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

วศ
กม
อว 17

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7ว.

เรื่องที่ 2

การปรับปรุงประสิทธิภาพการตรวจวิเคราะห์ธาตุไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

ผู้ดำเนินงาน

นายสมชาติ น้อยฉายา
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว.

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3
กองเคมี
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7ว.

เรื่องที่ 2

การปรับปรุงประสิทธิภาพการตรวจวิเคราะห์ธาตุไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี

เลขหมู่ วท
ด017
เลขทะเบียน 9965
วันที่ 14 มิ.ย. 44

ผู้ดำเนินงาน

ด้วยอภินันทนาการ
จาก วท

นายสมชาติ น้อยฉายา
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว.

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3
กองเคมี
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

จากการศึกษาทดลองนำ selenium reagent mixture มาใช้เป็น catalyst แทนการใช้ HgO สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยเคมี พบว่าทั้งสองวิธีให้ผลวิเคราะห์ที่ถูกต้องและมีประสิทธิภาพเท่าเทียมกัน แต่การใช้ selenium reagent mixture เป็น catalyst จะใช้เวลาในการวิเคราะห์และสารเคมีน้อยกว่าการใช้ HgO เป็น catalyst จึงสรุปได้ว่า แม้ว่าทั้งสองวิธีจะมีประสิทธิภาพให้ผลวิเคราะห์เท่าเทียมกัน แต่การใช้ selenium reagent mixture นั้น ประหยัดค่าใช้จ่ายได้มากกว่า เห็นควรนำมาใช้ในการวิเคราะห์ไนโตรเจนในห้องปฏิบัติการต่อไปได้

สารบัญ

หน้า

1. บทนำ 2
   1.1 การวิเคราะห์ปัญหาและหาแนวทางแก้ไขความล่าช้าจากการวิเคราะห์ .. 2
   1.2 คำนำ 3
   1.3 วัตถุประสงค์ 7
   1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ 7
   1.5 ระยะเวลาดำเนินการ 7
2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ 8
3. ผลการปฏิบัติงาน 11
4. วิจารณ์ 16
5. สรุป 19
6. เอกสารอ้างอิง 20
7. ภาคผนวก 21
   7.1 การอธิบายความหมายของคำต่าง ๆ 21
   7.2 รายละเอียดของมาตรา 35, 36 จาก พ.ร.บ.ปุ๋ย พ.ศ.2518 22
   7.3 ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ catalyst ชนิด HgO และ selenium reagent mixture 23
   7.4 ตารางที่ 2 ผลการเปรียบเทียบปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดโดยวิธี steam distillation 24
   7.5 ตารางที่ 3 การเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์โดยใช้ HgO (AOAC)) กับการใช้ selenium reagent mixture ปรับปรุงประสิทธิภาพการวิเคราะห์ 25
   7.6 รูปที่ 1 ชุดเครื่องย่อยสลายแบบลดความดัน 26
   7.7 รูปที่ 2 เครื่องกลั่นแบบใช้ไอน้ำเดือดเป็นตัวให้ความร้อน 27
   7.8 รูปที่ 3 เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนแบบขดลวดไฟฟ้า 28

1. บทนำ

1.1 การวิเคราะห์ปัญหาและหาแนวทางแก้ไขความล่าช้าจากการวิเคราะห์

ตั้งแต่ปี พ.ศ.2532 เป็นต้นมางานวิเคราะห์สารเคมีการเกษตร กรมวิทยาศาสตร์บริการได้รับตัวอย่างปุ๋ยเคมีจำนวนมากเพื่อตรวจวิเคราะห์ปริมาณธาตุอาหาร ปุ๋ยดังกล่าวมาจากส่วนราชการ บริษัท ห้างร้าน เอกชนทั่วไป และปุ๋ยของกลางหรือปุ๋ยเคมีปลอมที่ระบาดในขณะนั้นซึ่งทางการเจ้าหน้าที่ตำรวจนำมาส่งตรวจพิสูจน์และตามคำร้องขอของนายกสมาคมชาวไร่อ้อยภาคตะวันออกเฉียงเหนืออำเภอกุมภวาปี จังหวัดอุดรธานี ซึ่งผู้เขียนได้เดินทางไปเก็บรวบรวมตัวอย่างปุ๋ยปลอมดังกล่าวจากกลุ่มเกษตรกรตามคำสั่งอนุมัติ ลงวันที่ 2 ตุลาคม 2532 เมื่อวันที่ 4 ตุลาคม 2532 - 13 ตุลาคม 2532 เป็นเวลา 10 วัน

ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์สารเคมีการเกษตรขณะนั้นดำเนินการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยด้วยวิธีเคมี (Chemical analysis) ซึ่งไม่สามารถให้บริการได้ทันกับความต้องการของผู้ใช้บริการเมื่อมีตัวอย่างจำนวนมาก ถ้าผลวิเคราะห์ล่าช้าทำให้เกิดผลเสียแก่ผู้ประกอบการในการนำรายงานผลวิเคราะห์ไปขึ้นทะเบียนต่อกรมวิชาการเกษตรให้ทันในกำหนดเวลาหรือใช้ในการนำผ่านพิธีการศุลกากรสำหรับปุ๋ยที่นำหรือสั่งเข้ามาในราชอาณาจักรและเพื่อเป็นหลักฐานในการดำเนินคดีปุ๋ยเคมีปลอม

ปุ๋ยเคมีที่ผลิตภายในประเทศส่วนใหญ่หรือปุ๋ยนำเข้าจากต่างประเทศบางประเภทจะใช้ยูเรีย (Urea) เป็นวัตถุดิบสำหรับผลิตปุ๋ยเคมีเชิงผสมเพราะว่ายูเรีย (N_2H_4CO) เป็นสารอินทรีย์ที่มีปริมาณไนโตรเจน (N) สูงถึง 45 - 46% และมีคุณสมบัติละลายน้ำได้ดีพืชสามารถดูดไปใช้ประโยชน์ได้โดยตรง แต่จะเป็นปัญหาในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณในห้องปฏิบัติการ คือวิธีวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนที่อยู่ในรูปของสารอินทรีย์ (Organic nitrogen) นั้นจะดำเนินการวิเคราะห์ตามมาตรฐาน AOAC ข้อ 955.04 ซึ่งมีขั้นตอนที่สำคัญ คือย่อยสลายและกลั่น ขั้นตอนย่อยสลายใช้เวลานานประมาณ 2 ชั่วโมงกว่าจะทำลายสารอินทรีย์ได้หมดแม้ว่าจะใช้ HgO เป็นสารเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ช่วยก็ตาม ขั้นตอนกลั่นโดยใช้ความร้อนจากเตาไฟฟ้าไม่แรงพอจะกลั่นก๊าซแอมโมเนีย (NH_3) ออกมาให้หมดในเวลาที่รวดเร็วได้ เมื่อมีตัวอย่างจำนวนมากโดยเฉพาะในฤดูกาลเพาะปลูกซึ่งเป็นระยะสั้น ๆ ไม่สามารถวิเคราะห์ให้เสร็จทันความต้องการของผู้ประกอบการและเกษตรกรผู้ใช้ปุ๋ย เพื่อให้งานวิเคราะห์ดำเนินไปโดยเร็วผู้เขียนจึง

ดำเนินการแก้ปัญหาดังกล่าวทันทีโดยแบ่งการดำเนินงานออกเป็น 2 ระยะได้แก่ แผนระยะสั้นและแผนระยะยาว

แผนระยะสั้นคือ ให้บริการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยแบบเร่งด่วนเพื่อช่วยผู้ประกอบการให้ได้รับรายงานผลวิเคราะห์โดยเร็วและสามารถนำรายงานไปใช้ประโยชน์ในเรื่องต่าง ๆ ได้ดังนี้

1. ขึ้นทะเบียนยังกรมวิชาการเกษตรได้ทันกำหนดเวลาประชุม
2. นำผ่านพิธีการศุลกากรเพื่อนำปุ๋ยออกใช้ทันฤดูกาลเพาะปลูก
3. เป็นหลักฐานในการดำเนินคดีกับผู้กระทำผิดต่อพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518

ในการแก้ปัญหาระยะสั้นนี้ผู้เขียนดำเนินการด้วยความตรากตรำและสามารถวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีได้จำนวนมากทำรายได้เพิ่มให้กรมวิทยาศาสตร์บริการสูงมากขณะนั้น

