ข้อมูลข่าวสาร วศ.

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

วศ
กม
อว 5

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

เรื่องที่ 3

การศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

โดย
นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม
นักวิทยาศาสตร์ 5

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3
กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

เรื่องที่ 3

การศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

เอกสาร วฟ
กม
อ 5
เลขทะเบียน 9953
วันที่ 14 พ.ย. 44

โดย

นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม

นักวิทยาศาสตร์ 5

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
วฟ.

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

งานวิเคราะห์ปุ๋ยและวัตถุดิบ ฝ่ายวิเคราะห์สารเคมีทางการเกษตร ให้ความร่วมมือในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม แก่ฝ่ายวิเคราะห์เคมีภัณฑ์ และผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมเคมี โดยวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน ตาม AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method ซึ่งเป็นวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเคมี ปรากฏว่าพบปัญหาในการวิเคราะห์ในวิธีนี้ คือ สารส้มบางตัวอย่างไม่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนได้ จึงทำการศึกษาค้นหาสาเหตุที่ไม่สามารถวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มและศึกษาเพื่อหาวิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสม จากการศึกษาหาสาเหตุพบว่าตัวอย่างสารส้มที่ส่งมาขอความร่วมมือในการวิเคราะห์มีความแตกต่างจากตัวอย่างปุ๋ยเคมี คือ มีความเป็นกรดสูง pH 2.8 และมีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน <0.3% จำเป็นต้องเพิ่มปริมาณตัวอย่างสารส้มในการวิเคราะห์ จากการเพิ่มปริมาณตัวอย่างสารส้มมีผลทำให้การเติม magnesium oxide (MgO) ปริมาณ 2 กรัมตามที่ระบุในวิธี AOAC ไม่สามารถทำให้ตัวอย่างสารส้มมีสภาวะความเป็นด่างที่เพียงพอที่จะกลั่นแอมโมเนียออกมาได้ และจากการศึกษาวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มจากเอกสารทางวิชาการพบว่าให้ใช้ sodium hydroxide (NaOH) เป็น reagent ในการวิเคราะห์ จึงได้ทำการศึกษาทดลองโดยใช้ NaOH เข้มข้น 35% (ความเข้มข้นที่ 35% เป็นไปตามข้อกำหนดของคู่มือประกอบการใช้เครื่องกลั่น Buchi Distillation Unit ในการวิเคราะห์) ผลการศึกษาสามารถสรุปได้ดังนี้ ใช้วิธีกลั่น NaOH เข้มข้น 35% ปริมาณ 40 มิลลิลิตรกับตัวอย่างสารส้มปริมาณ 5-10 กรัม เป็นวิธีวิเคราะห์และปริมาณที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม.

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ

บทที่ 1. ความรู้ทั่วไปเรื่องสารส้ม 1

1.1 คำนำ 1

1.2 วัตถุประสงค์ 1

1.3 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับสารส้ม 2

1.4 ประโยชน์ของสารส้ม 2

1.5 สารส้มตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม 4

1.6 สิ่งเจือปน (impurities) ต่าง ๆ ที่มีอยู่ในสารส้ม 7

บทที่ 2. การวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน 8

2.1 การวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

วิเคราะห์ตาม Nessler's Test 8

2.1.1 หลักการวิเคราะห์ 8

2.1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ 8

2.1.3 สารเคมีที่ใช้หรือสารละลายและวิธีเตรียม 9

2.1.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ 9

2.1.5 วิธีคำนวณ 10

2.1.6 ผลการวิเคราะห์ 11

2.1.7 ข้อดีของการวิเคราะห์ 11

2.1.8 ข้อเสียของการวิเคราะห์ 11

2.2 การวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

วิเคราะห์ตาม AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method 12

2.2.1 หลักการวิเคราะห์ 12

2.2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ 12

2.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ 12

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.2.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ 13

2.2.5 วิธีคำนวณ 13

2.2.6 ผลการวิเคราะห์ 14

2.2.7 วิจารณ์ผลการวิเคราะห์ 14

2.3 สรุปปัญหาที่พบ 15

2.3.1 ปัญหาที่พบในวิธีวิเคราะห์ตาม Nessler's Test 15

2.3.2 ปัญหาที่พบในวิธีวิเคราะห์ตาม AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method 15

บทที่ 3. การค้นหาสาเหตุที่ไม่สามารถวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม ด้วยวิธี Magnesium Oxide Method 16

แนวการค้นหาสาเหตุ 16

3.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของความเป็นกรด-ด่าง ตามปริมาณตัวอย่างสารส้มและตัวอย่างปุ๋ยที่มีการเติม magnesium oxide 16

3.1.1 ตัวอย่างศึกษาทดลอง 16

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 16

3.1.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์ 17

3.1.4 ผลการวิเคราะห์ 17

3.1.5 วิจารณ์และสรุปผลการศึกษาทดลอง 18

3.2 การศึกษาการเปลี่ยนแปลง pH ของตัวอย่างสารส้มที่เติม magnesium oxide 19

3.2.1 ตัวอย่างศึกษาทดลอง 19

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 19

3.2.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์ 19

3.2.4 ผลการวิเคราะห์ 19

3.2.5 วิจารณ์ผลการศึกษาทดลอง 20

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 4. การศึกษาการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม โดยวิธีกลั่นกับ Sodium Hydroxide (NaOH) 21

4.1 การศึกษาเบื้องต้น 21

4.1.1 เอกสารทางวิชาการ 21

4.1.2 หลักการวิเคราะห์ 21

4.2 ขอบเขตของการศึกษา 22

4.3 การศึกษาปริมาณ sodium hydroxide (NaOH) ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม 22

4.3.1 ตัวอย่างศึกษาทดลอง 22

4.3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 22

4.3.3 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 23

4.3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ 23

4.3.5 วิธีคำนวณ 24

4.3.6 ผลการวิเคราะห์ 24

4.3.7 วิจารณ์ผลการศึกษาทดลอง 24

4.4 การศึกษาปริมาณที่เหมาะสมของตัวอย่างสารส้มที่ใช้ในการวิเคราะห์ 25

4.4.1 ตัวอย่างศึกษาทดลอง 25

4.4.2 เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 25

4.4.3 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 26

4.4.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ 26

4.4.5 วิธีคำนวณ 26

4.4.6 ผลการวิเคราะห์ 27

4.4.7 วิจารณ์ผลการศึกษาทดลอง 27

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.5 การศึกษาผลของการ carry over ของ sodium hydroxide (NaOH) ที่ใช้ในการกลั่นตัวอย่างสารส้ม 28

4.5.1 หลักการศึกษา 28

4.5.2 ตัวอย่างศึกษาทดลอง 28

4.5.3 เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 28

4.5.4 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 28

4.5.5 ขั้นตอนการวิเคราะห์ 29

4.5.6 ผลการศึกษาทดลอง 29

4.5.7 วิจารณ์ผลการวิเคราะห์ 30

4.6 ศึกษาเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์จากผลวิเคราะห์ 31

4.6.1 ผลวิเคราะห์ 31

4.6.2 วิจารณ์ผลเปรียบเทียบ 32

4.6.3 สรุปผลการศึกษาเปรียบเทียบ 32

บทที่ 5 บทสรุป 33

5.1 สรุปสาเหตุที่ไม่สามารถวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนตาม AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method 33

5.2 สรุปผลการศึกษาและวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม 33

5.3 ประโยชน์ที่ได้รับ 35

เอกสารอ้างอิง 33

ภาคผนวก ก เครื่องชั่งไฟฟ้า ชนิดชั่งได้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม 37

ภาคผนวก ข เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) 38

ภาคผนวก ค เครื่องกลั่น Buchi Distillation Unit 39

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1.1	คุณลักษณะทางเคมีของสารส้มอุตสาหกรรม	5
1.2	คุณลักษณะทางเคมีของสารส้มเภสัชกรรม	6
2.1	ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม โดยวิธี Nessler's Test	11
2.2	ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม วิเคราะห์ตาม AOAC	14
3.1	ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของความเป็นกรด-ด่าง ตามปริมาณตัวอย่างสารส้ม และตัวอย่างปุ๋ยที่มีการเติม magnesium oxide และปริมาณเกลือแอมโมเนียม	17
3.2	ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลง pH ของตัวอย่างสารส้มที่มีการเติม MgO ปริมาณต่างๆ กัน และปริมาณเกลือแอมโมเนียม	19
4.1	ผลการวิเคราะห์ปริมาณ NaOH ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียม ไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม	24
4.2	ผลการวิเคราะห์ปริมาณที่เหมาะสมของตัวอย่างสารส้มที่ใช้ในการวิเคราะห์	27
4.3	ผลวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนด้วยวิธีกลั่นกับ NaOH	30
4.4	ผลวิเคราะห์หลังจากคำนวณหักลบค่า carry over ของด่างจากการกลั่นด้วย NaOH	30
4.5	เปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์จากผลการศึกษาทดลองวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียม ไนโตร เจนในตัวอย่างสารส้ม	31

เรื่อง การศึกษาวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

บทที่ 1. ความรู้ทั่วไปเรื่องสารส้ม

1.1 คำนำ

งานวิเคราะห์ปุ๋ยและวัตถุดิบ ฝ่ายวิเคราะห์สารเคมีทางการเกษตร มีหน้าที่วิเคราะห์ปริมาณธาตุอาหารหลัก ธาตุอาหารรอง และธาตุอาหารเสริมในตัวอย่างปุ๋ย และให้ความร่วมมือแก่หน่วยงานอื่นในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจน ฟอสฟอรัส โพแทสเซียม โซเดียมฯลฯ ในตัวอย่างอื่น ๆ นอกเหนือจากตัวอย่างปุ๋ย เช่น ให้ความร่วมมือในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม วิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตทั้งหมด และฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์ในตัวอย่าง Dicalcium phosphate แก่ฝ่ายวิเคราะห์เคมีภัณฑ์ และผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมเคมี ให้ความร่วมมือในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในตัวอย่าง Collocid PD และตัวอย่าง Polyamine 77 แก่ฝ่ายวิเคราะห์เคมีประยุกต์ เป็นต้น

