็งแรงโตเร็ว และทำให้พืชออกดอก มีผลที่สมบูรณ์ จึงถือได้ว่าธาตุไนโตรเจนเป็นธาตุอาหารหลักซึ่งพืชจะขาดไม่ได้ ธาตุไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีมีอยู่ 3 รูปแบบคือ

1. Ammonium nitrogen เช่น $(NH_4)_2SO_4$
2. Organic nitrogen ซึ่งอาจอยู่ในรูปของ amine หรือ amide เช่น urea
3. Nitrate nitrogen เช่น KNO_3

ปุ๋ยเคมีอาจมีไนโตรเจนในรูปแบบใดรูปแบบหนึ่ง หรือหลายรูปแบบผสมกัน การวิเคราะห์จะมีวิธีการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันไปตามรูปแบบของไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี วิธีการวิเคราะห์ไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีซึ่งประกอบด้วยไนโตรเจน ในรูปแบบที่ 1 และ 2 รวมกัน หรือในรูปแบบที่ 2 แต่เพียงอย่างเดียว ใช้วิธีวิเคราะห์จากหนังสือ AOAC (Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists.) ที่ 2.057 การวิเคราะห์โดยวิธีนี้ จำเป็นต้องใช้สารเคมีที่เป็นพิษคือ HgO เป็น catalyst ในการย่อยสลาย organic nitrogen ซึ่ง HgO เป็นสารเคมีที่อันตรายต่อมนุษย์ และสิ่งแวดล้อม ดังนั้นเพื่อเป็นการดำเนินการให้สอดคล้องกับแผนพัฒนาเศรษฐกิจและสังคมแห่งชาติฉบับที่ 7 ว่าด้วยการพัฒนาคุณภาพสิ่งแวดล้อม ด้วยการลดมลพิษทางน้ำทางอากาศ กากของเสียและสารอันตรายจึงได้ทำการศึกษาพัฒนาการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีโดยใช้ catalyst ชนิดอื่นที่ไม่เป็นพิษหรือ เป็นพิษน้อยกว่า catalyst ชนิด HgO จากการศึกษาค้นคว้าพบว่า $CuSO_4$ และ Selenium สามารถใช้เป็น catalyst ในขบวนการย่อยสลายสารอินทรีย์ไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีได้ จึงได้ทำการศึกษาทดลองเปรียบเทียบ วิธีวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี โดยการใช้ catalyst ชนิด HgO, $CuSO_4$ และ Selenium

วัตถุประสงค์/.....

วัตถุประสงค์

1. ศึกษาและเปรียบเทียบการใช้ catalyst ชนิดต่างๆ ที่เหมาะสม เพื่อทดแทนการใช้ HgO ที่ปนพิษ มีอันตรายต่อผู้วิเคราะห์และสิ่งแวดล้อม ในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

2. ศึกษาสารเคมีที่ใช้ประกอบในการวิเคราะห์ เพื่อสามารถใช้สารเคมีในอัตราที่เหมาะสม

3. เพื่อปรับปรุง และ พัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี ให้เหมาะสมกับสภาวะการปัจจุบัน

ระยะเวลาที่ทำการศึกษาทดลอง

ระยะเวลาที่ทำการศึกษาทดลอง เดือนมิถุนายน 2537 - เดือนธันวาคม 2537

หลักการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนด้วยวิธี Kjeldahl Method ซึ่งเรียกชื่อวิธีวิเคราะห์ตามผู้ที่คิดค้นวิธีนี้ คือ Kjeldahl โดยการทำลาย organic nitrogen ด้วย conc. sulfuric acid ที่ร้อน organic nitrogen จะเปลี่ยนเป็น ammonium sulfate เมื่อให้ทำปฏิกริยากับ strong base เช่น NaOH จะเกิด gas ammonia ทำการกลั่นเอา ammonia ออกมา แล้วจับด้วยสารละลายกรดมาตรฐาน เช่น H_2SO_4 หรือ H_3BO_3 แล้วจึงนำมา back titrate กับสารละลายมาตรฐาน NaOH หรือ titrate กับ สารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เป็นวิธีหาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในตัวอย่าง

ขั้นตอนที่สำคัญที่สุดในการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนคือ ขั้นตอนการ oxidise สารประกอบอินทรีย์ด้วย conc. H_2SO_4 ในขั้นตอนนี้ คาร์บอนในสารตัวอย่างจะ เปลี่ยนเป็น CO_2 และไฮโดรเจนจะเปลี่ยนเป็นน้ำ ส่วนไนโตรเจนในสารตัวอย่างที่อยู่ในรูป ของ amide หรือ amine จะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของ ammonium ion อยู่ในสารละลายของ H_2SO_4

การ oxidise สารประกอบอินทรีย์ด้วย conc. H_2SO_4 เพียงอย่างเดียว ต้องทำ

การย่อยสลาย/.....