แผนระยะยาวเป็นการปรับปรุงประสิทธิภาพการตรวจวิเคราะห์ธาตุไนโตรเจนในปุ๋ยเคมี เช่น หา Catalyst ตัวใหม่มาทดลองใช้แทน Catalyst เดิม โดยคาดว่า Catalyst ใหม่นี้น่าจะช่วยย่อยทำลายสารอินทรีย์ให้หมดในเวลารวดเร็วได้ และหาวิธีการอื่นมาใช้กลั่นก๊าซ NH_3 แทนการกลั่นด้วยความร้อนจากเตาโดยตรงโดยคาดว่าวิธีที่จะนำมาใช้นี้จะช่วยให้กลั่น NH_3 ออกมาให้หมดในช่วงระยะเวลาสั้น ๆ โดยที่ผลการวิเคราะห์ทดลองยังคงเหมือนเดิมหรือดีกว่า และเวลารวมตลอดการวิเคราะห์ทั้งสองขั้นตอนลดลงผลที่ตามมาคือผู้ประกอบการจะได้รับรายงานผลวิเคราะห์ไวขึ้นและสามารถนำรายงานไปใช้ประโยชน์ตามวัตถุประสงค์ต่อไปได้ทันท่วงที

1.2 คำนำ

ประชากรของประเทศไทยส่วนใหญ่มีอาชีพเกษตรกรรม ทำไร่ ทำนา และทำสวน ปุ๋ยเคมีเป็นปัจจัยที่สำคัญปัจจัยหนึ่งต่อการเพิ่มผลผลิตของพืช และมีบทบาทสำคัญต่อการพัฒนาประเทศและเศรษฐกิจของชาติ เกษตรกรใช้ปุ๋ยเคมีเพิ่มสูงขึ้นเรื่อย ๆ เป็นปุ๋ยเคมีที่นำสั่งมาจากต่างประเทศและปุ๋ยเคมีที่ผลิตภายในประเทศ ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมปุ๋ย (มอก. 75-2527) ได้จำแนกประเภทของปุ๋ยไว้เป็น 2 ประเภทดังนี้

1. ปุ๋ยเคมี หมายถึง ปุ๋ยที่ได้หรือทำจากสารอนินทรีย์หรือจากสารอินทรีย์สังเคราะห์ แบ่งเป็น 3 ชนิด

    1.1 ปุ๋ยเชิงเดี่ยว (Single Fertilizer) หมายถึง ปุ๋ยที่มีธาตุอาหารหลักธาตุเดียว ได้แก่

ปุ๋ยที่ให้ธาตุไนโตรเจน (N)

Ammonium Nitrate [NH_4NO_3]	33 - 34% N
Ammonium Sulfate [$(NH_4)_2SO_4$]	20 - 21% N
Ammonium Chloride [NH_4Cl]	25 - 26% N
Urea [$(NH_2)_2CO$]	45 - 46% N
Isobutylidene diurea	31% N
Calcium Nitrate [$Ca(NO_3)_2$]	15% N

ปุ๋ยที่ให้ฟอสเฟต (P_2O_5)

ซุปเปอร์ฟอสเฟต (Single superphosphate)	16 - 22% P_2O_5
ซุปเปอร์ฟอสเฟตเข้มข้น	40 - 46% P_2O_5
(Double - Tripple superphosphate)	

ปุ๋ยที่ให้โพแทช (K_2O)

Potassium Chloride [KCl]	60% K_2O
Potassium Sulfate [K_2SO_4]	50%K_2O

1.2 ปุ๋ยเชิงประกอบ (Compound Fertilizer) หมายถึง ปุ๋ยที่ทำขึ้นด้วยกรรมวิธีทางเคมีและมีธาตุอาหารหลักอย่างน้อย 2 ธาตุขึ้นไป ได้แก่

	$N-P_2O_5-K_2O$
Monoammonium Phosphate [MAP]	11 - 55 - 0
Diammonium Phosphate [DAP]	18 - 46 - 0
Monopotassium Phosphate [KH_2PO_4]	0 - 47 - 31
Potassium Nitrate [KNO_3]	13 - 0 - 44

1.3 ปุ๋ยเชิงผสม (Mixed หรือ Blended Fertilizer) หมายถึงปุ๋ยที่ได้จากการผสมปุ๋ยเชิงเดี่ยวและเชิงประกอบในอัตราส่วนต่าง ๆ เพื่อให้ได้ปริมาณธาตุอาหารตามความต้องการไม่ว่าการผสมนั้นจะเข้าเป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่ก็ตาม ตัวอย่างเช่นปุ๋ยเคมีเกรด 13-13-21,เกรด 15-15-15 และเกรด 16-16-8 เป็นต้น

2. ปุ๋ยอินทรีย์ หมายถึง ปุ๋ยที่ได้จากหรือทำจากอินทรีย์วัตถุแบ่งเป็น 2 ชนิด

2.1 ปุ๋ยหมักอินทรีย์ (Compost) หมายถึงปุ๋ยอินทรีย์ที่ได้จากการหมัก

2.2 ปุ๋ยหมักอินทรีย์พิเศษ หมายถึงปุ๋ยที่ได้จากการผสมปุ๋ยหมักอินทรีย์กับปุ๋ยเคมีเพื่อเพิ่มธาตุอาหาร

ไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบที่สำคัญของ Amino Acid ซึ่งประกอบขึ้นเป็นโปรตีน คลอโรฟิลล์และสารอื่น ๆ ที่มีอยู่ในพืช โปรตีนจำเป็นสำหรับแบ่งเซลขยายยืดยอด ขยายใบกิ่งก้านสาขา คลอโรฟิลล์เป็นสารสีเขียวในใบที่รวมแสงสว่างมาใช้สังเคราะห์แป้ง - น้ำตาล ถ้าพืชขาดไนโตรเจนจะแสดงอาการผิดปกติคือใบจะเหลืองซีดเพราะขาดคลอโรฟิลล์

หลักการวิเคราะห์ไนโตรเจนหรือไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีมีวิธีที่แตกต่างกันตามรูปแบบของไนโตรเจนที่เป็นองค์ประกอบ ถ้าอยู่ในรูปของปุ๋ยเชิงเดี่ยวเช่นเกลือ Ammonium หรือ Nitrate (NH^+_4/NO^-_3) วิเคราะห์ได้ง่ายและรวดเร็วโดยกลั่นอย่างเดียว ถ้าไนโตรเจนอยู่ในรูปของสารอินทรีย์หรือสารอินทรีย์ผสมเกลือ Ammonium วิธีวิเคราะห์จะดำเนินการตามมาตรฐาน AOAC วิธี Improved Kjeldahl Methods for Nitrate - Free Samples ซึ่งมีหลักการดังนี้

<u>หลักการวิเคราะห์ไนโตรเจน</u>

โดยการทำลาย organic nitrogen ด้วย conc sulfuric acid ที่ร้อน organic nitrogen จะเปลี่ยนเป็น ammonium sulfate เมื่อให้ทำปฏิกิริยากับ strong base เช่น NaOH จะเกิดก๊าซ ammonia กลั่น ammonia ออกมาแล้วจับด้วยสารละลายกรดมาตรฐาน เช่น H_2SO_4 หรือ H_3BO_3 ที่มากเกินพอ แล้วจึงนำมา back titrate กับสารละลายมาตรฐาน NaOH หรือ titrate เกลือที่เกิดขึ้นด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4

ขั้นตอนที่สำคัญที่สุดในการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนคือการ oxidise สารประกอบอินทรีย์ด้วย conc.H_2SO_4 ในขั้นตอนนี้ C ในสารตัวอย่างจะเปลี่ยนเป็นก๊าซ CO_2และ H จะเปลี่ยนเป็น H_2O สำหรับ N ที่อยู่ในรูปของ amide หรือ amine จะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของ ammonium ion การ oxidise สารประกอบอินทรีย์ด้วย conc. H_2SO_4 เพียงอย่างเดียวต้องทำการย่อยสลายเป็นเวลานาน จึงได้ปรับปรุงวิธีการให้รวดเร็วขึ้นโดยการเติมสารเพิ่มจุดเดือดให้กรด H_2SO_4 ได้แก่ Na_2SO_4 ด้วยปริมาณที่พอเหมาะ เช่นเติม Na_2SO_4 0.6 กรัมต่อกรด H_2SO_4 ปริมาตร 1 มล. จะทำให้เวลาที่ใช้ย่อยสลายลดลงเกือบครึ่งหนึ่ง

catalyst มีความจำเป็นสำหรับการย่อยสลายสารอินทรีย์ โดยจะช่วยเร่งปฏิกิริยาในการ oxidise สารให้เร็วขึ้น catalyst ที่ใช้ได้แก่ HgO

ขบวนการวิเคราะห์ไนโตรเจนดังกล่าวมีข้อเสียอยู่ได้แก่

– ความร้อนที่ใช้ย่อยและกลั่นได้จากเตาขดลวดไฟฟ้าซึ่งไม่แรงพอต้องใช้เวลาวิเคราะห์นานเป็นการสิ้นเปลืองไฟฟ้าและน้ำ