ตัวอย่างที่ส่งมาขอความร่วมมือ จะวิเคราะห์ตามวิธี AOAC (Official Method Of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists.) จากการวิเคราะห์พบว่าตัวอย่างสารส้มไม่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนตามวิธี AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method ได้ จึงทำการศึกษาเพื่อหาวิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสมและให้ผลการวิเคราะห์เป็นไปอย่างถูกต้องในการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

1.2 วัตถุประสงค์

1. ค้นหาสาเหตุว่า เหตุใดจึงไม่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนโดย Magnesium Oxide Method ได้
2. ศึกษาและหาวิธีที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

1.3 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับสารส้ม

สารส้ม เป็นสารประกอบอนินทรีย์ชนิดเกลือซัลเฟตของอลูมิเนียม มีลักษณะเป็นผลึกก้อนใส ไม่มีสี มีผลึกเป็นรูปแปดเหลี่ยม ละลายน้ำได้ดี มีรสเปรี้ยวปนเฝื่อน และฝาด เตรียมจากการทำปฏิกริยาระหว่าง sulfuric acid กับ แร่ bauxite

สารส้มที่ใช้ในทางอุตสาหกรรม และในทางเภสัชกรรม แบ่งออกเป็น 3 ชนิดดังนี้

1. สารส้มชนิดเกลือซัลเฟตของอะลูมิเนียม หรืออะลูมิเนียมซัลเฟต [$Al_2(SO_4)_3$. xH_2O] มีสองลักษณะคือ ลักษณะแรกเป็นผงหรือก้อนสีขาว ปราศจากกลิ่น สิ่งเจือปน และสารที่เป็นพิษต่อร่างกาย ละลายน้ำได้ ทำจากสารที่มีอะลูมินาสูง เช่น อะลูมินาไตรไฮเดรต หรือ บอกไซด์ กับกรดกำมะถัน และลักษณะที่สองเป็นน้ำโดยเป็นสารละลายของสารส้มกับน้ำในอัตราส่วนที่เท่ากันโดยน้ำหนัก

2. สารส้มชนิดเกลือเชิงซ้อนของโปตัสเซียม หรือโปแตชอะลัม [$Al_2(SO_4)_3 K_2SO_4 .24H_2O$] มีลักษณะเป็นผลึกใสไม่มีสี หรือเป็นผงสีขาว ซึ่งใช้ในทางเภสัชกรรมผสมยาบางตำหรับ เช่นยาขับปัสสาวะให้ใส ยาฟอกโลหิต หรือยาระงับกลิ่นตัวในเครื่องสำอางบางชนิด สารส้มชนิดนี้ต้องบรรจุในภาชนะที่ปิดได้สนิทและสะอาด เพื่อป้องกันสิ่งแปลกปลอม

3. สารส้มชนิดเกลือเชิงซ้อนของแอมโมเนียม หรือแอมโมเนียมอะลัม [$Al_2(SO_4)_3 (NH_4)_2SO_4.24H_2O$] มีลักษณะเป็นผลึกไม่มีสี ละลายน้ำได้ดี หรืออาจเรียกว่าสารส้มก้อนใส จะมีสารเติมเข้าไปเพื่อประโยชน์ในทางการค้า ทำให้เป็นผลึกใส แต่ไม่ได้ใช้ประโยชน์รวมอยู่ด้วย เหมาะที่จะใช้ในอุตสาหกรรมซึ่งมีความจำเป็นที่จะต้องใช้สารส้มบริสุทธิ์มาก ๆ เช่น ใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษ

1.4 ประโยชน์ของสารส้ม

1. ใช้ในอุตสาหกรรมผลิตกระดาษ

จากคุณสมบัติของ aluminium sulfate ที่สามารถ hydrolyse ได้ง่าย เกิดเป็น aluminium hydroxide [$Al(OH)_3$] และ sulfuric acid ซึ่งสารทั้ง 2 ชนิด (ที่ได้จากการ hydrolyse) สามารถนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมผลิตกระดาษโดย aluminium hydroxide

สามารถใช้เป็น sizing agent (ตัวช่วยเพิ่มคุณภาพกระดาษ) และ sulfuric acid ใช้ในการทำลายฤทธิ์ความเป็นด่างของเยื่อกระดาษในขั้นตอนการผลิต

2. ใช้ในการผลิตน้ำประปา

โดย aluminium sulfate จะทำปฏิกริยากับ carbonate ในน้ำ เกิดเป็น aluminium hydroxide ซึ่งมีลักษณะเป็นตะกอนวุ้น และมีประจุบวก คุณสมบัตินี้สามารถทำให้สิ่งเจือปนในน้ำที่อยู่ในลักษณะอนุภาคชนิด colloid ที่มีประจุลบ ยึดเกาะติดกับ aluminium hydroxide ที่มีประจุบวก เกาะกันเป็นกลุ่มใหญ่ขึ้น ทำให้ง่ายต่อการกรอง หรือตกตะกอนเอาสิ่งสกปรก (impurity) เหล่านี้ออกไป

3. ใช้ในการทำความสะอาดน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม

การใช้ aluminium sulfate ในการทำความสะอาดน้ำเสีย จะมีประสิทธิภาพ เมื่อใช้กำจัดของแข็งที่แขวนลอย หรือพวกที่มีลักษณะเป็นวุ้น aluminium sulfate จะเกิดปฏิกริยา hydrolysis และทำปฏิกริยากับ carbonate ในน้ำเกิดเป็น aluminium hydroxide เกิดเป็นตะกอนวุ้น และจับกับสิ่งสกปรกที่มีประจุลบ ทำให้เกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มใหญ่ และง่ายต่อการแยกออกโดยการตกตะกอน หรือการกรองออกไป

4. ใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตสี

ใช้ในการผลิต alumina white และ aluminium phosphate ที่เป็นสารสำคัญในอุตสาหกรรมการผลิตสีจำพวก หมึกพิมพ์

5. ใช้ในการผลิตสิ่งทอกันน้ำ

สารละลายของเกลืออลูมิเนียม รวมทั้ง aluminium sulfate เมื่อเติมลงในสารละลายของสบู่ ที่มีผ้าฝ้าย หรือสิ่งทอชนิดอื่น ๆ อยู่ด้วย จะทำให้ตะกอน aluminium soap ที่เกิดขึ้น ถูกจับด้วยเส้นใย เมื่อถูกทำให้แห้ง จะทำให้ได้สิ่งทอที่มีคุณสมบัติกันน้ำจากฝักบัว หรือกันการซึมของฝนเป็นเวลาหลายชั่วโมง ดังนั้นกรรมวิธีนี้จึงเหมาะที่จะใช้ผลิตเสื้อกันฝน และเสื้อผ้าอื่น ๆ ที่ต้องการคุณสมบัติในการกันน้ำจากฝักบัว

6. ใช้ในการทำยาบางชนิด

ตะกอนวุ้นของ aluminium hydroxide ที่ได้จากสารตั้งต้นคือ aluminium sulfate สามารถใช้ในการทำเป็นยารักษาโรคกระเพาะ และรักษาอาการระคายเคืองบริเวณกระเพาะอาหาร นอกจากนี้ยังใช้ผสมในยาสีฟัน

1.5 สารส้มตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

ประเทศไทยโดยสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม ได้กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมสารส้ม ตาม มอก. 165-2528 ดังนี้

สารส้มสามารถแบ่งตามลักษณะการใช้งานเป็น 2 ประเภท คือ สารส้มอุตสาหกรรม และสารส้มเภสัชกรรม

สารส้มอุตสาหกรรม แบ่งออกเป็น 3 ชนิด คือ

ชนิดที่ 1. เกลือซัลเฟตของอะลูมิเนียม หรืออะลูมิเนียมซัลเฟต $[Al_2(SO_4)_3. xH_2O]$

แบ่งออกเป็น 3 ชั้นคุณภาพ คือ - ชั้นคุณภาพที่ 1,

- ชั้นคุณภาพที่ 2

และ - ชั้นคุณภาพที่ 3

ชนิดที่ 2. เกลือเชิงซ้อนของโปตัสเซียม หรือโปแตชอะลัม $[Al_2(SO_4)_3 K_2SO_4.24H_2O]$

ชนิดที่ 3. เกลือเชิงซ้อนของแอมโมเนียมหรือแอมโมเนียมอะลัม

$[Al_2(SO_4)_3 (NH_4)_2SO_4.24H_2O]$

สารส้มเภสัชกรรม แบ่งออกเป็น 3 ชนิด คือ

ชนิดที่ 1. เกลือซัลเฟตของอะลูมิเนียม หรืออะลูมิเนียมซัลเฟต $[Al_2(SO_4)_3. xH_2O]$

ชนิดที่ 2. เกลือเชิงซ้อนของโปตัสเซียม หรือโปแตชอะลัม $[Al_2(SO_4)_3 K_2SO_4.24H_2O]$

ชนิดที่ 3. เกลือเชิงซ้อนของแอมโมเนียมหรือแอมโมเนียมอะลัม

$[Al_2(SO_4)_3 (NH_4)_2 SO_4.24H_2O]$

และได้กำหนดคุณลักษณะทางเคมีของสารส้มอุตสาหกรรม และสารส้มเภสัชกรรม ดังตารางที่ 1.1 และตารางที่ 1.2