การย่อยสลายสารเป็นเวลานาน จึงมีการปรับปรุงวิธีการให้รวดเร็วขึ้น โดยการเติมสารเพิ่ม boiling point ได้แก่ K_2SO_4 หรือ Na_2SO_4 ทำให้ H_2SO_4 เดือดเร็วขึ้น โดยที่การเติม K_2SO_4 ในปริมาณ 1.4 กรัม ต่อกรด H_2SO_4 1 มล. จะช่วยเพิ่ม boiling point ให้สูงขึ้นจากเดิม 320 C เป็น 370 C และการเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้น 10 C จะทำให้เวลาที่ใช้ในการย่อยสลายสารลดลงครึ่งหนึ่ง อย่างไรก็ตามการเพิ่มอุณหภูมิให้สูงเกินไป อาจทำให้เกิดการสูญหายของ ammonia ได้ ดังนั้นจึงไม่ควรใช้ K_2SO_4 ในปริมาณมาก

catalyst มีความจำเป็นสำหรับการย่อยสลายสารอินทรีย์ โดยจะช่วยเร่งปฏิกริยาในการ oxidise สารตัวอย่างให้เร็วขึ้น catalyst ที่ใช้ได้แก่ HgO, $CuSO_4$ และ Selenium ปฏิกริยาในการ oxidise สารประกอบอินทรีย์ไนโตรเจนด้วย conc. H_2SO_4 เป็นดังนี้

$$NH_2\text{-}R \xrightarrow[H_2SO_4]{\text{Catalyst}} (NH_4)_2SO_4$$

นำมากลั่นกับด่างเข้มข้น จะได้ ammonia ดังสมการ

$$(NH_4)_2SO_4 + 2\ NaOH \longrightarrow Na_2SO_4 + 2\ NH_3 + 2\ H_2O$$

$$NH_3 + H_2O \qquad NH_4OH$$

ไตเตรตหาปริมาณไนโตรเจน สามารถทำได้ 2 วิธีคือ

<u>วิธีที่ 1</u> รองรับ ammonia ที่เกิดขึ้นด้วยสารละลายกรดมาตรฐาน H_2SO_4 ดังปฏิกริยา

$$2\ NH_4OH + 2\ H_2SO_4 \longrightarrow (NH_4)_2SO_4 + 2\ H_2O$$

ไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH

$$(NH_4)_2SO_4 + 2\ NaOH \longrightarrow Na_2SO_4 + 2\ NH_3 + 2\ H_2O$$

<u>วิธีที่ 2</u> รองรับ ammonia ที่เกิดขึ้นด้วยสารละลาย H_3BO_3 ดังปฏิกริยา

$$2\ NH_4OH + H_3BO_3 \longrightarrow (NH_4)_3BO_3 + 3\ H_2O$$

ไตเตรต/.....

ไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4

$$3\ (NH_4)_3BO_3 + 3\ H_2SO_4 \longrightarrow 3\ (NH_4)_2SO_4 + 2\ H_3BO_3$$

ตัวอย่างที่ทำการศึกษาทดลอง

เป็นตัวอย่างปุ๋ยที่นำเข้าจากต่างประเทศ และปุ๋ยที่ผลิตภายในประเทศ

ตัวอย่างที่	เกรดปุ๋ย	บริษัทผู้ผลิต
1.	12-12-18	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
2.	13-13-21	บริษัท ชินแฮ เคมีคอลล์ จำกัด ประเทศเกาหลี
3.	13-13-21	บริษัท ดองบู เคมีคอลล์ จำกัด ประเทศเกาหลี
4.	13-13-21	บริษัท ชินแฮ เคมีคอลล์ จำกัด ประเทศเกาหลี
5.	14-5-20	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
6.	14-9-20	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
7.	14-14-14	บริษัท สยามเฆมี จำกัด ประเทศไทย
8.	15-15-15	บริษัท ชินแฮ เคมีคอลล์ จำกัด ประเทศเกาหลี
9.	15-15-15	บริษัท ดองบู เคมีคอลล์ จำกัด ประเทศเกาหลี
10.	15-15-15	บริษัท ชินแฮ เคมีคอลล์ จำกัด ประเทศเกาหลี
11.	39-0-0	บริษัท เจ. อาร์. ซิมพลอต ประเทศสหรัฐอเมริกา
12.	42-0-0	บริษัท เจ. อาร์. ซิมพลอต ประเทศสหรัฐอเมริกา

<u>หมายเหตุ</u> เกรดปุ๋ย 12-12-18 หมายถึงปริมาณของธาตุอาหารที่มีอยู่ในปุ๋ยอธิบายได้ดังนี้

- ตัวเลขชุดแรก 12 หมายถึง ในตัวอย่างปุ๋ยมีปริมาณธาตุอาหารไนโตรเจนทั้งหมด คำนวณเป็น N ร้อยละ 12.0
- ตัวเลขชุดที่สอง 12 หมายถึง ในตัวอย่างปุ๋ยมีปริมาณธาตุอาหารฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ คำนวณเป็น P_2O_5 ร้อยละ 12.0
- ตัวเลขชุดที่สาม 18 หมายถึง ในตัวอย่างปุ๋ยมีปริมาณธาตุอาหารโพแทสเซียมที่ละลายน้ำคำนวณเป็น K_2O ร้อยละ 18.0

เครื่องมือ/.....