– HgO ที่ใช้เป็น Catalyst ทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียง (side reaction) ในตอนกลั่นคือ Hg จาก HgO จะเข้าทำปฏิกิริยากับ NH_3 เป็น Hg NH_3 ซึ่งสลายตัวให้ NH_3 ยากต้องใช้ $Na_2S_2O_3$ ไปยับยั้งปฏิกิริยาข้างเคียงโดย Hg จะทำปฏิกิริยากับ S จาก $Na_2S_2O_3$ เกิดเป็น HgS แทน ก๊าซ NH_3 จึงถูกกลั่นออกมาได้ เป็นการสิ้นเปลืองสารเคมีโดยใช่เหตุ

- HgO เป็นเป็นสารพิษทำให้เกิดมลภาวะกับสิ่งแวดล้อม

อย่างไรก็ตามจากเอกสารวิชาการพบว่า selenium reagent mixture มีคุณสมบัติเป็น catalyst ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ได้และเป็นพิษน้อยกว่า จึงได้ทำการศึกษาทดลองโดยนำ selenium reagent mixture มาใช้ในขบวนการย่อยสลายสารอินทรีย์ในปุ๋ยเคมีเปรียบเทียบกับ HgO และเป็นที่ทราบดีว่าการกลั่นสารด้วยไอน้ำเดือด (steam distillation) มีประโยชน์ในการแยกสารที่ระเหยง่ายออกจากสารที่กลายเป็นไอได้ยากหรือใช้แยกสารที่ระเหยง่ายซึ่งมีปริมาณน้อยออกจากสารที่ไม่ระเหยหรือสารที่ข้นเหนียวซึ่งมีปริมาณมาก แอมโมเนีย (NH_3) เป็นสารที่ระเหยได้ง่ายตัวหนึ่ง จึงได้ศึกษาทดลองโดยนำหลักการจาก steam distillation มาใช้กลั่น NH_3 ออกจากสารละลายที่กลายเป็นไอได้ยากและเปรียบเทียบกับการใช้ความร้อนจากเตาโดยตรง โดยเครื่องมือที่ใช้ศึกษาทดลองเปลี่ยนรูปแบบไปเพื่อให้เหมาะสมกับสภาพการศึกษาทดลอง เครื่องมือประกอบด้วย 3 ส่วนคือ ชุดย่อย ชุดดักจับไอกรดและชุดกลั่น

ชุดย่อย (Digestion Unit)เป็นเตาให้ความร้อนสูง การทำงานเป็นไปในสภาวะลดความดัน selenium reagent mixture สามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ให้หมดในเวลารวดเร็วเพียง 15 - 20 นาที

ชุดดักจับไอกรด (Scrubber Unit) ทำหน้าที่กำจัดไอกรดที่เป็นอันตรายไม่ให้ปล่อยออกสู่บรรยากาศ

ชุดกลั่น (Distillation Unit) ทำหน้าที่กลั่น NH_3 โดยใช้ความร้อนจากไอน้ำเดือด ปฏิกิริยาเกิดขึ้นรวดเร็ว NH_3 ถูกเก็บในสารละลายกรด H_3BO_3 ที่มากเกินพอ หาปริมาณไนโตรเจนโดยการไตเตรตด้วยสารละลายกรดมาตรฐาน H_2SO_4 โดยใช้ mixing indicator เป็น indicator

ปฏิกิริยาการวิเคราะห์ไนโตรเจนเป็นดังนี้

<u>Digestion</u>

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

Distillation

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

$$NH_3+H_2O \longrightarrow NH_4OH$$

Titration

1. รองรับ NH_3 ด้วยสารละลายกรด H_2SO_4 และไตเตรตกรดที่มากเกินพอด้วย NaOH

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

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

2. รองรับ NH_3 ด้วยสารละลายกรด H_3BO_3และไตเตรตเกลือ $(NH_4)_3 BO_3$ ที่เกิดขึ้นด้วย H_2SO_4

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

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

1.3 วัตถุประสงค์

เพื่อปรับปรุงวิธีวิเคราะห์ปริมาณธาตุไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีให้มีประสิทธิภาพ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 สามารถดำเนินการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีจำนวนมากให้สำเร็จได้อย่างรวดเร็วและถูกต้องแม่นยำ

1.4.2 เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและศักยภาพในการให้บริการด้านการตรวจวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี

1.4.3 ประหยัดเงินตราโดยไม่ต้องซื้อสารเคมีที่เป็นพิษและเป็นการรักษาสิ่งแวดล้อมให้ดีขึ้น

1.4.4 ให้บริการวิชาการเพื่อพัฒนาความรู้ด้านวิเคราะห์ปุ๋ยแก่เจ้าหน้าที่และนิสิตนักศึกษา

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

ปี พ.ศ. 2536 - 2539

2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ

2.1 วัสดุ อุปกรณ์

ชุดเครื่องย่อยสลายแบบลดความดัน (รูปที่ 1)

เครื่องกลั่นแบบใช้ไอน้ำเดือดเป็นตัวให้ความร้อน (รูปที่ 2)

เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนแบบขดลวดไฟฟ้า (รูปที่ 3)

ขวดก้นกลมคอยาว ขนาด 800 มล. (Kjeldahl flask)

หลอดแก้วทดลอง ขนาด 300 มล.

ขวดรูปชมพู่ ขนาด 500 มล. (Erlenmeyer flask)

บิวเร็ตต์ (Burette)

ปิเปตต์ (Pipette)

บีกเกอร์ (Beaker)

กระบอกตวง (Cylinder)

2.2 สารเคมี

conc H_2SO_4 GR.	Na_2SO_4 anhydrous.
conc H_2SO_4 commercial grade.	HgO red GR.
NaOH GR.	Selenium reagent mixture GR.
NaOH commercial grade.	$Na_2S_2O_3$. $5H_2O$ GR.
H_3BO_3 GR.	Methyl red indicator.
Acetone commercial grade	Mixing indicator

2.3 วิธีการ

วิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมด (Total Nitrogen)

ดำเนินการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนเป็น 2 วิธี ดังนี้

วิธีที่ 1 วิเคราะห์โดยใช้ catalyst ชนิด HgO

วิธีที่ 2 วิเคราะห์โดยใช้ catalyst ชนิด selenium reagent mixture

การเตรียมตัวอย่างเพื่อการศึกษาทดลอง

บดตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่ได้ Sampling แล้ว ให้เป็นผงละเอียดเก็บในภาชนะที่ปิดสนิทและพร้อมที่จะนำไปศึกษาทดลอง ขั้นตอนการดำเนินการวิเคราะห์มีดังต่อไปนี้

<u>วิธีที่ 1</u> วิเคราะห์โดยใช้ catalyst ชนิด HgO

1. นำตัวอย่างปุ๋ยประมาณ 5 กรัม ทดสอบในเบื้องต้นหายูเรีย โดยละลายด้วย acetone ประมาณ 30 มล. กรอง นำส่วน filtrate มาระเหยไล่ acetone ออกไปถ้าเกิดผลึกรูปเข็มแสดงว่ามียูเรียเป็นส่วนผสม
2. ขั้นตอนการย่อยสลาย (digestion)

   - ชั่งตัวอย่างปุ๋ยให้รู้น้ำหนักแน่นอนประมาณ 1 กรัม ใส่ขวด Kjeldahl flask ขนาด 800 มล. เติม Na_2SO_4 15 กรัม HgO 0.7 กรัม และ conc H_2SO_4 commercial ปริมาตร 25 มล. เขย่าให้เข้ากัน ทำการย่อยสลายบนเตาชนิดขดลวดไฟฟ้าจนกระทั่ง organic nitrogen เปลี่ยนเป็น ammonium salt ทั้งหมด ปล่อยทิ้งไว้ให้เย็น
3. ขั้นตอนการกลั่น (distillation)

   - ละลาย ammonium salt ด้วยน้ำกลั่น เติมสารละลายเข้มข้น 45% NaOH ปริมาตร 130 มล. และสารละลาย 8% $Na_2S_2O_3$ ปริมาตร 25 มล. เติมลงในขวด Kjeldahl ทำการกลั่นด้วยเครื่องกลั่นชนิดขดลวดไฟฟ้าเป็นตัวให้ความร้อน และใช้สารละลายกรด H_2SO_4 เข้มข้น 1 นอร์มาล ปริมาตร 25 มล. รองรับก๊าซ NH_3
4. การไตเตรต (Titration)

   - ไตเตรตกลับ (back titrate) กรดที่มากเกินพอด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 1 นอร์มาล มี methyl red เป็น indicator
5. ทำ blank โดยไตเตรตสารละลายกรด H_2SO_4 ที่ใช้รองรับก๊าซ NH_3 ปริมาตร 25 มล. ด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH เข้มข้น 1 นอร์มาล มี methyl red เป็น indicator
6. การคำนวณปริมาณของไนโตรเจนทั้งหมด

$$\%\text{Nitrogen} = \frac{(V_2 - V_1) \times C \times 1.4007}{W}$$

V_2 = จำนวน มล. ของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกับ blank