ตารางที่ 1.1 คุณลักษณะทางเคมีของสารส้มอุตสาหกรรม

รายการที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด				
		ชนิดที่ 1			ชนิดที่ 2	ชนิดที่ 3
		ชั้นคุณภาพที่ 1	ชั้นคุณภาพที่ 2	ชั้นคุณภาพที่ 3		
1	สารที่ไม่ละลายในน้ำ ร้อยละของน้ำหนักไม่เกิน	0.3	0.3	0.3	0.02	0.02
2	ความเป็นกรด-ด่าง (pH) ไม่น้อยกว่า	2.8	2.8	2.5	3.0	-
3.	อะลูมินา(เทียบเป็น Al_2O_3) ร้อยละของน้ำหนักไม่น้อยกว่า	16.0	16.0	15.0	-	-
4	เกลือแอมโมเนียม (เทียบเป็น NH_3) ร้อยละของน้ำหนักไม่เกิน	0.03	0.03	0.03	0.2	-
5	เหล็ก (เทียบเป็น Fe) ร้อยละของน้ำหนักไม่เกิน	0.1	0.1	2.0	0.01	0.01
6	โลหะหนัก(เทียบเป็น Pb) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมไม่เกิน	40	-	-	30	40
7	แคดเมียม(เทียบเป็น Cd) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมไม่เกิน	-	4	4	-	-
8	ตะกั่ว(เทียบเป็น Pb)มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมไม่เกิน	-	20	20	-	-
9	ปรอท(เทียบเป็นHg)มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมไม่เกิน	-	0.4	0.4	-	-
10	โครเมียม(เทียบเป็น Cr) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมไม่เกิน	-	20	20	-	-
11	อาร์เซนิก (เทียบเป็น As_2O_3) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	5.0	5.0	20.0	3.0	3.0
12	มังกานีส (เทียบเป็น Mn) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมไม่เกิน	50	50	50	-	-
13	โปแตซอะลัม ร้อยละของน้ำหนัก ไม่น้อยกว่า	-	-	-	98.0	-
14	แอมโมเนียมอะลัม ร้อยละของน้ำหนัก ไม่น้อยกว่า	-	-	-	-	98.0

ตารางที่ 1.2 คุณลักษณะทางเคมีของสารส้มเภสัชกรรม

รายการที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด		
		ชนิดที่ 1	ชนิดที่ 2	ชนิดที่ 3
1	สารที่ไม่ละลายในน้ำ ร้อยละของน้ำหนักไม่เกิน	0.02	0.01	0.01
2	ความเป็นกรด-ด่าง (pH) ไม่น้อยกว่า	2.9	3.0	-
3.	อะลูมินา(เทียบเป็น Al_2O_3) ร้อยละของน้ำหนักไม่น้อยกว่า	16.6 ถึง 17.6	-	-
4	เกลือแอมโมเนียม (เทียบเป็น NH_3) ร้อยละของน้ำหนักไม่เกิน	0.025	0.100	-
5	เหล็ก (เทียบเป็น Fe) ร้อยละของน้ำหนักไม่เกิน	0.004	0.002	0.002
6	โลหะหนัก(เทียบเป็น Pb) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมไม่เกิน	40	10	10
7	ทองแดง (เทียบเป็น Cu)	ผ่านการทดสอบ	ผ่านการทดสอบ	ผ่านการทดสอบ
8	สังกะสี (เทียบเป็น Zn)	ผ่านการทดสอบ	ผ่านการทดสอบ	ผ่านการทดสอบ
9	อาร์เซนิก (เทียบเป็น As_2O_3) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	3.0	3.0	3.0
10	มังกานีส (เทียบเป็น Mn) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมไม่เกิน	20	-	-
11	อัลคาไลเอิร์ท ร้อยละของน้ำหนัก ไม่เกิน	0.40	3	0.25
12	โปแตซอะลัม ร้อยละของน้ำหนัก ไม่น้อยกว่า	-	99.0	-
13	แอมโมเนียมอะลัม ร้อยละของน้ำหนัก ไม่น้อยกว่า	-	-	99.0

1.6 สิ่งเจือปน (impurities) ต่าง ๆ ที่มีอยู่ในสารส้ม

สิ่งเจือปนในสารส้มแบ่งได้เป็น 7 ชนิดคือ

1. โลหะ alkalies และ alkaline earths
2. โลหะหนัก (heavy metal) ได้แก่ chromium, manganese, titanium, vanadium, cadmium, iron, lead ฯลฯ
3. เกลือแอมโมเนียม (ammonium salt)
4. คลอไรด์ (chloride)
5. สารหนู (As_2O_3)
6. สารที่ไม่ละลายน้ำ (insolubles)
7. ความชื้น (moisture)

ammonium salt จัดเป็นสิ่งเจือปน (impurity) ชนิดหนึ่งในตัวอย่างสารส้มที่จำเป็นต้องมีการตรวจวิเคราะห์ปริมาณตามที่ระบุไว้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

บทที่ 2. การวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน

2.1 การวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม วิเคราะห์ตาม Nessler's Test

2.1.1 หลักการวิเคราะห์

ผู้คิดค้นวิธีนี้เป็นคนแรกคือ J. Nessler พบว่าเกลือเชิงซ้อนที่เกิดจากปฏิกริยาของ mercuric iodide (HgI_2) กับ potassium iodide (KI) ในสารละลายที่มีสภาวะเป็นด่าง สามารถทำปฏิกริยากับ ammonia(NH_3) เกิดสารเชิงซ้อนชนิดใหม่ที่มีสีน้ำตาลแดง น้ำตาลปนส้ม ส้มหรือสีเหลือง โดยที่สารประกอบเชิงซ้อนนี้จะอยู่ในสภาพคอลลอยด์ แขวนอยู่ชั่วขณะหนึ่ง จากนั้นก็จะตกตะกอน เนื่องจากว่าสารคอลลอยด์ที่เกิดขึ้นทำให้สารละลายมีสีและความเข้มของสีก็เป็นปฏิภาคโดยตรงกับสารคอลลอยด์นี้ ดังนั้นจึงสามารถหาปริมาณไนโตรเจนในช่วงที่สารอยู่ในสภาพคอลลอยด์

ปฏิกริยาตามขั้นตอนสรุปได้ดังนี้

ขั้นที่ 1. การเกิดเกลือเชิงซ้อนของ potassium mercuric iodide

$$HgI_2 + KI \xrightarrow{KOH} K_2[HgI_4]$$

ขั้นที่ 2. การเกิดสารคอลลอยด์สีเหลืองส้ม

$$NH_4Cl + 2\,K_2[HgI_4] + 4\,KOH \rightarrow \left(O\begin{matrix}Hg\\ \\ Hg\end{matrix}\begin{matrix}H\\ \\ \end{matrix}N\text{-}H\right)^{+} I^{-} + KCl + 7\,KI + H_2O$$

2.1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

หลอดเทียบสี ขนาดความจุ 50 มิลลิลิตร และ 100 มิลลิลิตร

2.1.3 สารเคมีที่ใช้หรือสารละลายและวิธีเตรียม

- สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (ร้อยละ 3 น้ำหนักต่อปริมาตร)

ละลายแอนไฮดรัสโซเดียมคาร์บอเนต 3 กรัมในน้ำ แล้วเติมน้ำให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร

- สารละลายโปตัสเซียมโซเดียมตาร์เตรต

ละลายโปตัสเซียมโซเดียมตาร์เตรต 100 กรัมในน้ำ 200 มิลลิลิตร ใช้ถ้วยแก้วกรองขนาด 3G 4 กรองสารละลายแล้วเติมสารละลายเนสเลอร์ลงไป 10 มิลลิลิตร

- สารละลายเนสเลอร์

บดเมอร์คุริกไอโอไดด์ 35 กรัมในน้ำ 50 มิลลิลิตรให้ละเอียดด้วยที่บด แล้วเติมโปตัสเซียมไอโอไดด์ 25 กรัมหลังจากละลายแล้วค่อย ๆ เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เย็นซึ่งเตรียมโดยละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 200 กรัมในน้ำประมาณ 800 มิลลิลิตร เติมน้ำให้มีปริมาตร1000 มิลลิลิตรเก็บสารละลายนี้ในขวดสีน้ำตาลและใช้เฉพาะของเหลวส่วนบน

- สารละลายมาตรฐานแอมโมเนีย

ละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ 0.314 กรัมในน้ำจำนวนเล็กน้อย ถ่ายสารละลายลงในขวดแก้วตวงแล้วเติมน้ำให้มีปริมาตร 1000มิลลิลิตรใช้ปิเปตดูดสารละลาย 50 มิลลิลิตรใส่ในขวดแก้วตวงอีกใบหนึ่งแล้วเติมน้ำให้มีปริมาตร 1000 มิลลิลิตร (สารละลายนี้ 1 มิลลิลิตร จะมีปริมาณแอมโมเนีย 0.005 มิลลิกรัม)

2.1.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์

นำสารส้มตัวอย่างมาประมาณ 5 กรัม หรือสารส้มน้ำประมาณ 10 กรัม ชั่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นนอน แล้วนำไปละลายน้ำที่มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร ถ่ายสารละลายลงในขวดแก้วตวงแล้วเติมน้ำให้มีปริมาตร 500 มิลลิลิตร ใช้ปิเปตดูดสารละลายมา 25 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดเทียบสีขนาดความจุ 100 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตลงไป 5

มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร ค่อย ๆ เขย่าหลอดแล้วตั้งทิ้งไว้เพื่อให้อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ตกตะกอน นำสารละลายส่วนที่เป็นของเหลว จำนวน 50 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดเทียบสีขนาดความจุ 50 มิลลิลิตร เพื่อใช้เป็นสารละลายตัวอย่าง

นำสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียที่มีปริมาตรแตกต่างกันในช่วง 0 ถึง 10 มิลลิลิตร แยกใส่ลงในแต่ละหลอดเทียบสีซึ่งมีขนาดความจุ 50 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำให้มีปริมาตร 50 มิลลิลิตร เพื่อใช้เป็นสารละลายเทียบสี ใส่สารละลายโปตัสเซียมโซเดียมตาร์เตรต 2 มิลลิลิตร และสารละลายเนสเลอร์ 1 มิลลิลิตร ลงในทุก ๆ หลอดของสารละลายตัวอย่างและสารละลายเทียบสี เขย่าให้เข้ากันแล้วตั้งทิ้งไว้ 10 นาที เพื่อให้สีสารละลายเข้มขึ้น

เปรียบเทียบสีของสารละลายตัวอย่างกับสีของสารละลายเทียบสี และให้ถือว่าปริมาตรสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียเท่ากับปริมาณเกลือแอมโมเนียมของสารละลายตัวอย่างเมื่อมีสีใกล้เคียงกันมากที่สุด

2.1.5 วิธี คำนวณ

ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น NH_3),

$$\text{ร้อยละของน้ำหนัก} = \frac{0.005 * N * 100}{S * \frac{25}{500} * \frac{50}{100}}$$