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

Digestion & Distillation Nitrogen Apparatus

สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

1. conc. H_2SO_4 commercial grade
2. NaOH commercial grade
3. Na_2SO_4 anhydrous GR (Merck 6649)
4. HgO red GR (Merck 4466)
5. $CuSO_4.5H_2O$ GR (Merck 2790)
6. Selenium reagent mixture GR (Merck 8030)
7. conc H_2SO_4 GR (Merck 731)
8. NaOH GR (Merck 6495)
9. $Na_2S_2O_3.5H_2O$ GR (Merck 6516)

<u>หมายเหตุ</u> Selenium reagen mixture ประกอบด้วย

100 g. Potassium sulfate GR (Merck 5153)

10 g. Copper sulfate GR (Merck 2790)

2 g. Selenium nigrum GR (Merck 7714)

วิธีการ/.....

วิธีการวิเคราะห์ทดลอง

1. นำตัวอย่างปุ๋ยบดละเอียด ทดสอบในเบื้องต้นหาสารอินทรีย์สังเคราะห์ ชนิดยูเรีย โดยละลายด้วย acetone กรองส่วน filtrate ระเหยบน water bath ถ้าเกิดผลึกรูปเข็ม แสดงว่าปุ๋ยตัวอย่างมียูเรียเป็นองค์ประกอบ จึงเริ่มทำการวิเคราะห์ทดลองตามข้อ 2.

2. ชั่งตัวอย่างปุ๋ยในข้อ 1. ใส่ใน digestion vessel จำนวน 6 หลอด

2.1 digestion vessel หลอดที่ 1 และ 2 ใช้ชนิด Kjeldahl flask (เป็นขวด ก้นกลม คอยาว ความจุ 800 มล.) เติม Na_2SO_4 anhydrous 15 กรัม และ catalyst ชนิด HgO 0.7 กรัม แล้วเติม conc. H_2SO_4 ปริมาตร 25 มล. ทำการย่อยสลายสารบนเตาชนิดขดลวดไฟฟ้า ใช้เวลาในการย่อยสลาย 1.5-2 ชั่วโมง

2.2 digestion vessel หลอดที่ 3 และ 4 ใช้ชนิดขวดแก้วรูปทรงกระบอก ความจุ 200 มล. เติม Na_2SO_4 anhydrous 15 กรัม และcatalyst ชนิด $CuSO_4.5H_2O$ 0.6 กรัม แล้วเติม conc. H_2SO_4 ปริมาตร 20 มล. ทำการย่อยสลายสารบนเตาไฟฟ้าชนิดเครื่องย่อยลดความดัน ใช้เวลาในการย่อยสลาย 30-50 นาที

2.3 digestion vessel หลอดที่ 3 และ 4 ใช้ชนิดขวดแก้วรูปทรงกระบอก ความจุ 200 มล. เติม catalyst ชนิด Selenium reagent mixture 5-7 กรัม แล้วเติม conc. H_2SO_4 ปริมาตร 20 มล. ทำการย่อยสลายสารบนเตาไฟฟ้าชนิด เครื่องย่อยลดความดัน ใช้เวลาในการย่อยสลาย 30-50 นาที

3. ทำการย่อยสลายสารตัวอย่างในหลอดที่ 1, 2, 3, 4, 5 และ 6 จนกระทั่ง สารอินทรีย์ในตัวอย่างถูกทำลาย และ organic nitrogen ถูกเปลี่ยนอยู่ในรูป ammonium salt ทั้งหมด

4. กลั่น/.....

4. กลั่นกับด่างชนิด NaOH เข้มข้น โดย

4.1 ตัวอย่างที่ใช้ HgO เป็น catalyst ใช้ NaOH เข้มข้น 45% ปริมาตร 120 มล. และเติมสารละลาย $Na_2S_2O_3$ เข้มข้น 8% ปริมาตร 25 มล. (เพื่อกันไม่ให้ Hg จาก HgO ทำปฏิกริยากับ NH_3 ที่เกิดขึ้น โดย $Na_2S_2O_3$ จะทำปฏิกริยากับ HgO เกิดเป็น HgS ตกตะกอนสีดำในสารละลายที่ทำการกลั่น) ทำการกลั่นด้วยเครื่องกลั่นชนิดใช้ขดลวดไฟฟ้า เป็นตัวให้ความร้อน ใช้เวลาในการกลั่น 1-1.5 ชั่วโมง

4.2 ตัวอย่างที่ใช้ $CuSO_4$ และ Selenium reagent mixture เป็น catalyst ใช้ NaOH เข้มข้น 35% ปริมาตร 90 มล. ทำการกลั่นด้วยเครื่องกลั่นชนิดใช้ไอน้ำเป็นตัวให้ความร้อน ใช้เวลาในการกลั่น 5-6 นาที

5. รองรับ ammonia ที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มล.