V_1 = จำนวน มล. ของสารละลายมาตรฐาน NaOH ที่ใช้ในการไตเตรตกลับ

C = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน NaOH, นอร์มาล

W = น้ำหนักของตัวอย่างปุ๋ย, กรัม

<u>วิธีที่ 2</u> วิเคราะห์โดยใช้ catalyst ชนิด *selenium reagent mixture*

1. นำตัวอย่างปุ๋ยประมาณ 5 กรัม ทดสอบในเบื้องต้นหายูเรีย โดยละลายด้วย acetone ประมาณ 30 มล. กรอง นำส่วน filtrate มาระเหยไล่ acetone ออกไป ถ้าเกิดผลึกรูปเข็มแสดงว่ามียูเรียเป็นส่วนผสม
2. ขั้นตอนการย่อยสลาย

   ชั่งตัวอย่างปุ๋ยให้รู้น้ำหนักแน่นอนประมาณ 0.2 - 0.5 กรัม ใส่หลอดทดลองรูปทรงกระบอกความจุ 300 มล. เติม selenium reagent mixture ประมาณ 5 กรัม และ conc H_2SO_4 commercial ปริมาตร 15 มล. ทำการย่อยโดยชุดเครื่องย่อยสลายแบบลดความดันจนกระทั่ง organic nitrogen เปลี่ยนเป็น ammonium salt ทั้งหมด ปล่อยทิ้งไว้ให้เย็น
3. ขั้นตอนการกลั่น

   ละลาย ammonium salt ด้วยน้ำกลั่น เติมสารละลายเข้มข้น 30% NaOH ปริมาตร 90 มล. ลงในหลอดทดลอง ทำการกลั่นด้วยเครื่องกลั่นชนิดใช้ไอน้ำเดือดเป็นตัวให้ความร้อน และใช้สารละลายกรด H_3BO_3 เข้มข้น 2% ปริมาตร 100 มล. รองรับก๊าซ NH_3
4. การไตเตรต

   ไตเตรตเกลือที่เกิดขึ้นด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.5 นอร์มาล มี mixing indicator เป็น indicator
5. ทำ blank โดยไตเตรตสารละลายกรด H_3BO_3 ที่ใช้รองรับก๊าซ NH_3 ด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 เข้มข้น 0.5 นอร์มาล มี mixing indicator เป็น indicator

6. การคำนวณปริมาณของไนโตรเจนทั้งหมด

$$\% \text{ Nitrogen} = \frac{(T - B) \times C \times 1.4007}{W}$$

T = จำนวน มล. ของสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ที่ใช้ไตเตรตกับตัวอย่าง

B = จำนวน มล. ของสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 ที่ใช้ไตเตรตกับ blank

C = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4, นอร์มาล

W = น้ำหนักของตัวอย่างปุ๋ย, กรัม

หมายเหตุ การศึกษาทดลองแต่ละตัวอย่างทำซ้ำ 2

3. ผลการปฏิบัติงาน

3.1 ปุ๋ยเคมีที่ใช้ศึกษาทดลองหาค่าไนโตรเจนทั้งหมดโดยใช้ catalyst ชนิด HgO (วิธีที่ 1) เปรียบเทียบกับ catalyst ชนิด selenium reagent mixture (วิธีที่ 2) ได้แก่ปุ๋ยเคมีมาตรฐานเกรด 46 - 0 - 0 (%N = 46.0) และผลการทดลองหาค่าไนโตรเจนซ้ำกันจำนวน 10 ครั้ง แสดงอยู่ในตารางเปรียบเทียบดังต่อไปนี้

ตารางเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนโดยวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2

วิเคราะห์ครั้งที่	%ไนโตรเจน (N)	
	วิธีที่ 1	วิธีที่ 2
1	46.59	46.53
2	46.56	46.38
3	46.53	46.59
4	46.54	46.44
5	46.59	46.33
6	46.48	46.41
7	46.44	46.21
8	46.42	46.21
9	46.40	46.53
10	46.42	46.53
Mean	46.49	46.42
SD	0.073	0.135
%RSD	0.16	0.29
S2	0.012	
S	0.10853	
T-test	1.48	

ผลการทดลองวิเคราะห์ค่าไนโตรเจนจากปุ๋ยเคมีมาตรฐานที่มีค่าไนโตรเจน 46.0% ซ้ำกันจำนวน 10 ครั้ง โดยใช้ catalyst ที่ต่างกัน 2 ชนิดนั้น จากการวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติโดยใช้ T-test พบว่าผลการวิเคราะห์ไม่มีความแตกต่างของค่าเฉลี่ย (mean) อย่างมีนัยสำคัญในระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 (critcal value of t = 2.10) แต่เมื่อพิจารณาค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของการวิเคราะห์โดยวิธีที่ 1 (HgO เป็น catalyst) กับการวิเคราะห์โดยวิธีที่ 2 (selenium reagent mixture เป็น catalyst) มีค่าต่ำกว่า 2% แสดงว่าค่าไนโตรเจนที่วิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ จึงอาจสรุปได้ว่าทั้ง 2 วิธีมีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์เท่าเทียมกัน

จึงได้ทำการศึกษาทดลองวิเคราะห์ตัวอย่างปุ๋ยอีกจำนวน 24 ตัวอย่าง รายละเอียดของปุ๋ยทั้งหมดแสดงอยู่ในข้อ 3.2

3.2 ตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่ใช้ศึกษาทดลองวิเคราะห์ไนโตรเจนโดยวิธีที่ 1 เปรียบเทียบกับวิธีที่ 2 มีรายละเอียดดังนี้

ตัวอย่างที่	เกรดปุ๋ย	บริษัทผู้ผลิต
1	16-20-0	บริษัทเพิ่มผลการเกษตร จำกัด
2	16-8-8	บริษัทเจียไต๋ จำกัด
3	16-16-8	บริษัทอัลวาแฟลม จำกัด
4	18-12-6	บริษัทเจียไต๋ จำกัด
5	46-0-0	บริษัทกาต้าร์เฟอร์ติไลเซอร์ จำกัด เมืองอูไซ ประเทศกาต้าร์
6	13-13-21	บริษัทเอส.ซี.สแตนดาร์ด จำกัด
7	15-15-15	บริษัทอัลวาแฟลม จำกัด
8	17-17-17	บริษัทไฮฟา เคมิคอล จำกัด เมืองไฮฟา ประเทศอิสราเอล
9	25-20-0	ห้างหุ้นส่วนจำกัดรังสิตเศรษฐกิจการเกษตร
10	14-4-9	บริษัทเพิ่มผลการเกษตร จำกัด
11	16-8-14	บริษัทเพิ่มผลการเกษตร จำกัด
12	18-4-5	บริษัทเพิ่มผลการเกษตร จำกัด
13	18-10-6	บริษัทเพิ่มผลการเกษตร จำกัด
14	4-20-20	บริษัทเครมส์เคมี จำกัด เมืองเครมส์ ประเทศออสเตรีย
15	5-10-5	บริษัทไทยเซ็นทรัลเคมี จำกัด
16	5-20-5	บริษัทอะกลูคอน จำกัด ประเทศเยอรมันนี
17	9-18-9	บริษัทนาเซอร์ส แพลนฟู้ด คอมปานีโอไอโอ สหรัฐอเมริกา
18	10-10-10	บริษัทนาเซอร์ส แพลนฟู้ด คอมปานีโอไฮโอ สหรัฐอเมริกา
19	10-20-30	ห้างหุ้นส่วนจำกัด ทีแอนด์เอ็นเคมีเกษตร
20	10-52-17	ห้างหุ้นส่วนจำกัด ทีแอนด์เอ็นเคมีเกษตร

ตัวอย่างที่	เกรดปุ๋ย	บริษัทผู้ผลิต
21	11-7-27	ห้างหุ้นส่วนจำกัด ทีแอนด์เอ็นเคมีเกษตร
22	12-4-6	บริษัทอะกลูคอน จำกัด ประเทศเยอรมันน
23	15-30-15	บริษัทเซอร์ริ่งเอจี เมืองดูซเซลคอลป์เฮิรด์ ประเทศเยอรมันนี
24	20-20-20	ห้างหุ้นส่วนจำกัด ทีแอนด์เอ็นเคมีเกษตร

หมายเหตุ

1. เกรดปุ๋ยประกอบด้วยตัวเลข 3 ชุด

ตัวเลขชุดแรก หมายถึง ปริมาณร้อยละของธาตุไนโตรเจนทั้งหมด

ตัวเลขชุดที่ 2 หมายถึง ปริมาณร้อยละของธาตุฟอสฟอรัสในรูปของฟอสเฟตที่เป็นประโยชน์

ตัวเลขชุดที่ 3 หมายถึง ปริมาณร้อยละของธาตุโพแทสเซียมในรูปของโพแทซที่ละลายน้ำได้

2. ปุ๋ยเคมีที่ใช้ศึกษาทดลองมีปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดตั้งแต่ 4-46% และมียูเรียเป็นส่วนผสมทุกตัวอย่าง