เมื่อ N คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานแอมโมเนีย, มิลลิลิตร

S คือ น้ำหนักหรือปริมาณของสารส้มตัวอย่าง, มิลลิกรัม

0.005 คือ ปริมาณแอมโมเนียในสารละลายมาตรฐาน 1 มิลลิลิตร, มิลลิกรัม

25/500 คือ ปริมาตรของตัวอย่างสารส้มที่ปิเปตมาวิเคราะห์ 25 มิลลิลิตรจากปริมาตรทั้งหมด 500 มิลลิลิตร

50/100 คือ ปริมาตรของตัวอย่างสารส้มที่ปิเปตมาวิเคราะห์ 50 มิลลิลิตรหลังจากเติม reagent ชนิด Na_2CO_3 และเจือจางเป็น 100 มิลลิลิตร

2.1.6 ผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 2.1 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม โดยวิธี Nessler's Test

หมายเลขตัวอย่าง	ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น NH_3), ร้อยละ
A	> 0.04
B	> 0.04
C	> 0.04
D	> 0.04

2.1.7 ข้อดีของการวิเคราะห์

สามารถใช้ในการตรวจหาตัวอย่างที่มีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนน้อย ๆ ได้ โดยสามารถตรวจหา (detect) ปริมาณแอมโมเนีย ได้ต่ำถึง 0.1 พีพีเอ็ม โดยปกติวิธีนี้จะใช้ตรวจหาปริมาณแอมโมเนียในช่วง 0.1 ถึง 1.2 พีพีเอ็ม

2.1.8 ข้อเสียของการวิเคราะห์

1. เมื่อเติม Nessler's reagent ลงใน ammonium salt แล้ว แม้จะมีการทำปฏิกริยากันระหว่าง ammonia กับ Nessler's reagent ก็ยังไม่สามารถมองเห็นสีที่เกิดขึ้นได้ทันที จะต้องตั้งทิ้งไว้ระยะเวลาหนึ่งจึงจะเห็นสีที่เกิดขึ้น

2. การวิเคราะห์วิธีนี้ เป็นการวิเคราะห์โดยการเทียบสีที่เกิดขึ้นของสารตัวอย่างกับสารละลายมาตรฐาน ดังนั้นค่าที่ได้จากการวิเคราะห์จึงเป็นค่าโดยประมาณของปริมาณแอมโมเนีย ไม่สามารถบอกเป็นค่าที่แท้จริงได้

3. มีช่วงระยะเวลาจำกัดในการเทียบสี เพราะจะต้องเทียบสีก่อนที่สารตัวอย่างจะเกิดการรวมตัว (flocculation) และจะต้องเทียบสีในช่วงที่สารละลายอยู่ในลักษณะ colloid เท่านั้น.

2.2 การวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม วิเคราะห์ตาม AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method

2.2.1 หลักการวิเคราะห์

หลักการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวอย่างด้วยวิธีนี้ ทำโดยกลั่นสารตัวอย่างกับ magnesium oxide (MgO) ในน้ำจะเกิด ammonia (NH_3) ขึ้น รองรับแอมโมเนียที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลายมาตรฐาน sulfuric acid (H_2SO_4) จากนั้นไตเตรตกลับด้วยสารละลายมาตรฐาน sodium hydroxide (NaOH) หรือรองรับแอมโมเนียที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลาย boric acid (H_3BO_3) และไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน sulfuric acid

ปฏิกริยาการเกิด ammonia (NH_3)

$$MgO + \text{ammonium salt} + H_2O \rightarrow NH_3 \uparrow$$

2.2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- Buchi Distillation Unit

2.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

- สารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- MgO ชนิด carbonate free
- methyl red

2.2.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- ชั่งตัวอย่างสารส้ม 5-10 กรัม ใส่ใน distillation vessel
- เติม MgO 2 กรัม
- เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร
- ทำการกลั่นสารตัวอย่างด้วย Buchi Distillation Unit เป็นเวลา 5 นาที
- รองรับ ammonia ที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร.
- ไตเตรตกลับด้วย สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ใช้ methyl red เป็น indicator
- ทำ blank โดยการไตเตรตสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- คำนวณปริมาณของเกลือแอมโมเนียมในตัวอย่างสารส้ม

2.2.5 วิธีคำนวณ

$$\text{ปริมาณเกลือแอมโมเนียม(คิดเป็น } NH_3\text{), ร้อยละของน้ำหนัก} = \frac{(V_2 - V_1) * N_A * 17 * 100}{W}$$

V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ในการทำ blank, มิลลิลิตร

V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ที่เหลือจากการทำปฏิกริยากับแอมโมเนียในตัวอย่างสารส้ม, มิลลิลิตร

N_A คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน NaOH, นอร์มาล

17 คือ น้ำหนักโมเลกุลของ NH_3

W คือ น้ำหนักหรือปริมาณของตัวอย่างสารส้มที่ใช้วิเคราะห์, มิลลิกรัม

2.2.6 ผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 2.2 ผลการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม วิเคราะห์ตามAOAC

หมายเลข	ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น NH_3), ร้อยละ		
ตัวอย่าง	portion I	portion II	ค่าเฉลี่ย
A	0.09	0.09	0.09
B	0.05	ไม่พบ	0.03
C	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
D	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ

หมายเหตุ ตัวอย่างสารส้มทั้งหมดเป็นตัวอย่างที่ ฝ่ายวิเคราะห์เคมีภัณฑ์ และผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมเคมีส่งมาเพื่อขอความร่วมมือในการวิเคราะห์ทดสอบหาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน

2.2.7 วิจารณ์ผลการวิเคราะห์

จากผลการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มหมายเลขตัวอย่าง **B** เป็นที่สังเกตุว่าใน portion I พบว่ามีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน 0.050% แต่ใน portion II และหมายเลขตัวอย่าง C และ Dไม่พบแอมโมเนียม ไนโตรเจน แสดงว่าน่าจะมีข้อบกพร่องหรือปัญหาในการวิเคราะห์แอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มโดย Magnesium Oxide Method จึงได้สอบถามข้อมูลเกี่ยวกับตัวอย่างสารส้มที่ส่งมาวิเคราะห์ พบว่าตัวอย่างสารส้มส่วนใหญ่ จะมีการตรวจสอบปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนอย่างคร่าว ๆ โดยเจ้าหน้าที่ฝ่ายวิเคราะห์เคมีภัณฑ์ และผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมเคมี และถ้าพบว่าตัวอย่างสารส้มมีแอมโมเนียมไนโตรเจนในปริมาณที่สูงเกินกว่าที่จะทดสอบด้วยวิธี Nessler's Test ก็จะส่งตัวอย่างมาขอความร่วมมือในการวิเคราะห์ทดสอบที่ฝ่ายวิเคราะห์สารเคมีทางการเกษตร แสดงว่าตัวอย่างสารส้มที่ส่งมาขอความร่วมมือในการวิเคราะห์ทดสอบน่าจะมีแอมโมเนียมไนโตรเจนอยู่ จึงได้ทำการศึกษาทดลองเพื่อเปรียบเทียบกับวิธี Nessler's Test

2.3 สรุปปัญหาที่พบในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มด้วยวิธีวิเคราะห์ในปัจจุบัน

2.3.1 ปัญหาที่พบในวิธีวิเคราะห์ตาม Nessler's Test

- ตัวอย่างสารส้มมีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนไม่แน่นอน ถ้ามีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนมากก็จะไม่สามารถวิเคราะห์ได้ด้วยวิธีนี้ ซึ่งเป็นข้อกำหนดหรือ ขีดจำกัดของวิธีวิเคราะห์ตาม Nessler's Test

- และ ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนที่ได้จะให้เพียงค่าประมาณเท่านั้น

2.3.2 ปัญหาที่พบในวิธีวิเคราะห์ตาม AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method

- ไม่สามารถกลั่นแอมโมเนียออกจากเกลือแอมโมเนียมในตัวอย่างสารส้มเนื่องจากตัวอย่างสารส้มมีความเป็นกรดมาก

- บางครั้งการวิเคราะห์ไม่สามารถเห็นจุดยุติ (end point) ได้ชัดเจน ดังนั้นค่าที่ได้จึงเป็นค่าที่อาจมีความคลาดเคลื่อน

- วิธีวิเคราะห์ตาม AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method เป็นวิธีวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยจึงไม่เหมาะที่จะนำมาใช้วิเคราะห์ตัวอย่างสารส้มโดยตรง

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทที่ 3. การค้นหาสาเหตุที่ไม่สามารถวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มตาม AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method

แนวการค้นหาสาเหตุ

การค้นหาสาเหตุ เริ่มด้วยการตั้งข้อสันนิษฐานดังนี้

1. การที่ไม่สามารถกลั่นแอมโมเนียออกจากเกลือแอมโมเนียมในตัวอย่างสารส้ม เนื่องจากสารละลายตัวอย่างไม่อยู่ในสภาวะที่เป็นด่างเพียงพอ

2. reagent ชนิด magnesium oxide (MgO) ปริมาณ 2 กรัม ที่เติมลงในตัวอย่างสารส้มไม่เพียงพอที่จะทำให้ตัวอย่างอยู่ในสภาวะที่เป็นด่าง

จากข้อสันนิษฐานทั้ง 2 จึงได้ทำการศึกษาทดลองดังนี้

- ศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงของความเป็นกรด-ด่าง (pH) ตามปริมาณตัวอย่างสารส้มและศึกษาเปรียบเทียบกับตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่มีการเติม magensium oxide (MgO) ลงไปด้วย

- ศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงของความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของตัวอย่างสารส้มเมื่อมีการเติม magnesium oxide (MgO) ในปริมาณต่าง ๆ

3.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของความเป็นกรด-ด่าง ตามปริมาณตัวอย่างสารส้มและตัวอย่างปุ๋ยที่มีการเติม magnesium oxide

3.1.1 ตัวอย่างศึกษาทดลอง

- ตัวอย่างสารส้ม หมายเลขตัวอย่าง **B** ปริมาณ 2, 5 และ 10 กรัม
- ตัวอย่างสารส้ม หมายเลขตัวอย่าง **C** ปริมาณ 2, 5 และ 10 กรัม
- ตัวอย่างปุ๋ยเคมีเกรด 16-16-8 หมายเลขตัวอย่าง **E** ปริมาณ 1.5 กรัม