6. ไตเตรตกลับด้วย สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 1 นอร์มาล ใช้ methyl red เป็น indicator

7. ทำ blank โดยการไตเตรตสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มล. ด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 1 นอร์มาล

8. คำนวณปริมาณของไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

$$\% \text{ Nitrogen} = \frac{(V_2 - V_1) * N_A * 0.01401 * 100}{W}$$

V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับ blank ในข้อ 7 , มล.

V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกลับในข้อ 6 , มล.

N_A คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน NaOH , นอร์มาล

W คือ น้ำหนักของตัวอย่างปุ๋ยที่ใช้วิเคราะห์ , กรัม

หมายเหตุ/.....

หมายเหตุ

ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ และสารอินทรีย์ไนโตรเจนโดยใช้ HgO เป็น catalyst จำเป็นต้องใช้ digestion vessel ชนิด Kjeldahl flask คอยาว ความจุ 800 มล. เนื่องจากการย่อยสลายสารอินทรีย์ด้วย catalyst ชนิดนี้เมื่อทิ้งไว้ให้เย็นจะเกิดเป็นก้อนแข็งสีขาว ซึ่งจะต้องนำมาละลายด้วยน้ำก่อนการกลั่น จากการทดลองพบว่าต้องใช้เวลาในการละลายนาน และต้องเขย่าอย่างแรง จึงไม่เหมาะสมที่จะใช้ digestion vessel ชนิดทรงกระบอก ความจุ 200 มล. เพราะสารอาจกระเด็นออกไป ทำให้ผลวิเคราะห์ผิดพลาด การย่อยสลายสารอินทรีย์ไนโตรเจนโดยใช้ catalyst ชนิด $CuSO_4$ เมื่อทิ้งไว้ให้เย็นเกิดเป็นก้อนแข็งสีขาวเช่นกันแต่ละลายได้ง่ายกว่า จึงสามารถใช้ digestion vessel ความจุ 200 มล.ได้ ส่วนการย่อยสลายสารอินทรีย์ไนโตรเจนโดยใช้ catalyst ชนิด Selenium reagent mixture เมื่อทิ้งไว้ให้เย็นจะเป็นสารละลายใส จึงไม่มีอุปสรรคในการละลาย สามารถใช้กับ digestion vessel ความจุ 200 มล. ได้เช่นกัน

ผลการทดลอง

ตัวอย่าง หมายเลข	เกรดปุ๋ย	ชนิดของ catalyst				
		HgO (a)	$CuSO_4$ (b)	SeO_2 (c)	a-b	a-c
		%N	%N	%N		
1.	12-12-18	13.1	13.3	13.4	-0.2	-0.3
2.	13-13-21	12.5	12.7	12.8	-0.2	-0.3
3.	13-13-21	12.6	12.7	12.6	-0.1	0.0
4.	13-13-21	12.6	12.4	12.5	0.2	0.1
5.	14-5-20	14.2	14.25	14.1	-0.05	0.1
6.	14-9-20	12.3	12.35	12.05	-0.05	0.25
7.	14-14-14	14.51	14.6	14.55	-0.09	-0.04
8.	15-15-15	14.65	14.86	14.85	-0.21	-0.2
9.	15-15-15	14.6	14.7	14.5	-0.1	0.1
10.	15-15-15	14.3	14.5	14.5	-0.2	-0.2
11.	39-0-0	39.85	39.54	39.71	0.31	0.14
12.	42-0-0	43.0	42.88	42.7	0.12	0.3

<u>หมายเหตุ</u> a, b และ c คือปริมาณไนโตรเจนที่ได้จากค่าเฉลี่ยของการทดลองแบบ duplicate โดยใช้ catalyst ชนิด HgO, $CuSO_4$ และ Selenium reagent mixture ตามลำดับ

a-b คือ ผลของความแตกต่างระหว่าง การวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนโดยใช้ HgO เป็น catalyst กับการใช้ $CuSO_4$ เป็น catalyst

a-c คือ ผลของความแตกต่างระหว่าง การวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจน โดยใช้ HgO เป็น catalyst กับการใช้ Selenium reagent mixture เป็น catalyst

วิจารณ์ผล/.....