3. ตัวอย่างที่ 1 - 5 เป็นปุ๋ยนาข้าว มีลักษณะเป็นเม็ด

ตัวอย่างที่ 6 - 9 เป็นปุ๋ยพืชไร่พืชสวน มีลักษณะเป็นเม็ด

ตัวอย่างที่ 10 - 13 เป็นปุ๋ยสวนยาง มีลักษณะเป็นเม็ดและผง

ตัวอย่างที่ 14 - 24 เป็นปุ๋ยไม้ดอก และปุ๋ยทางใบ มีลักษณะเป็นปุ๋ยเหลวและปุ๋ยเกร็ด

ผลการศึกษาทดลองวิเคราะห์ค่าไนโตรเจนจากปุ๋ยเคมีทั้ง 24 ตัวอย่างด้วยวิธีที่ 1 เปรียบเทียบกับวิธีที่ 2 แล้วค่าไนโตรเจนที่ได้ทั้ง 2 วิธีไม่แตกต่างกัน แสดงในตารางที่ 1

3.3 ตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่ใช้ศึกษาทดลองเพื่อเปรียบเทียบค่าไนโตรเจนทั้งหมด โดยใช้ steam distillation ในเวลาต่าง ๆ กัน มีรายละเอียดดังนี้

ตัวอย่างที่	เกรดปุ๋ย	บริษัทผู้ผลิต
1	5-10-5	บริษัทไทยเซ็นทรัลเคมี จำกัด
2	8-24-24	บริษัทฟาร์แลนด์ไฮโดร จำกัด เมืองแทมป้า สหรัฐอเมริกา

ตัวอย่างที่	เกรดปุ๋ย	บริษัทผู้ผลิต
3	9-24-24	ห้างหุ้นส่วนจำกัดปุ๋ยจักรวาล
4	11-8-6	บริษัทไทยเซ็นทรัลเคมี จำกัด
5	12-12-24	บริษัทปุ๋ยไวกิ้ง จำกัด
6	12-24-12	บริษัทฟาร์แลนด์ไฮโดร จำกัด สหรัฐอเมริกา
7	12-52-0	บริษัทจอยท์สต๊อกฟอสฟอริท จำกัด เขตเลนิน-กราด ประเทศรัสเซีย
8	12-60-0	บริษัทไฮฟาเคมีคอล จำกัด ประเทศอิสราเอล
9	13-13-21	บริษัท บี.เอ.เอส.เอฟ จำกัด ประเทศเยอรมัน
10	15-7-18	บริษัท เอส.ซี.สแตนดาร์ด จำกัด
11	15-15-15	ห้างหุ้นส่วนจำกัดปุ๋ยจักรวาล
12	15-15-15	เคมิร่า เดนมาร์ก เอ/เอส ประเทศเดนมาร์ก
13	15-15-15	บริษัท บี.เอ.เอส.เอฟ จำกัด ประเทศเยอรมัน
14	16-20-0	ห้างหุ้นส่วนจำกัดปุ๋ยจักรวาล
15	16-20-0	บริษัทฟาร์มแลนด์ ไฮโดร จำกัด ประเทศสหรัฐ-อเมริกา
16	18-4-5	บริษัทเอส.ซี.สแตนดาร์ด จำกัด
17	46-0-0	บริษัทกาต้าร์เฟอร์ติไลเซอร์ ประเทศกาต้าร์

หมายเหตุ ตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่ใช้ศึกษาทดลองมีปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดตั้งแต่ 5-46% มีลักษณะเป็นเม็ดและผง มียูเรียเป็นส่วนผสมทุกตัวอย่าง

ผลจากการศึกษาทดลองกลั่นแอมโมเนียโดยวิธี steam distillation เป็นเวลาต่าง ๆ กัน ได้แก่ 4 นาที 5 นาที และ 6 นาที แสดงอยู่ในตารางที่ 2

การกลั่นแอมโมเนียเป็นขั้นตอนต่อจากการย่อยสลาย organic nitrogen แล้ว วิธีการกลั่นแบบเดิมใช้ความร้อนจากเตาไฟฟ้าโดยตรงซึ่งใช้เวลากลั่นนานประมาณ 120 นาทีเป็นการสิ้นเปลืองไฟฟ้าและน้ำที่ใช้หล่อเย็นใน condenser ผลจากการปรับปรุงวิธีการกลั่นโดยเปลี่ยนมาใช้ความร้อนจากไอน้ำเดือดแทนนั้น จากการทดลองกับตัวอย่าง 17 ตัวอย่างพบว่าปริมาณไนโตรเจนที่ได้จากการกลั่นด้วยเวลา 4 นาทีเกือบทุกตัวอย่างยังไม่สามารถกลั่นไนโตรเจนออกมาให้หมดได้เมื่อเปรียบเทียบกับการกลั่นด้วยเวลา 5 นาที อย่างไรก็ตามปริมาณไนโตรเจนที่ได้

จากการกลั่นด้วยเวลา 6 นาทีกับ 5 นาที มีค่าใกล้เคียงกันเกือบจะเท่ากันหรือแตกต่างกันน้อยมากและเป็นทศนิยมตำแหน่งที่ 2 ซึ่งตัดทิ้งได้เนื่องจากการรายงานผลวิเคราะห์ไนโตรเจนจะเป็นทศนิยมหนึ่งตำแหน่ง ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าขั้นตอนการกลั่น NH_3 ด้วยไอน้ำเดือดใช้เวลาเพียง 5 นาที ก็สามารถกลั่น NH_3 ออกมาให้หมดหรือให้ได้มากที่สุดเท่าที่มีอยู่จริงในตัวอย่าง จึงเห็นว่าการปรับปรุงประสิทธิภาพการวิเคราะห์โดยนำวิธี steam distillation มาใช้กลั่นสารที่ระเหยได้อย่างเช่นก๊าซ NH_3 นี้ย่อมเกิดประโยชน์ต่องานวิเคราะห์ปุ๋ยเป็นอย่างยิ่งเพราะว่านอกจากจะให้ผลวิเคราะห์ที่ถูกต้องรวดเร็วอย่างมีประสิทธิภาพแล้ว ยังเป็นการประหยัดสารเคมี ไฟฟ้าและน้ำอีกด้วย

4. <u>วิจารณ์</u>

ผู้ประกอบการธุรกิจปุ๋ยเคมีมักใช้ยูเรียเป็นวัตถุดิบในการผลิตปุ๋ยเคมีเชิงผสมด้วยเหตุผลดังนี้

- ยูเรียมีเปอร์เซ็นต์ N สูงถึง 45 - 46%
- ละลายน้ำได้ดีพืชสามารถดูดไปใช้ประโยชน์ได้โดยตรง
- ราคาไม่แพง
- ยูเรียเข้ากันได้กับวัตถุดิบอื่นที่นำมาผลิตเป็นปุ๋ยเชิงผสมได้แก่ $(NH_4)_2SO_4$ เกลือฟอสเฟต K_2SO_4 และปุ๋ยอินทรีย์โดยไม่มีปฏิกิริยาต่อกัน

วิธีวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในปุ๋ยเคมีตามมาตรฐาน AOAC มีขั้นตอนที่สำคัญและยุ่งยาก 2 ขั้นตอนคือย่อยสลายและกลั่น ขั้นตอนการย่อยสลายเป็นการ oxidise สารประกอบอินทรีย์ด้วย conc H_2SO_4 ที่ร้อน คาร์บอน (C) จะเปลี่ยนเป็นก๊าซ CO_2 ไฮโดรเจน (H) เปลี่ยนเป็นน้ำ H_2O ไนโตรเจน (N) เปลี่ยนเป็น (NH^+_4) และทั้งหมดอยู่ในสารละลายกรด H_2SO_4 การ oxidise ด้วยกรดอย่างเดียวไม่อาจทำลายสารอินทรีย์ให้หมดในระยะเวลาอันรวดเร็ว จำเป็นต้องเติมสารอีก 2 ชนิด ได้แก่ Na_2SO_4 และ HgO โดยที่ Na_2SO_4 ทำหน้าที่เพิ่มจุดเดือดให้กับกรด H_2SO_4 โดยปกติจะเติมในอัตราส่วนที่พอเหมาะ เช่น Na_2SO_4 0.6 กรัม ต่อ H_2SO_4 1 มล. สามารถเพิ่มจุดเดือดให้กรดสูงขึ้นจาก 320 เป็น 370 °ซ. ทำให้เวลาการย่อยสลายลดลงเกือบครึ่งหนึ่ง และถ้าเติมมากกว่านี้จะทำให้อุณหภูมิขณะ oxidise สูงขึ้นอีก และทำลายสารอินทรีย์ได้เร็วยิ่งขึ้นก็ตาม แต่จะทำให้มีการสูญเสียก๊าซ NH_3 ได้ ดังนั้นจึงไม่เติม Na_2SO_4 มากไปกว่านี้ HgO ทำหน้าที่เป็น catalyst ซึ่งจะช่วยเร่งปฏิกิริยา oxidise ให้เร็วยิ่งขึ้น