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- MgO ชนิด carbonate free

3.1.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- ชั่งตัวอย่างสารส้ม และตัวอย่างปุ๋ย ตามปริมาณที่กำหนดในข้อ 3.1.1 ใส่ใน beaker ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร วัด pH
- เติม MgO ปริมาณ 2 กรัม ลงในตัวอย่างสารส้ม และตัวอย่างปุ๋ย วัด pH
- เติม MgO ปริมาณ 2 กรัม ลงในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร วัด pH
- ทำการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนตาม AOAC โดย Magnesium Oxide Method

3.1.4 ผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 3.1 ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของความเป็นกรด-ด่าง ตามปริมาณตัวอย่างสารส้มและตัวอย่างปุ๋ยที่มีการเติม magnesium oxide (MgO)และปริมาณเกลือแอมโมเนียม (NH_3)

ตัวอย่าง	หมายเลขตัวอย่าง	pH ก่อนเติม MgO	pH หลังเติม MgO	NH_3 ร้อยละ
สารส้มปริมาณ 2 กรัม	**B**	2.8	8.0	0.22
สารส้มปริมาณ 2 กรัม	**C**	2.8	7.3	0.07
สารส้มปริมาณ 5 กรัม	**B**	2.8	7.6	0.03
สารส้มปริมาณ 5 กรัม	**C**	2.8	6.5	ไม่พบ
สารส้มปริมาณ 10 กรัม	**B**	2.8	4.0	ไม่พบ
สารส้มปริมาณ 10 กรัม	**C**	2.8	3.8	ไม่พบ
ปุ๋ยเคมีปริมาณ 1.5 กรัม	**E**	7.4	11.0	20.8
น้ำกลั่น		5.6	8.0	-

3.1.5 วิจารณ์และสรุปผลการศึกษาทดลอง

จากการทดลองพบว่า

- MgO ปริมาณ 2 กรัม มีค่า pH เท่ากับ 8.0 และตัวอย่างสารส้ม หมายเลขตัวอย่าง **B** และ **C** ปริมาณ 2, 5 และ 10 กรัม มีค่า pH เท่ากับ 2.8

- ตัวอย่างปุ๋ย หมายเลขตัวอย่าง **E** ปริมาณ 1.5 กรัม มีค่า pH เท่ากับ 7.4

เมื่อเติม MgO ปริมาณ 2 กรัมลงในตัวอย่างสารส้มและตัวอย่างปุ๋ย มีผลทำให้

- ตัวอย่างสารส้ม หมายเลขตัวอย่าง **B** และ **C** ปริมาณ 2 กรัม มี pH เพิ่มขึ้นเป็น 8.0 และ 7.3 พบปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน ร้อยละ 0.22 และ 0.07

- ตัวอย่างสารส้ม หมายเลขตัวอย่าง **B** และ **C** ปริมาณ 5 กรัม มี pH เพิ่มขึ้นเป็น 7.6 และ 6.5 พบปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนร้อยละ 0.03 ในสารส้มตัวอย่าง **B** และ สารส้มตัวอย่าง **C** ไม่พบ แอมโมเนียมไนโตรเจน

- ตัวอย่างสารส้ม หมายเลขตัวอย่าง **B** และ **C** ปริมาณ 10 กรัม มี pH เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยอยู่ในช่วง 3.8-4.0 และไม่พบแอมโมเนียมไนโตรเจน

- ตัวอย่างปุ๋ยปริมาณ 1.5 กรัม มี pH เพิ่มขึ้นเป็น 11.0 พบปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนร้อยละ 20.8

ผลจากการศึกษาทดลองนี้สรุปได้ว่า

1. ปริมาณตัวอย่างและความเป็นกรดในตัวอย่างสารส้มมีผลต่อการเพิ่มขึ้นของ pH และปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในการวิเคราะห์

2. การที่ไม่สามารถกลั่นแอมโมเนียจากเกลือแอมโมเนียมที่มีอยู่ในตัวอย่างสารส้มมีผลสืบเนื่องมาจากตัวอย่างสารส้มที่มีการเติม MgOแล้วมีสภาวะที่เป็น กรดหรือมีสภาวะเป็นด่างเพียงเล็กน้อย ทำให้ไม่สามารถกลั่นแอมโมเนีย ออกมาได้หรือสามารถกลั่นออกมาได้เพียงเล็กน้อยเท่านั้น

3. MgO ปริมาณ 2 กรัม ไม่เพียงพอที่จะทำให้ตัวอย่างสารส้มมีสภาวะเป็นด่าง

จากข้อสรุปดังกล่าวจึงทำการศึกษาหาวิธีที่จะเพิ่ม pH ของตัวอย่างสารส้มโดยการเพิ่มปริมาณ MgO ที่เติมลงในตัวอย่างสารส้ม

3.2 การศึกษาการเปลี่ยนแปลง pH ของตัวอย่างสารส้มที่มีการเติม MgO ปริมาณต่าง ๆ กัน

3.2.1 ตัวอย่างศึกษาทดลอง

- หมายเลขตัวอย่าง **B** ตัวอย่างสารส้ม

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- MgO ชนิด carbonate free

3.2.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- ชั่งตัวอย่างสารส้ม 5 กรัม ใส่ใน beaker ขนาด 400 มิลลิลิตร จำนวน 4 ใบ
- เติมน้ำปริมาตร 200 มิลลิลิตร วัด pH
- เติม MgO ปริมาณ 2, 5, 10 และ 15 กรัม ลงใน beaker ใบที่ 1, 2, 3 และ 4 ตามลำดับ กวนให้ผสมเข้ากันดี วัด pH
- ทำการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนตาม AOAC โดย Magnesium Oxide Method

3.2.4 ผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 3.2 ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลง pH ของตัวอย่างสารส้มที่มีการเติม MgO ปริมาณต่าง ๆ กันและปริมาณเกลือแอมโมเนียม (NH_3)

ปริมาณ MgO (กรัม)	pH ก่อนเติม MgO	pH หลังเติม MgO	NH_3, ร้อยละ
2	2.8	7.6	0.03
5	2.8	8.8	0.25
10	2.8	9.0	0.25
15	2.8	9.2	0.25

3.2.5 วิจารณ์ผลการศึกษาทดลอง

จากการศึกษาทดลองพบว่า

- การเพิ่มปริมาณ MgO จาก 2 กรัมเป็น 5 กรัม จะทำให้pH ของตัวอย่างสารส้มเพิ่มขึ้นจาก 7.6 เป็น 8.8 และพบปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนจากการวิเคราะห์ร้อยละ 0.03 และ 0.25 ตามลำดับ

- เมื่อเพิ่มปริมาณ MgO จาก 5 กรัมเป็น 10 และ15 กรัมพบว่า pH จะเพิ่มขึ้นจาก 8.8 เป็น 9.0 และ 9.2 วิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนได้ร้อยละ 0.25 เท่ากัน

- การเพิ่มปริมาณ MgO จาก 2 กรัม เป็น 5, 10 และ 15 กรัม พบว่า pH จะเพิ่มขึ้นด้วย และที่ pH สูงจะวิเคราะห์พบปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน อย่างไรก็ตามแม้การเพิ่มปริมาณ MgO มากขึ้นจะทำให้ pH ของตัวอย่างสารส้มเพิ่มมากขึ้น แต่ในทางปฏิบัติพบว่า การใช้ MgO ในปริมาณมาก ๆ อาจเกิดปัญหาในการกลั่นได้ เช่นเกิดการ bump เนื่องจาก solution ที่ทำการกลั่นมี solid ที่มาจากการเติม MgO มากเกินไป

- ดังนั้นการเติม MgO ปริมาณ 2 กรัมตามข้อกำหนด AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method ตัวอย่างมีสภาวะที่เป็นด่างไม่เพียงพอ ทำให้ไม่สามารถกลั่นแอมโมเนียออกจากเกลือแอมโมเนียมในตัวอย่างสารส้มได้ MgO ปริมาณ 2 กรัมจึงเป็นปริมาณที่ไม่เหมาะสมในการวิเคราะห์ตัวอย่างสารส้ม

บทที่ 4 การศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มโดยวิธีกลั่นกับ Sodium Hydroxide (NaOH)

4.1 การศึกษาเบื้องต้น

4.1.1 เอกสารทางวิชาการ

จากการศึกษาเอกสารทางวิชาการพบว่า การตรวจสอบแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มทำได้โดย เติมสารละลาย NaOH ลงในตัวอย่างสารส้มและให้ความร้อน จะเกิด ammonia (NH_3) สามารถตรวจสอบโดยการดมกลิ่นแอมโมเนียที่เกิดขึ้น และจากการศึกษาวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนจากเอกสารต่าง ๆ พบว่า การกลั่นตัวอย่างกับสารละลาย NaOH เป็นวิธีที่นิยมใช้วิเคราะห์ตัวอย่างเกลือแอมโมเนียมต่าง ๆ เช่น ammonium chloride, ammonium sulfate, ammonium nitrate ฯลฯ เนื่องจากสามารถให้ผล วิเคราะห์ที่ถูกต้อง และสามารถวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนทั้งปริมาณน้อยและปริมาณมากที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ ทั้งนี้โดยการปรับความเข้มข้นและปริมาณของกรดที่ใช้ในการรองรับแอมโมเนียที่เกิดจากการกลั่นด้วยวิธีนี้

4.1.2 หลักการวิเคราะห์

สารละลายของ sodium hydroxide (NaOH) มีฤทธิ์เป็นด่าง สามารถทำปฏิกริยากับ ammonium salt เกิดเป็น ammonia (NH_3) และเมื่อให้ความร้อนจะช่วยเร่งปฏิกริยา การเกิด ammonia ได้ดีขึ้นดังสมการ

$$NaOH + \text{ammonium salt} + H_2O \rightarrow NH_3 \uparrow$$

Sodium (Na) เป็นโลหะ alkali ในหมู่ IA ซึ่ง hydroxide ของโลหะในหมู่นี้ จะมีความเป็นเบสที่แรงกว่า hydroxide ของโลหะในหมู่อื่น ๆ เช่น โลหะในหมู่ IIA, IIIA ฯลฯ ใน