วิจารณ์ผลการศึกษาทดลอง

จากการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีเกรด 12-12-18 พบว่า การวิเคราะห์ด้วยวิธีการใช้ $CuSO_4$ เป็น catalyst จะให้ผลการวิเคราะห์สูงกว่าการใช้ HgO เป็น catalyst 0.2% และเมื่อใช้ catalyst ชนิด Selenium reagent mixture แทน จะให้ผลการวิเคราะห์สูงกว่าการใช้ HgO เป็น catalyst 0.3%

เมื่อวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีเกรด 13-13-21 จำนวน. 3 ตัวอย่าง พบว่าปุ๋ยเคมีนี้ จำนวน 2 ตัวอย่าง เมื่อวิเคราะห์โดยใช้ $CuSO_4$ เป็น catalyst ให้ผลการวิเคราะห์สูงกว่าการใช้ HgO เป็น catalyst 0.1 ถึง 0.2 % และเมื่อใช้ Selenium reagent mixture เป็น catalyst ให้ผลวิเคราะห์สูงกว่าการใช้ HgO เป็น catalyst 0 ถึง 0.3% ส่วนปุ๋ยเคมีเกรด 13-13-21 อีก 1 ตัวอย่าง เมื่อวิเคราะห์โดยใช้ $CuSO_4$ เป็น catalyst ให้ผลการวิเคราะห์ต่ำกว่าการใช้ HgO เป็น catalyst 0.2% และเมื่อวิเคราะห์โดยใช้ Selenium reagent mixture เป็น catalyst ให้ผลการวิเคราะห์ต่ำว่าการใช้ HgO เป็น catalyst 0.1%

เมื่อทำการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีเกรดที่มีปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในช่วง 14% พบว่า ปุ๋ยเคมีเกรด 14-5-20 ปุ๋ยเคมีเกรด 14-9-20 และปุ๋ยเคมีเกรด 14-14-14 ก็ให้ผลของความแตกต่างของการใช้ catalyst แต่ละชนิดในช่วง $\pm$0.25% เช่นกัน

ปุ๋ยเคมีเกรด 15-15-15 จำนวน 3 ตัวอย่าง พบว่า เมื่อวิเคราะห์โดยวิธีการใช้ HgO เป็น catalyst เปรียบเทียบกับการใช้ $CuSO_4$ และ Selenium reagent mixture เป็น catalyst พบว่า ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบการใช้ catalyst แต่ละชนิด มีค่าแตกต่างอยู่ในช่วง $\pm$0.25% เช่นกัน

และเมื่อทำการทดลองโดยใช้ปุ๋ยเคมีที่มีปริมาณไนโตรเจนสูง ๆ ได้แก่ ปุ๋ยเคมีเกรด 39-0-0 และปุ๋ยเคมีเกรด 42-0-0 พบว่าการวิเคราะห์โดยใช้ HgO เป็น catalyst ให้ผลวิเคราะห์สูงกว่า การใช้ $CuSO_4$ และ Selenium reagent mixture เป็น catalyst 0.12-0.31% และ 0.14-0.3% ตามลำดับ

ในการศึกษาทดลองจะเห็นว่า ผลของการวิเคราะห์ไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี มีค่าแตกต่างกันอยู่ในช่วง $\pm$0.3% ทั้งนี้เนื่องจากปุ๋ยเคมีที่ทำการวิเคราะห์ ส่วนใหญ่ เป็นเป็นปุ๋ยเคมีเชิงผสม ซึ่งเป็นการผสมธาตุอาหารไนโตรเจน , ฟอสฟอรัส และโพแทสเซียม เข้าด้วยกัน โดยการคลุกเคล้าเข้ากัน หรือโดยการปั้นเม็ด ปุ๋ยเคมีมิได้รวมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน เช่นเดียวกับปุ๋ยเชิงเดี่ยว หรือปุ๋ยเชิงประกอบ และยังมีการเติม filler ต่าง ๆ ดังนั้นจึงทำให้ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบ การใช้ catalyst ชนิด HgO กับการใช้ catalyst ชนิด $CuSO_4$ และชนิด Selenium reagent mixture มีค่าแตกต่างอยู่ในช่วง $\pm$0.3% นอกจากนี้การวิเคราะห์ปุ๋ยตัวอย่างเดียวกัน โดยใช้ catalyst ชนิดเดียวกัน โดยทำการวิเคราะห์ ทดลองแบบ duplicate ปรากฏว่าผลการวิเคราะห์ ก็มีค่าแตกต่างกันในช่วง 0% ถึง 0.3% เช่นเดียวกัน ทั้งนี้ก็เป็นผลมาจาก การที่ปุ๋ยเคมีเป็นชนิดเชิงผสม หรือชนิดมีสารเรซิ่นเคลือบ

สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาทดลองนี้ กล่าวได้ว่า การใช้ catalyst ชนิด $CuSO_4$ และ ชนิด Selenium reagent mixture ให้ผลการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดสอดคล้องกันกับการใช้ HgO เป็น catalyst จึงสมควรที่จะมีการนำ $CuSO_4$ และ Selenium reagent mixture มาใช้เป็น catalyst ในการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีที่มีองค์ประกอบของสารอินทรีย์ไนโตรเจนทดแทน HgO ที่มีอันตรายต่อผู้วิเคราะห์และสภาวะแวดล้อม

ประโยชน์/.....