แม้ว่าจะมีทั้ง catalyst และสารเพิ่มจุดเดือดก็ตาม ปฏิกิริยาย่อยสลายก็ยังใช้เวลาประมาณ 2 ชั่วโมงกว่าจะทำลาย organic ได้หมด ขั้นตอนการกลั่นใช้ด่าง sodium hydroxide ทำปฏิกิริยากับเกลือ ammonium sulfate เพื่อเปลี่ยนให้เป็นก๊าซ NH_3 ก็ใช้ระยะเวลานานประมาณ 2 ชั่วโมงเช่นกัน

จากพระราชบัญญัติปุ๋ย พ.ศ. 2518 มาตรา 36 (วรรค 12) มีความว่า ผู้ขอขึ้นทะเบียนปุ๋ยเคมีตามมาตรา 35 ต้องแจ้ง "รายงานการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีของห้องทดลองของทางราชการ" แต่ปัจจุบันห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีของทางราชการ มีเพียง 2 แห่งคือ ห้องปฏิบัติการฝ่ายวิเคราะห์ปุ๋ย กรมวิชาการเกษตร และห้องปฏิบัติการวิเคราะห์สารเคมีทางการเกษตร กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ ซึ่งไม่เพียงพอเนื่องจากมีปริมาณงานมาก ปุ๋ยเคมีตัวอย่างหนึ่ง ๆ ถ้าใช้เวลาวิเคราะห์นานผู้ประกอบการจะได้รับรายงานผลวิเคราะห์ล่าช้าออกไปด้วย และไม่สามารถดำเนินกิจการใด ๆ ต่อไปได้ทันท่วงที ปุ๋ยเคมีที่ผ่านการตรวจวิเคราะห์แล้วผู้ประกอบการสามารถนำรายงานไปใช้ตามวัตถุประสงค์ดังนี้

1. ขึ้นทะเบียนที่กองเกษตรเคมี กรมวิชาการเกษตร ตามมาตรา 35 เพื่อให้ทันกำหนดเวลาประชุมซึ่งกำหนดให้มีขึ้นเดือนละครั้ง ถ้าผลวิเคราะห์ล่าช้าผู้ประกอบการไม่สามารถนำรายงานไปขึ้นทะเบียนได้ทันในเดือนนั้น ๆ ต้องเก็บรายงานไว้รอการขึ้นทะเบียนในเดือนถัดมา นั่นหมายความว่าผู้ประกอบการไม่สามารถนำปุ๋ยออกจำหน่ายให้แก่เกษตรกรทันฤดูกาลเพาะปลูก ซึ่งมีระยะสั้น ๆ ได้ เกิดผลเสียหายแก่ผู้ประกอบการและเกษตรกรผู้ใช้ปุ๋ย

2. นำผ่านพิธีการศุลกากรเพื่อนำปุ๋ยออกจากท่าเรือโดยเร็ว มิฉะนั้นอาจมีการสูญเสียปริมาณธาตุอาหารหรือมีการดูดความชื้นเกิดขึ้นได้

3. เพื่อเป็นหลักฐานในการดำเนินคดีเช่น เมื่อเจ้าหน้าที่ตำรวจยึดอายัดในกรณีที่สงสัยว่าเป็นปุ๋ยเคมีปลอม หากได้รับผลวิเคราะห์ล่าช้าในกรณีที่ผลวิเคราะห์ถูกต้องทำให้ถอนอายัดได้ล่าช้า ทำให้เกิดผลเสียแก่ผู้ประกอบการ

ในการศึกษาและปรับปรุงวิธีวิเคราะห์ไนโตรเจนในปุ๋ยเคมีด้วยการใช้ selenium reagent mixture เป็น catalyst (วิธีที่ 2) เปรียบเทียบกับการใช้ Hgo (วิธีที่ 1) นั้น จากการวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติโดยใช้ T-test พบว่าผลการวิเคราะห์ไม่มีความแตกต่างของค่าเฉลี่ย (mean) อย่างมีนัยสำคัญในระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 (critical value of $t = 2.10$) แต่เมื่อพิจารณาค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพันธ์ (%RSD) ของทั้ง 2 วิธีแล้วไม่มีความแตกต่างโดยนัยสำคัญทางสถิติจึงอาจสรุปได้ว่าทั้ง 2 วิธีมี

ประสิทธิภาพในการวิเคราะห์เท่าเทียมกัน แต่วิธีที่ 2 (selenium reagent mixture เป็น catalyst) เป็นวิธีที่ดีกว่าวิธีที่ 1 (HgO เป็น catalyst) คือจะใช้ catalyst ในปริมาณเพียงเล็กน้อยคือใช้ selenium reagent mixture ประมาณ 0.4กรัมต่อกรด H_2SO_4 ปริมาตร 1 มล. โดยไม่ต้องใช้สารเพิ่มจุดเดือด Na_2SO_4 ทำให้ประสิทธิภาพการย่อย organic nitrogen สูงขึ้นเพราะเวลาที่ใช้ลดลงเหลือประมาณ 20 นาที organic nitrogenถูกทำลายหมด (สังเกตได้จากสารละลายจะใส) และด้วยวิธีกลั่นแบบ steam distillation ความร้อนจากไอน้ำเดือดที่ผ่านลงในขวดกลั่นอย่างต่อเนื่องสามารถกลั่นไล่ก๊าซ NH_3 ออกมาได้หมดอย่างรวดเร็วด้วยเวลาเพียงไม่เกิน 5 นาทีเท่านั้น

ผลที่ได้จากการปรับปรุงประสิทธิภาพการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนนี้เกิดผลดี ดังนี้

1. ผลวิเคราะห์ที่ได้มีคุณภาพ มีความถูกต้องแม่นยำเช่นเดิม
2. ประสิทธิภาพในการตรวจวิเคราะห์เพิ่มขึ้นรวดเร็วขึ้นเพราะใช้เวลาวิเคราะห์น้อยลงดังนี้ (ตารางที่ 3)
   - ขั้นตอนการย่อยสลายจากเดิมใช้เวลาประมาณ 120 นาที เมื่อปรับปรุงวิธีวิเคราะห์แล้วใช้เวลาประมาณ 20 นาที นั่นคือลดเวลาที่ใช้ไปถึง ประมาณร้อยละ 80
   - ขั้นตอนกลั่น จากเดิมใช้เวลาประมาณ 120 นาที เมื่อปรับปรุงวิธีวิเคราะห์แล้วใช้เวลากลั่นประมาณ 5 นาที นั่นคือกลั่นได้เร็วขึ้นประมาณ 24 เท่า
3. ลดและเลิกใช้สารเคมี
   3.1 กรด H_2SO_4 (commercial grade) ลดลงจากปริมาตร 50 มล. เหลือปริมาตร 30 มล. นั่นคือประหยัดกรดได้ถึง 20 มล. ต่อตัวอย่าง
   3.2 ด่าง NaOH (commercial grade) เข้มข้น 45% จากปริมาตร 260 มล. เปลี่ยนมาใช้ NaOH เข้มข้น 30% ปริมาตร 180 มล. นั่นคือประหยัดเนื้อสาร NaOH ได้ถึง 63 กรัมต่อตัวอย่าง
   3.3 เลิกใช้ $Na_2S_2O_3.5H_2O$ และ HgO เพราะเป็นสารอันตรายและทำให้เกิดมลพิษต่อสภาพแวดล้อมได้
4. ลดการใช้ไฟฟ้าและน้ำที่ใช้หล่อเย็นได้จำนวนมาก เป็นวิธีประหยัดเงินได้อีกทางหนึ่ง

5. ผู้ประกอบการปุ๋ยเคมีจะได้รับรายงานผลวิเคราะห์เร็วขึ้นและนำไปใช้ประโยชน์ตามวัตถุประสงค์ได้ทันที
6. สร้างความประทับใจให้กับผู้ใช้บริการและนำไปสู่ความพึงพอใจของประชาชนโดยรวม