ขณะที่ Magnesium (Mg) เป็นโลหะในหมู่ IIA ทำให้ hydroxide ของ Mg มีความแรงของเบสน้อยกว่า hydroxide ของ Na คุณสมบัติข้อนี้ของ NaOH จึงสามารถนำสารละลาย NaOH มาวิเคราะห์หาปริมาณเกลือแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มได้

การวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในสารตัวอย่างด้วยวิธีนี้ ทำโดยกลั่นสารตัวอย่างกับ NaOH และรองรับแอมโมเนียที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลายมาตรฐาน sulfuric acid (H_2SO_4) จากนั้นไตเตรตกลับด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH หรือรองรับแอมโมเนียที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลาย boric acid (H_3BO_3) และไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน sulfuric acid

4.2 ขอบเขตของการศึกษา

- ศึกษาปริมาณ NaOH ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์
- ศึกษาปริมาณของตัวอย่างสารส้มที่เหมาะสมในการวิเคราะห์
- ศึกษาการ carry over ของด่างชนิด NaOH ที่ใช้เป็น reagent ในการวิเคราะห์

4.3 การศึกษาปริมาณ NaOH ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

4.3.1 ตัวอย่างศึกษาทดลอง

- หมายเลขตัวอย่าง **B** ตัวอย่างสารส้ม

4.3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- Buchi Distillation Unit

4.3.3 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- NaOH เข้มข้น 35%
- สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- สารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- methyl red

4.3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- ชั่งตัวอย่างสารส้ม 5 กรัมให้ได้มวลแน่นอน ใส่ใน distillation vessel 8 ใบ
- ตัวอย่างสารส้มใน distillation vessel ใบที่ 1 และ 2 นำไปกลั่นกับด่างชนิด NaOH เข้มข้น 35 % ปริมาตร 10 มิลลิลิตร
- ตัวอย่างสารส้มใน distillation vessel ใบที่ 3 และ 4 นำไปกลั่นกับด่างชนิด NaOH เข้มข้น 35 % ปริมาตร 20 มิลลิลิตร
- ตัวอย่างสารส้มใน distillation vessel ใบที่ 5 และ 6 นำไปกลั่นกับด่างชนิด NaOH เข้มข้น 35 % ปริมาตร 40 มิลลิลิตร
- ตัวอย่างสารส้มใน distillation vessel ใบที่ 7 และ 8 นำไปกลั่นกับด่างชนิด NaOH เข้มข้น 35 % ปริมาตร 80 มิลลิลิตร
- ทำการกลั่นสารตัวอย่างด้วย Buchi Distillation Unit เป็นเวลา 5 นาที
- รองรับ ammonia ที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร
- ไตเตรตกลับด้วย สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ใช้ methyl red เป็น indicator
- ทำ blank โดยการไตเตรตสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- คำนวณปริมาณของเกลือแอมโมเนียมในตัวอย่างสารส้ม

4.3.5 วิธีคำนวณ

ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น NH_3), ร้อยละของน้ำหนัก $= \frac{(V_2 - V_1) * N_A * 17 * 100}{W}$

V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ในการทำ blank, มิลลิลิตร

V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ที่เหลือจากการทำปฏิกริยากับแอมโมเนียในตัวอย่างสารส้ม, มิลลิลิตร

N_A คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน NaOH , นอร์มาล

17 คือ น้ำหนักโมเลกุลของ NH_3

W คือ น้ำหนักหรือปริมาณของตัวอย่างสารส้มที่ใช้วิเคราะห์ , มิลลิกรัม

4.3.6 ผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณ NaOH ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

ปริมาณ NaOH เข้มข้น 35%, มิลลิลิตร	ปริมาณเกลือแอมโมเนียม(คิดเป็น NH_3), ร้อยละ portion I	portion II	ค่าเฉลี่ย
10	0.2528	0.2514	0.2521
20	0.2506	0.2514	0.2510
40	0.2524	0.2520	0.2522
80	0.2510	0.2514	0.2512

4.3.7 วิจารณ์ผลการศึกษาทดลอง

จากการศึกษาทดลองจะเห็นว่า ผลของการใช้ NaOH เข้มข้น 35% ในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มปริมาณ 5 กรัม โดยใช้ด่างปริมาณต่าง ๆ กัน

ตั้งแต่ 10-80 มิลลิลิตร พบว่าให้ผลวิเคราะห์ 0.25% เช่นเดียวกันแสดงว่า NaOH ปริมาณ 10 มิลลิลิตร เพียงพอที่จะทำให้สารส้มตัวอย่าง B เป็นด่าง และสามารถกลั่น ammonia ออกมาได้ แต่จากการวิเคราะห์พบว่า สารส้มบางตัวอย่างมีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนน้อยมาก จำเป็นต้องใช้ตัวอย่างสารส้มปริมาณมากในการวิเคราะห์ จึงจะให้ผลที่ถูกต้อง ดังนั้นในการวิเคราะห์จำเป็นต้องเพิ่มปริมาณ NaOH ที่ใช้ในการกลั่นเพื่อทำให้ตัวอย่างมีความเป็นด่าง และสามารถกลั่นแอมโมเนียออกมาได้ จึงกำหนดการใช้ NaOH เข้มข้น 35% ในปริมาณ 40 มิลลิลิตรเป็น reagent ที่ครอบคลุมและเหมาะสมสำหรับใช้ในการกลั่นตัวอย่างสารส้ม

หมายเหตุ การใช้ NaOH เข้มข้น 35% เป็นไปตามข้อกำหนดของคู่มือการใช้เครื่องกลั่น Buchi Distillation Unit

4.4 การศึกษาปริมาณที่เหมาะสมของตัวอย่างสารส้มที่ใช้ในการวิเคราะห์

4.4.1ตัวอย่างศึกษาทดลอง

- หมายเลขตัวอย่าง **B** ตัวอย่างสารส้ม

4.4.2 เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- Buchi Distillation Unit

4.4.3 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- NaOH เข้มข้น 35%
- สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- สารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- methyl red

4.4.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- ชั่งตัวอย่างสารส้ม 2 กรัมให้ได้มวลแน่นอนใส่ใน distillation vessel ใบที่ 1 และ 2
- ชั่งตัวอย่างสารส้ม 5 กรัมให้ได้มวลแน่นอนใส่ใน distillation vessel ใบที่ 3 และ 4
- ชั่งตัวอย่างสารส้ม 10 กรัมให้ได้มวลแน่นอนใส่ใน distillation vessel ใบที่ 5 และ 6
- ชั่งตัวอย่างสารส้ม 15 กรัมให้ได้มวลแน่นอนใส่ใน distillation vessel ใบที่ 7 และ 8
- เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร
- กลั่นกับด่างชนิด NaOH เข้มข้น 35 % ปริมาตร 40 มิลลิลิตร
- ทำการกลั่นสารตัวอย่างด้วย Buchi Distillation Unit เป็นเวลา 5 นาที
- รองรับ ammonia ที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร
- ไตเตรตกลับด้วย สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ใช้ methyl red เป็น indicator
- ทำ blank โดยการไตเตรตสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตรด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- คำนวณปริมาณของเกลือแอมโมเนียมในตัวอย่างสารส้ม

4.4.5 วิธีคำนวณ

$$\text{ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น } NH_3\text{), ร้อยละของน้ำหนัก} = \frac{(V_2 - V_1) * N_A * 17 * 100}{W}$$

V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ในการทำ blank, มิลลิลิตร

V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ที่เหลือจากการทำปฏิกริยากับแอมโมเนียในตัวอย่างสารส้ม, มิลลิลิตร

N_A คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน NaOH , นอร์มาล

17 คือ น้ำหนักโมเลกุลของ NH_3

W คือ น้ำหนักหรือปริมาณของตัวอย่างสารส้มที่ใช้วิเคราะห์ , มิลลิกรัม

4.4.6 ผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณที่เหมาะสมของตัวอย่างสารส้มที่ใช้ในการวิเคราะห์

ปริมาณตัวอย่าง	ปริมาณเกลือแอมโมเนียม(คิดเป็น NH_3), ร้อยละ		
สารส้ม, กรัม	portion I	portion II	ค่าเฉลี่ย
1.9471	0.2538	0.2546	0.2542
5.2877	0.2516	0.2524	0.2520
10.2091	0.2507	0.2515	0.2511
14.5454	0.2520	0.2524	0.2522

4.4.7 วิจารณ์ผลการศึกษาทดลอง

จากผลการวิเคราะห์จะเห็นว่า NaOH เข้มข้น 35% ปริมาตร 40 มิลลิลิตร สามารถใช้ในการกลั่นหาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มปริมาณ 2-15 กรัม โดยให้ผลการวิเคราะห์ 0.25% เช่นเดียวกัน

แต่ในทางปฏิบัติพบว่าปริมาณตัวอย่างสารส้มที่เหมาะสมและเป็นปริมาณของตัวอย่างที่ครอบคลุมสามารถใช้ได้กับทุกตัวอย่างสารส้มที่ปริมาณ 5-10 กรัม

4.5 การศึกษาการ carry over ของ NaOH ที่ใช้ในการกลั่นตัวอย่างสารส้ม

4.5.1 หลักการศึกษา

การวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มโดยวิธีกลั่นกับ NaOH ผลจะได้ ammonia (NH_3) ซึ่งมีคุณสมบัติเป็นด่าง ทำการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียที่เกิดขึ้นโดยรองรับด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ที่ทราบปริมาตรแน่นอน สารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ส่วนหนึ่งจะทำปฏิกริยากับ NH_3 และส่วนที่เหลือนำมาไตเตรตกลับด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล สามารถคำนวณหาปริมาณเกลือแอมโมเนียมในตัวอย่างสารส้มได้

ในการวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้อาจเกิดปัญหา carry over ของ NaOH ที่ใช้เป็น reagent ในการกลั่น คือ NaOH จะถูกกลั่นออกมาพร้อมกับ NH_3 ที่เกิดขึ้น ซึ่งทั้ง NaOH และ NH_3 มีคุณสมบัติเป็นด่าง สามารถทำปฏิกริยากับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4ที่นำมารองรับ ทำให้ผลวิเคราะห์ที่ได้ผิดพลาด โดยจะให้ผลวิเคราะห์มากกว่าความเป็นจริง ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาการ carry over ของ NaOH ที่ใช้ในการกลั่นตัวอย่างสารส้ม

4.5.2 ตัวอย่างศึกษาทดลอง

- NaOH เข้มข้น 35%

4.5.3 เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- Buchi Distillation Unit

4.5.4 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- สารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- methyl red

4.5.5 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- เติม NaOH เข้มข้น 35 % ปริมาตร 40 มิลลิลิตร ลงในdistillation vessel จำนวน 2 หลอด

- กลั่นด้วย Buchi Distillation Unit เป็นเวลา 5 นาที

- รองรับ NaOH ที่เกิดการ carry over ขึ้นในขั้นตอนการกลั่นด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

- ไตเตรตกลับด้วย สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ใช้ methyl red เป็น indicator

- ทำ blank โดยการไตเตรตสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล

4.5.6 ผลการศึกษาทดลอง

การ carry over ของด่างชนิด NaOH ที่ใช้ในการกลั่นตัวอย่างสารส้ม

ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน NaOH = 0.1061 นอร์มาล

ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ในการทำ blank = 23.6 มิลลิลิตร

ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ที่เหลือจากการทำปฏิกริยากับ NaOH ที่เกิด carry over จากการกลั่นใน

portion I = 23.5 มิลลิลิตร

portion II = 23.55 มิลลิลิตร

ค่าเฉลี่ย = 23.525 มิลลิลิตร

ปริมาณด่างที่เกิดการ carry over ในวิธีนี้ = 23.6-23.525 มิลลิลิตร

= 0.0725 มิลลิลิตร

= 0.0725*0.1061

= 0.0077 meq NaOH

จากผลการศึกษาปริมาณที่เหมาะสมของตัวอย่างสารส้มและผลการศึกษาปริมาณ NaOH ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม จึงได้ทำการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม จำนวน 4 ตัวอย่าง โดยให้ผลการวิเคราะห์ ดังนี้

ตารางที่ 4.3 ผลวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนด้วยวิธีกลั่นกับ NaOH

หมายเลขตัวอย่าง	ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น NH_3), ร้อยละ		
	portion I	portion II	ค่าเฉลี่ย
A	0.2609	0.2610	0.261
B	0.2537	0.2510	0.252
C	0.0889	0.0879	0.088
D	0.0628	0.0630	0.063

ตารางที่ 4.4 ผลวิเคราะห์หลังจากคำนวณหักลบค่า carry over ของด่างจากการกลั่นด้วย NaOH

หมายเลขตัวอย่าง	ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น NH_3), ร้อยละ		
	portion I	portion II	ค่าเฉลี่ย
A	0.2585	0.2586	0.259
B	0.2517	0.2486	0.250
C	0.0858	0.0854	0.086
D	0.0599	0.0614	0.061

4.5.7 วิจารณ์ผลการวิเคราะห์

จากตารางที่ 4.3 ผลวิเคราะห์ที่ได้จะเห็นว่าสามารถวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียม

ไนโตรเจนโดยการกลั่นตัวอย่างสารส้มกับด่างชนิด NaOH แต่เนื่องจากการกลั่นกับด่างชนิด NaOH จะมีการ carry over ของด่างเนื่องจากการกลั่น 0.0077 meq NaOH เมื่อนำมาหักลบค่า carry over จะได้ผลดังตารางที่ 4.4 เมื่อหักลบค่า carry over ของ NaOH ที่ใช้ในการกลั่นตัวอย่างสารส้มจะทำให้ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในแต่ละตัวอย่างลดลง 0.002%

ในการรายงานผลวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนจะรายงานจำนวนตัวเลขหลังจุดทศนิยมตำแหน่งที่ 1 หรือตำแหน่งที่ 2 เป็นร้อยละของปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนที่คำนวณในรูป NH_3 โดยขึ้นกับปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนที่มีอยู่ในตัวอย่าง แต่ค่า carry over ของ NaOH จากการกลั่นมีค่าน้อยมาก และเป็นตัวเลขหลังจุดทศนิยมตำแหน่งที่ 3 ดังนั้นการวิเคราะห์โดยทั่วไปจึงไม่ได้นำค่า carry over ของ NaOH มาคำนวณหักลบจากผลการวิเคราะห์

4.6 ศึกษาเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์จากผลวิเคราะห์

4.6.1 ผลวิเคราะห์

นำผลวิเคราะห์ที่ได้จากการศึกษาวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มข้อ 4.3 และ 4.4 มาเป็นข้อกำหนดในการวิเคราะห์ตัวอย่างสารส้มตาม NaOH Method และนำผลที่ได้มาทำการศึกษาเปรียบเทียบกับ MgO Method และ Nessler's Test

ตารางที่ 4.5 เปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์จากผลการศึกษาทดลองวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

ตัวอย่าง	ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น NH_3), ร้อยละ		
หมายเลข	MgO Method	Nessler's Test	NaOH Method
A	0.089	>0.04	0.26
B	0.025	>0.04	0.25
C	ไม่พบ	>0.04	0.09
D	ไม่พบ	>0.04	0.06

4.6.2 วิจารณ์ผลเปรียบเทียบ

เมื่อนำผลวิเคราะห์จาก Magnesium Oxide Method (MgO Method), Nessler's Test และ Sodium Hydroxide Method (NaOH Method) พบว่า

1. วิธีวิเคราะห์ Magnesium Oxide Method (MgO Method) ซึ่งวิเคราะห์ตาม AOAC อันเป็นวิธีวิเคราะห์ปริมาณของแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ย ให้ผลวิเคราะห์เป็นร้อยละ 0.09 และ 0.025 จากตัวอย่าง A และ B แต่ไม่พบปริมาณของแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่าง C และ D

2. ผลวิเคราะห์จากวิธีวิเคราะห์ Nessler's Test ตามที่มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มอก. 165-2528 ได้กำหนดไว้ ไม่สามารถระบุปริมาณของแอมโมเนียมไนโตรเจนโดยตรง สามารถบอกเป็นค่าโดยประมาณเท่านั้นดังผลวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนจากตารางที่ 4.5 จะมีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนมากกว่า ร้อยละ 0.04 ทั้ง 4 ตัวอย่าง

3. สำหรับวิธีวิเคราะห์ Sodium Hydroxide Method (NaOH Method) ซึ่งเป็นวิธีที่ศึกษาทดลองสามารถบอกปริมาณเป็นร้อยละของแอมโมเนียมไนโตรเจนที่มีอยู่ในตัวอย่างสารส้ม คือ 0.26, 0.25, 0.09 และ 0.06 จากตัวอย่างสารส้มหมายเลข A, B, C และ D ตามลำดับ

4.6.3 สรุปผลการศึกษาเปรียบเทียบ

- วิธีวิเคราะห์ตาม Magnesium Oxide Method (MgO Method) ซึ่งวิเคราะห์ตาม AOAC เป็นวิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสำหรับตัวอย่างปุ๋ยไม่เหมาะกับตัวอย่างสารส้ม

- วิธีวิเคราะห์ตาม Nessler's Test เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ที่ต้องการทราบค่าโดยประมาณ และวิธีนี้มีข้อจำกัดสามารถวิเคราะห์ได้เฉพาะตัวอย่างสารส้มที่มีแอมโมเนียมไนโตรเจนในปริมาณน้อย(เป็นไปตามข้อกำหนดของวิธีทดสอบ)

- วิธีวิเคราะห์ตาม Sodium Hydroxide Method (NaOH Method) ที่ได้จากการศึกษาสามารถใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม โดยที่จะรู้ค่าหรือไม่รู้ค่าของปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างและสามารถวิเคราะห์ผลได้แน่นอน

บทที่ 5 บทสรุป

5.1 สรุปสาเหตุที่ไม่สามารถวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนตาม AOAC ที่ 2.050 โดย Magnesium Oxide Method

- MgO ปริมาณ 2 กรัม ตามข้อกำหนดการวิเคราะห์ตาม AOAC ไม่เพียงพอที่จะทำให้ตัวอย่างสารส้มมีความเป็นด่างเพียงพอที่จะกลั่น NH_3 ออกมาได้

- ในการไตเตรตหาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน ไม่สามารถเห็นจุดยุติ (end point) ได้ชัดเจน ทำให้ผลการวิเคราะห์ที่ได้เป็นเพียงค่าโดยประมาณ

- แม้การเพิ่มปริมาณ MgO จะสามารถทำให้ความเป็นกรด - ด่าง เพิ่มขึ้น แต่ในทางปฏิบัติไม่สามารถทำได้ เนื่องจากปริมาณ MgO ที่เติมเข้าไปในปริมาณมาก ๆ จะเป็นอุปสรรคต่อการกลั่น

- การลดปริมาณตัวอย่างสารส้มให้น้อยลง ไม่เหมาะสำหรับหาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนปริมาณน้อย ๆ เนื่องจากจะเกิดการผิดพลาดในการวิเคราะห์ได้

5.2 สรุปผลการศึกษาและวิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้ม

วิธีวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนด้วย Sodium Hydroxide Method โดยวิธีกลั่นกับ NaOH ดังนี้

เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- Buchi Distillation Unit

สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

- NaOH เข้มข้น 35%
- สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- สารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- methyl red

วิธีการวิเคราะห์

- ชั่งตัวอย่างสารส้ม 5-10 กรัมให้ได้มวลแน่นอนใส่ใน distillation vessel
- เติมน้ำ 50 มิลลิลิตร
- กลั่นกับด่างชนิด NaOH เข้มข้น 35% ปริมาตร 40 มิลลิลิตร
- ทำการกลั่นสารตัวอย่างด้วย Buchi Distillation Unit เป็นเวลา 5 นาที
- รองรับ ammonia ที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร
- ไตเตรตกลับด้วย สารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ใช้ methyl red เป็น indicator
- ทำ blank โดยการไตเตรตสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 0.1 นอร์มาล
- คำนวณปริมาณของเกลือแอมโมเนียมในตัวอย่างสารส้ม