ประโยชน์ที่ได้รับ

1. สามารถเลือกใช้ catalyst ชนิด $CuSO_4$ และ Selenium reagent mixture แทน catalyst ชนิด HgO ในการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนที่มีความปลอดภัยต่อผู้ปฏิบัติงาน และสิ่งแวดล้อม

2. สามารถปรับปรุงและพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมี

3. สามารถนำผลจากการศึกษาทดลองไปพัฒนา เผยแพร่ และใช้กับการเรียนการสอน ในสถานศึกษาเคมีปฏิบัติ และสถาบันการศึกษาอื่น ๆ ได้

4. สามารถลดอัตราการใช้สารเคมีในการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

4.1 conc. H_2SO_4 ชนิด commercial grade ปริมาตร 50 มล. ลดลงเหลือปริมาตร 40 มล. คิดเป็นปริมาตรกรดที่ลดลง 10 มล. ต่อ ตัวอย่าง

4.2 NaOH ชนิด commercial grade เข้มข้น 45% ปริมาตร 120 มล. ลดลงเหลือ NaOH เข้มข้น 35%ปริมาตร 90 มล. คิดเป็นเนื้อสาร 45 กรัม ต่อ ตัวอย่าง

4.3 ไม่จำเป็นต้องใช้สารเคมี ชนิด $Na_2S_2O_3.5H_2O$ ในขั้นตอนการกลั่น

เอกสารอ้างอิง

1. Arthur I. Vogel. Determination of nitrogen by kjeldahl's method. A text-book of Quantitative Inorganic Analysis. Longmans, Green and Co, 1961, p. 256

2. Douglas A. Skoog and Donald M. West. Determination of Nitrogen in Organic Compound. Fundamental of Analytical Chemistry. Holt, Rinehart and Winston, Inc , 1969, p. 316-317

3. Foster Dee Snell and Leslie S. Ettre. Kjeldahl Method. Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis. Division of John Wiley & Sons Inc, 1972, vol 16, p. 459

4. G. Weiss. Hazardous Chemicals Data Book. Noyes Data Corporation, Mill Road, Park Ridge, New Jersey, 1986, p. 301, 656, 884

5. Kenneth Helrich. Improved Kjeldahl Method for Nitrate-free samples. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Arlington, Virginia, AOAC, 1990, p. 18-19

ภาคผนวก ก

ตารางแสดงคุณลักษณะของ catalyst

คุณลักษณะ	Copper Sulfate	Mercuric oxide	Selenium
ลักษณะทั่วไป	เป็นของแข็ง สีขาวจนถึง สีฟ้า ไม่มีกลิ่น ละลายได้ในน้ำ	เป็นของแข็ง สีแดง, สีส้ม หรือสีเหลือง ไม่มีกลิ่น ไม่ละลายน้ำ	เป็นของแข็ง สีน้ำตาลเข้มจนถึง สีน้ำเงินเข้ม มีกลิ่นเปรี้ยว ละลายได้ในน้ำ
ความเป็นพิษต่อสุขภาพ			
TLV	1.0 มก./ลบ.ม. คำนวณเป็น Cu	0.1 มก./ลบ.ม. คำนวณเป็น Hg	0.2 มก./ลบ.ม. คำนวณเป็น Se
LD_{50}	50-500 มก./กก. (หนู)	18 มก./กก. (หนู)	ไม่มีข้อมูล
TL_m	3.8 พี.พี.เอ็ม./ 24 ชม./ (ปลาเทร้าท์)	0.29 พี.พี.เอ็ม./ 48 ชม./ (ปลาทะเล)	12 พี.พี.เอ็ม./ 7 วัน/ (ปลาทอง)
LC_{50}	0.14 พี.พี.เอ็ม./ 24 ชม./ (กุ้งทะเล)	-	-

หมายเหตุ ในวงเล็บหมายถึง สัตว์ทดลอง

ภรณวิทยาศาสตร์บริการ

คุณลักษณะ	Copper Sulfate	Mercuric oxide	Selenium
ความเป็นพิษทางน้ำ	มีอันตรายต่อสัตว์น้ำแม้มีอยู่ในความเข้มข้นต่ำ ๆ และอาจเกิดอันตรายถ้าเข้าสู่ระบบน้ำดื่มน้ำใช้	ผลของการที่มี Mercuric oxide ในความเข้มข้นต่ำในน้ำยังไม่ทราบ แต่อาจเกิดอันตรายถ้าเข้าสู่ระบบน้ำดื่มน้ำใช้	มีอันตรายต่อสัตว์น้ำแม้มีอยู่ในความเข้มข้นต่ำ ๆ และอาจเกิดอันตรายถ้าเข้าสู่ระบบน้ำดื่มน้ำใช้