5. สรุป

จากการศึกษาทดลองปรับปรุงวิธีวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่มี organic nitrogen เป็นองค์ประกอบโดยเปลี่ยน catalyst จาก HgO เป็น selenium reagent mixture ในขั้นตอนการย่อยสลายและเปลี่ยนมาใช้ความร้อนจากไอน้ำเดือดแทนความร้อนจากเตาไฟฟ้าในขั้นตอนการกลั่นสารที่ระเหยได้ง่ายเช่น ก๊าซ NH_3 นั้น นอกจากจะให้ผลวิเคราะห์ที่ถูกต้องและสอดคล้องกันดีแล้ว ระยะเวลาที่ใช้ตรวจวิเคราะห์ไนโตรเจนในปุ๋ยตัวอย่างหนึ่ง ๆ นั้นจะลดลงซึ่งแตกต่างไปจากวิธีวิเคราะห์เดิมมากคือ ตลอดการวิเคราะห์ไนโตรเจนสามารถวิเคราะห์ให้เสร็จได้ด้วยเวลาสั้น ๆ ไม่ถึงชั่วโมง ยังเป็นการประหยัดการใช้ไฟฟ้า น้ำได้จำนวนมาก รวมถึงลดปริมาณ กรด-ด่าง ได้จำนวนหนึ่ง และเลิกใช้สารเคมีหลายชนิดที่ไม่จำเป็นในขบวนการวิเคราะห์และอาจเป็นอันตรายต่อเจ้าหน้าที่ผู้ปฏิบัติงาน ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าการนำ selenium reagent mixture มาใช้เป็น catalyst ในขบวนการย่อยสลาย organic nitrogen ในปุ๋ยเคมีและใช้วิธี steam distillation แทนความร้อนจากเตาไฟฟ้าในขั้นตอนกลั่นนั้นย่อมจะเกิดผลดีในงานวิเคราะห์ปุ๋ยเป็นอย่างมาก ซึ่งต่อมาทางกลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3 ได้ดำเนินการตรวจวิเคราะห์ไนโตรเจนในตัวอย่างปุ๋ยที่มี organic nitrogen เป็นองค์ประกอบโดยใช้วิธีที่ได้ปรับปรุงแล้วนี้เป็นการเพิ่มประสิทธิภาพการตรวจวิเคราะห์เรื่อยมาจนถึงปัจจุบัน

6. เอกสารอ้างอิง

1. กรมวิชาการเกษตร. กองควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร. ฝ่ายปุ๋ยเคมี-**ปุ๋ยเคมี - - - - ที่ได้รับการขึ้นทะเบียนแล้ว** 2532-2534. กรุงเทพมหานคร: กรมวิชาการเกษตร, 2536. หน้า 162-220, 242-277.

2. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมปุ๋ย. **มอก.** 75-2527. 2527

3. Arthur I. Vogel. Determination of nitrogen by kjeldahl's method. A text-book of quantitative inorganic analysis. Longmans, Green and Co, 1961. p. 256-257

4. Douglas A. Skoog and Donald M. West. Determination of nitrogen in organic compound. Fundamental of analytical chemistry. Holt, Rinehart and Winston, Inc. p. 316-317

5. Foster Dee Snell and Leslie S. Ettre. Kjeldahl Method. Encyclopedia of industrial chemical analysis. Division of John Wiley & Sons Inc, 1972. vol 16, p. 458-460

6. G. Weiss. Hazardous chemicals data book. New Jersey: Noyes Data Corporation, 1986. p. 656, 884

7. 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. 17-18

8. Shriner, R.L., The systematic identification of organic compounds. 6th ed., New York: Wiley, 1980. p.369-370

9. J.C. Miller and J.N. Miller. Statistics for analytical chemistry, 3rd ed. New York: Ellis Horwood Limited, 1993. p.55 -58

7. <u>ภาคผนวก</u>

การอธิบายความหมายของคำต่าง ๆ

H_2SO_4 - Sulphuric acid

H_3BO_3 - Boric acid

NaOH - Sodium hydroxide

Na_2SO_4 - Sodium sulfate

$Na_2S_2O_3.5H_2O$ - Sodium thiosulfate

HgO - Mercuric oxide

Organic nitrogen คือสารประกอบไนโตรเจนที่อยู่ในรูปสารอินทรีย์

$R\text{-}NH_2$ คือ สารประกอบอินทรีย์ประเภท amine หรือ amide

Filler คือ ตัวเติมที่ใช้ผสมในการผสมปุ๋ย เช่น โดโลไมท์ ดิน หรือทราย

Selenium reagent mixture ประกอบด้วย

100 g Potassium sulfate (K_2SO_4) GR.

10 g Copper sulfate ($CuSO_4.5H_2O$) GR.

2 g Selenium nigrum GR.

Mixing indicator ประกอบด้วย (ใน 250 ml.)

0.35 g Bromocresol green

0.36 g *p-nitrophenol*

10 ml. <u>N</u> Sodium hydroxide

22 ml. 1% aqueous ponceau 4R.

10 ml 96% Ethyl alcohol

Distilled water

Mixing indicator ให้การเปลี่ยนแปลง 2 step

1. First change จาก green เป็น blue

2. Second change จาก blue เป็น grey-brown

รายละเอียดของมาตรา 35, 36 จาก พ.ร.บ. ปุ๋ย พ.ศ. 2518

มาตรา 35 ผู้รับใบอนุญาตผลิตปุ๋ยเคมีเพื่อการค้า หรือผู้รับใบอนุญาตนำหรือสั่งปุ๋ยเคมีเข้ามาในราชอาณาจักร ผู้ใดประสงค์จะผลิตหรือนำหรือสั่งเข้ามาในราชอาณาจักร ซึ่งปุ๋ยเคมีชนิดอื่นใด นอกจากปุ๋ยเคมีมาตรฐาน ต้องนำปุ๋ยเคมีชนิดนั้นมาขอขึ้นทะเบียนต่อพนักงานเจ้าหน้าที่เสียก่อน และเมื่อได้รับใบสำคัญการขึ้นทะเบียนปุ๋ยเคมีแล้ว จึงจะผลิตหรือนำหรือสั่งปุ๋ยเคมีนั้นเข้ามาในราชอาณาจักรได้

มาตรา 36 ผู้ขอขึ้นทะเบียนปุ๋ยเคมีตามมาตรา 35 ต้องแจ้งรายละเอียดดังนี้

(1) ชื่อปุ๋ยเคมี

(2) ตัวอย่างปุ๋ยเคมีที่ขอขึ้นทะเบียนในปริมาณไม่น้อยกว่าห้าสิบกิโลกรัม

(3) ชื่อและปริมาณของวัตถุอันเป็นส่วนประกอบของปุ๋ยเคมี

(4) ปริมาณธาตุอาหารรับรอง

(5) ชนิดและปริมาณของธาตุอาหารรองและธาตุอาหารเสริม ถ้ามี

(6) ขนาดบรรจุและภาชนะหรือหีบห่อบรรจุ

(7) ชื่อผู้ผลิตและสถานที่ผลิตปุ๋ยเคมี

(8) วิธีวิเคราะห์ปุ๋ยเคมี

(9) วิธีการผลิตปุ๋ยเคมีโดยย่อ

(10) ฉลาก

(11) เอกสารกำกับปุ๋ยเคมี

(12) รายงานการวิเคราะห์ปุ๋ยเคมีของห้องทดลองของทางราชการ

(13) รายละเอียดเกี่ยวกับคุณสมบัติและสรรพคุณ

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด โดยใช้ catalyst ชนิด HgO (วิธีที่ 1) และ selenium reagent mixture (วิธีที่ 2)