วิธีคำนวณ

$$\text{ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น } NH_3\text{), ร้อยละของน้ำหนัก} = \frac{(V_2 - V_1) * N_A * 17 * 100}{W}$$

V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ในการทำ blank, มิลลิลิตร

V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ที่เหลือจากการทำปฏิกริยากับแอมโมเนียในตัวอย่างสารส้ม, มิลลิลิตร

N_A คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน NaOH , นอร์มาล

17 คือ น้ำหนักโมเลกุลของ NH_3

W คือ น้ำหนักหรือปริมาณของตัวอย่างสารส้มที่ใช้วิเคราะห์ , มิลลิกรัม

ข้อควรระวัง

- ตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์จะต้องไม่มี organic mater อยู่
- ต้องระวังไม่ให้เกิดการ carry over ของด่างที่ใช้กลั่นกับตัวอย่าง
- ต้องแน่ใจว่าสามารถเก็บ distillate ซึ่งมี ammonia เป็นองค์ประกอบได้หมด

5.3 ประโยชน์ที่ได้รับ

1. สามารถค้นหาสาเหตุ และปัญหาที่ไม่สามารถวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มด้วยวิธี Magnesium Oxide Method

2. สามารถดำเนินการแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ที่เกิดจากการวิเคราะห์

3. สามารถหาสารเคมีที่เหมาะสม และสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนในตัวอย่างสารส้มได้

4. สามารถนำผลจากการศึกษาทดลองเป็นแนวปฏิบัติในการวิเคราะห์ตัวอย่างอื่น ๆ ที่มีลักษณะเดียวกัน หรือคล้ายคลึงกัน

เอกสารอ้างอิง

1. กฤษณา ชุติมา , ความแรงของกรดและเบส, หลักเคมีทั่วไป, 2519, หน้า 479

2. เฉลียว สุรสิทธิ์ , การผลิตสารส้ม, วศ 12, กันยายน 2514, หน้า 1

3. เทวี โพธิผละ, สารส้ม, ซื้ออย่างไร , มีนาคม 2526, หน้า 54

4. สุพจน์ โตตระกูล, วิธีของ Nessler, หลักการของปฐพีเคมีวิเคราะห์ (Principles of Soil Chemical Analysis) 2526, หน้า 272

5. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สารส้ม : มอก. 165-2528

6. Aluminium sulfate. Alumina Co, Ltd. , july 1976

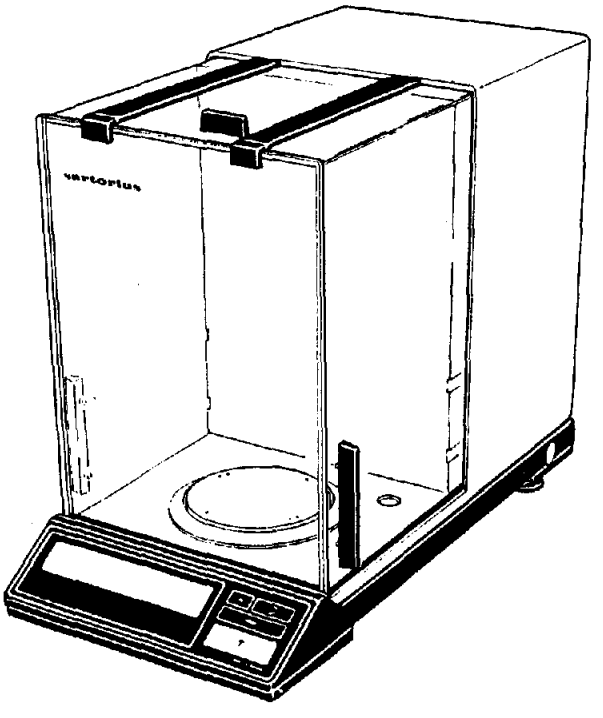
7. Arthur I. Vogel. Determination of ammonia. A text-book of Quantitative Inorganic Analysis. Longmans, Green and Co, 1961 p 783-784

8. Foster Dee Snell and Leslie S. Ettre. Aluminum Sulfate and the Alums. Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis. Division of John Wiley& Sons Inc, 1972, vol 5, p. 193-194

9. Nitrogen - Information No.1. Principle and general standard practice guide. Buchi Laboratoriums-Technik AG, Flawil

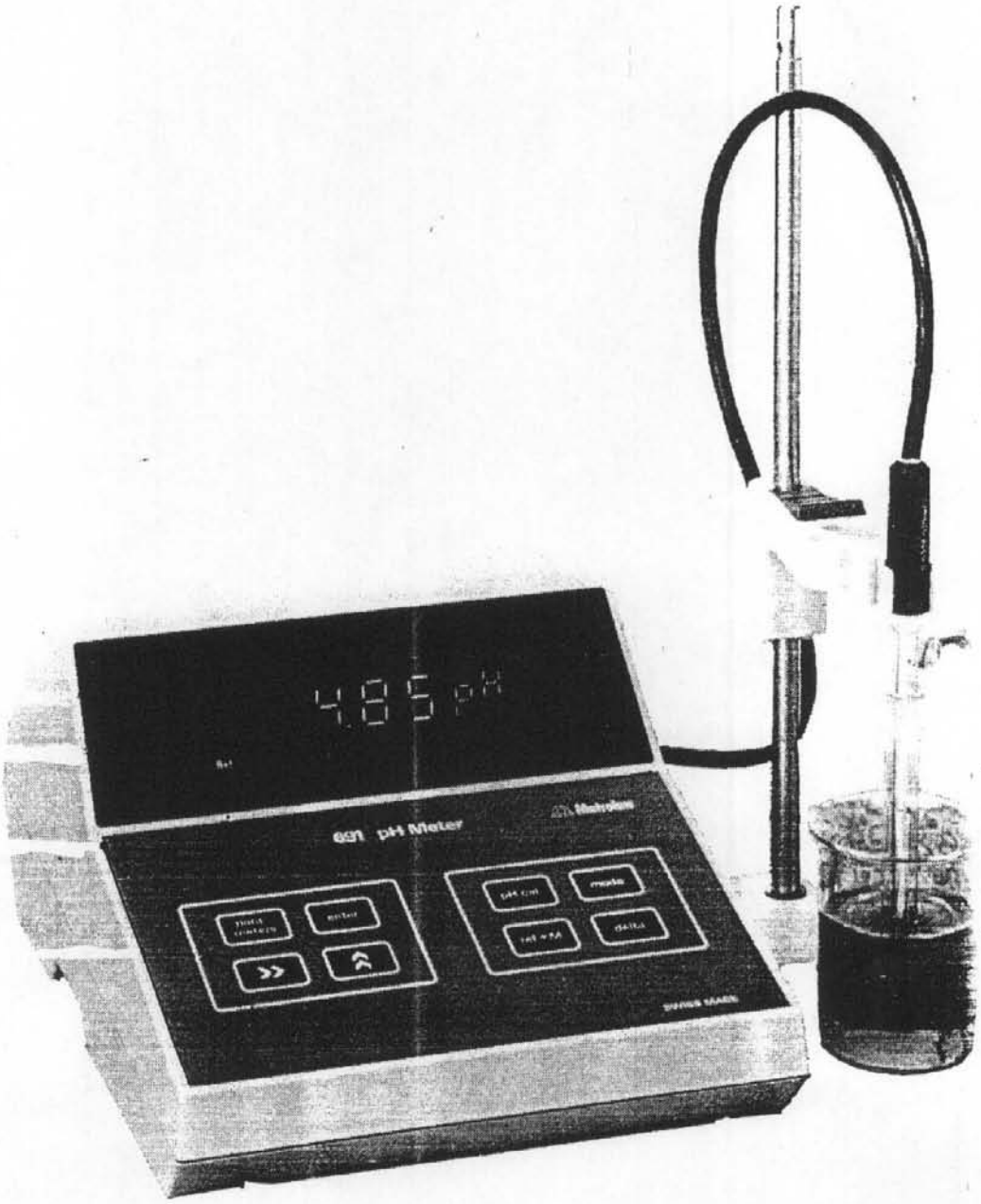
10. Kenneth Helrich. Magnesium Oxide Method. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Arlington, Virginia, AOAC, 1990, p.19

ภาคผนวก ก



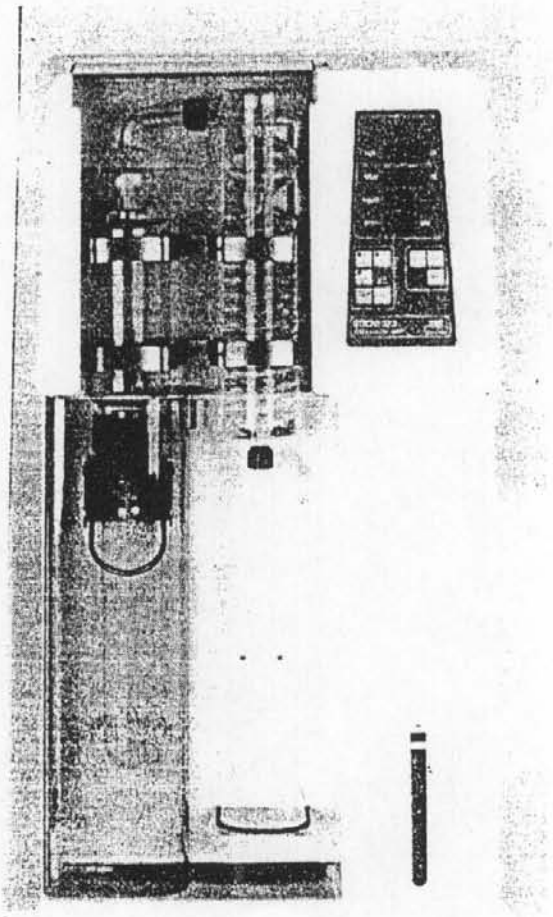
เครื่องชั่งไฟฟ้า ชนิดชั่งได้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม

ภาคผนวก ข



เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter)

ภาคผนวก ค



เครื่องกลั่น Buchi Distillation Unit