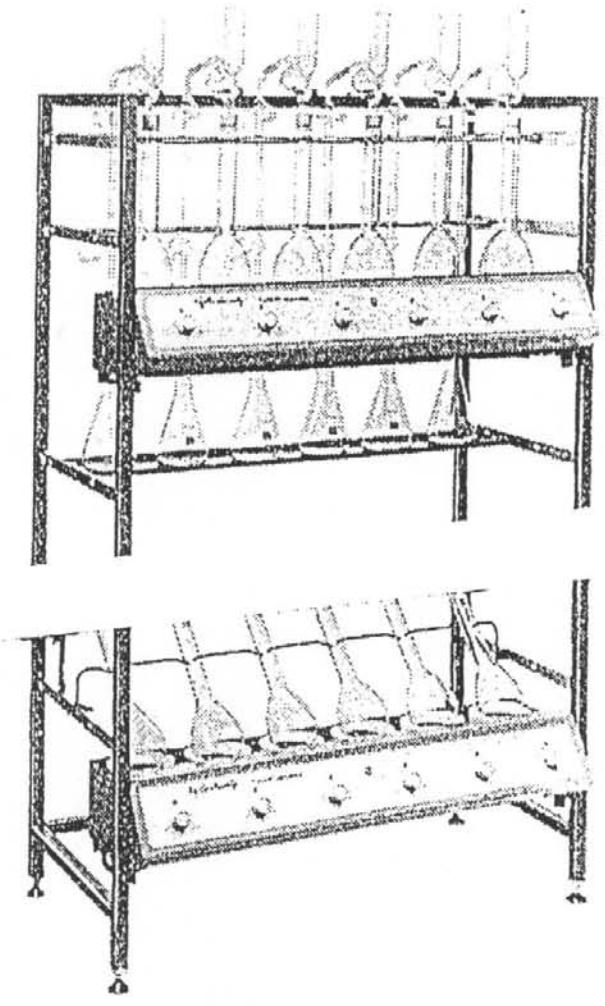
<u>หมายเหตุ</u> ดูคำอธิบายความหมายของคำในภาคผนวก ข

ภาคผนวก ข

คำอธิบายความหมายของคำ

1. $CuSO_4$ คือ Copper sulfate
2. HgO คือ Mercuric oxide
3. $(NH_4)_2SO_4$ คือ Ammonium sulfate
4. KNO_3 คือ Potassium nitrate
5. NaOH คือ Sodium hydroxide
6. H_2SO_4 คือ Sulfuric acid
7. H_3BO_3 คือ Boric acid
8. K_2SO_4 คือ Potassium sulfate
9. Na_2SO_4 คือ Sodium sulfate
10. $Na_2S_2O_3$ คือ Sodium thiosulfate
11. R-NH_2 คือ Amine หรือ Amide โดยที่ R คือ Alkyl group หรือ Acyl group
12. catalyst หมายถึง สารเคมีที่ใช้เติมเพื่อเร่งให้เกิดปฏิกริยาเร็วขึ้น
13. digestion vessel หมายถึง ภาชนะสำหรับใส่สารที่ทำการย่อยสลาย
14. organic nitrogen หมายถึง สารประกอบไนโตรเจนที่อยู่ในรูปสารอินทรีย์ เช่น ยูเรีย
15. filler หมายถึง ตัวเติมที่ใช้เติมในการผสมปุ๋ยเพื่อให้ได้เกรดตามที่ต้องการ
16. TLV คือ Threshold Limit Value หมายถึง ปริมาณต่ำสุดของสารเคมีที่ยอมให้มีได้ในอากาศที่ไม่ทำให้เกิดอันตรายต่อมนุษย์
17. LD_{50} คือ Median Lethal Dosage หมายถึง ปริมาณของสารเคมีที่ทำให้สัตว์ทดลอง (สัตว์บก) ตาย 50%
18. TL_m คือ Median Tolerance Limit หมายถึง ปริมาณของสารเคมีที่ทำให้สัตว์ทดลอง (สัตว์น้ำ) แสดงอาการผิดปกติ หรือตาย 50%
19. LC_{50} คือ Median Lethal Concentration หมายถึง ปริมาณของสารเคมีที่ทำให้สัตว์ทดลอง (สัตว์น้ำ) ตาย 50%

ภาคผนวก ค

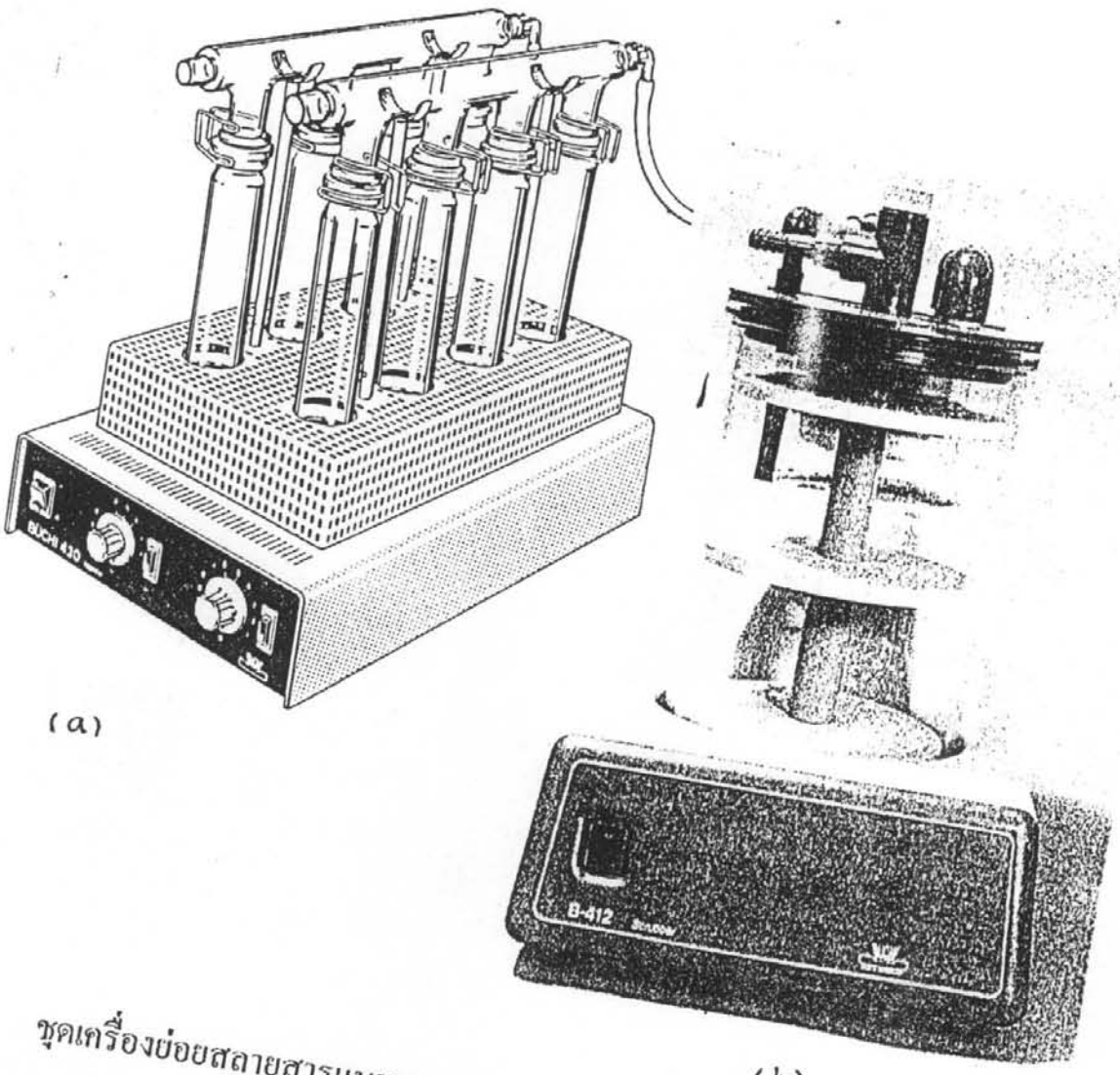


(b)

(a)

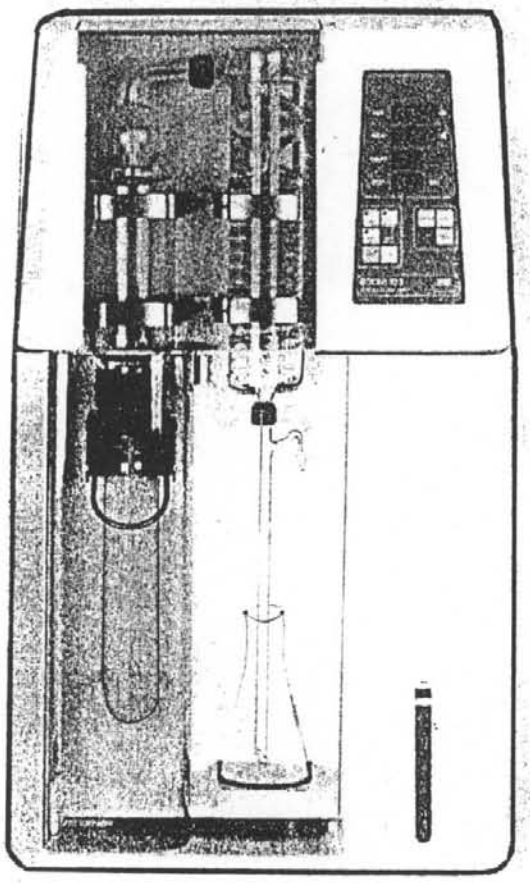
ชุดเครื่องวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจน

- a คือ เครื่องย่อยสลายสารชนิดใช้ขดลวดไฟฟ้าเป็นตัวให้ความร้อน
- b คือ เครื่องกลั่นชนิดใช้ขดลวดไฟฟ้าเป็นตัวให้ความร้อน



(a) (b)

ชุดเครื่องย่อยสลายสารแบบลดความดัน
- a คือ เครื่องย่อยสลายสารชนิดใช้ขดลวดเป็นตัวให้ความร้อน
- b คือ เครื่องดูดไอกรด และลดความดัน



ชุดเครื่องกลั่นชนิดใช้ไอน้ำเป็นตัวให้ความร้อน