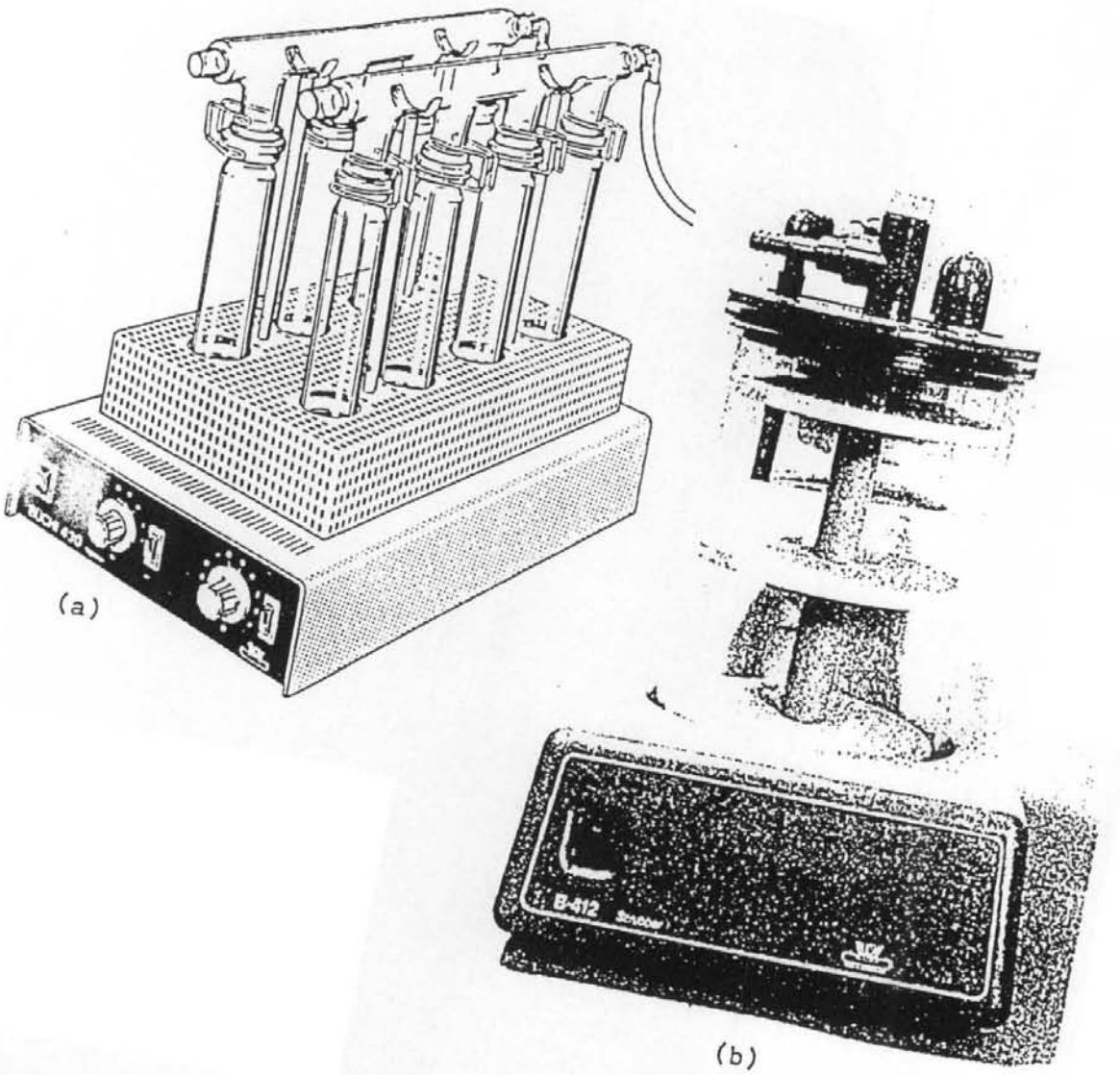
ตัวอย่างที่	เกรดปุ๋ย	วิธีที่ 1 %N	วิธีที่ 2 %N
1	16-20-0	16.24	16.46
2	16-8-8	16.2	16.5
3	16-16-8	15.83	15.6
4	18-12-6	19.4	19.2
5	46-0-0	46.17	46.2
6	13-13-21	12.8	13.12
7	15-15-15	14.9	15.3
8	17-17-17	17.1	17.0
9	25-20-0	25.4	25.0
10	14-4-9	14.6	14.86
11	16-8-14	16.94	16.6
12	18-4-5	18.63	18.89
13	18-10-6	18.6	18.8
14	4-20-20	4.1	4.1
15	5-10-5	5.69	5.72
16	5-20-5	5.2	5.21
17	9-18-9	9.0	9.0
18	10-10-10	10.42	10.5
19	10-20-30	10.47	10.2
20	10-52-17	10.96	10.7
21	11-7-27	11.66	11.87
22	12-4-6	12.18	12.23
23	15-30-15	14.8	14.9
24	20-20-20	19.8	20.0

ตารางที่ 2 ผลการเปรียบเทียบปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด โดยวิธี steam distillation

เกรดปุ๋ย	ปริมาณร้อยละไนโตรเจนทั้งหมดที่กลั่นโดยใช้ steam distillation ในเวลาต่าง ๆ (นาที)			%N ที่แตกต่างกันโดยใช้เวลากลั่น 5 นาที และ 6 นาที	%N ที่แตกต่างกันโดยใช้เวลากลั่น 4 นาที และ 5 นาที
	4	5	6		
5-10-5	5.65	5.72	5.72	0.0	0.07
8-24-24	7.99	8.05	8.06	0.01	0.06
9-24-24	9.55	9.62	9.63	0.01	0.07
11-8-6	11.54	11.58	11.59	0.01	0.04
12-12-24	12.40	12.50	12.49	0.01	0.10
12-24-12	12.30	12.31	12.30	0.01	0.01
12-52-0	11.36	11.40	11.40	0.00	0.04
12-60-0	12.14	12.19	12.19	0.00	0.05
13-13-21	13.57	13.60	13.60	0.00	0.03
15-7-18	15.11	15.23	15.22	0.01	0.12
15-15-15	15.15	15.16	15.15	0.01	0.01
15-15-15	15.50	15.53	15.53	0.00	0.03
15-15-15	15.41	15.47	15.47	0.00	0.06
16-20-0	16.40	16.41	16.41	0.00	0.01
16-20-0	16.28	16.33	16.33	0.00	0.05
18-4-5	18.60	18.71	18.70	0.01	0.11
46-0-0	45.7	46.20	46.22	0.02	0.50

ตารางที่ 3 การเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์โดยใช้ HgO (AOAC) กับการใช้ selenium reagent mixture ปรับปรุงประสิทธิภาพการวิเคราะห์

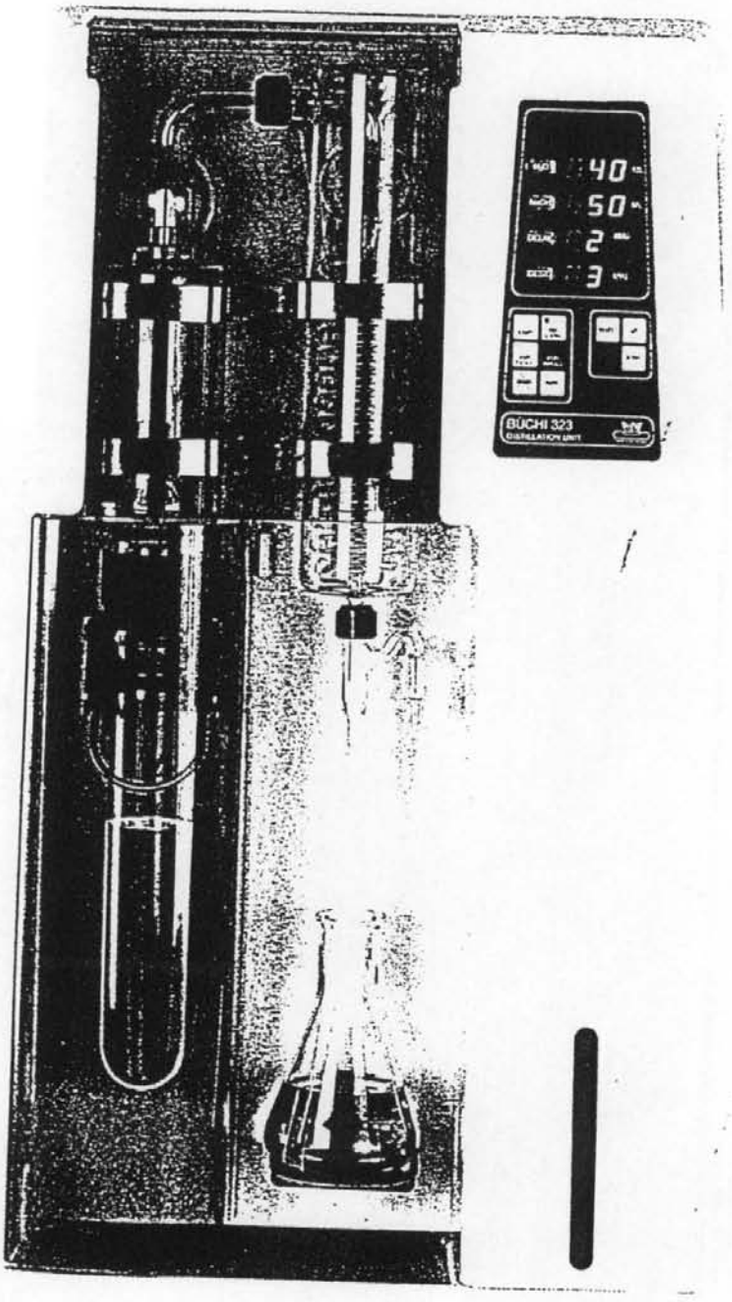
ขั้นตอน	วิธี AOAC		ปรับปรุงประสิทธิภาพการวิเคราะห์	
การวิเคราะห์	สารเคมีที่ใช้	เวลาที่ใช้	สารเคมีที่ใช้	เวลาที่ใช้
1. ย่อยสลาย (Digestion)	Conc H_2SO_4 ปริมาตร 25 ml. HgO 0.7 g. Na_2SO_4 15 g. ทิ้งให้เย็นลงประมาณ 120 นาที	ประมาณ 120 นาที	Conc H_2SO_4 ปริมาตร 15 ml. Selenium reagent mixture 5-7 g. ทิ้งให้เย็นลงประมาณ 10 นาที	20 นาที
2. กลั่น (Distillation)	45% NaOH ปริมาตร 130 ml. 8% $Na_2S_2O_3$ ปริมาตร 25 ml. H_2SO_4 ปริมาตร 25 ml. รองรับ Distillate	ประมาณ 120 นาที	30% NaOH ปริมาตร 90 ml. 2% H_3BO_3 ปริมาตร 100 ml. รองรับ Distillate	5 นาที
3. ไตเตรต (Titration)	NNaOH Methyl Red Indicator		$\frac{N}{2}$ H_2SO_4 Mixing Indicator	



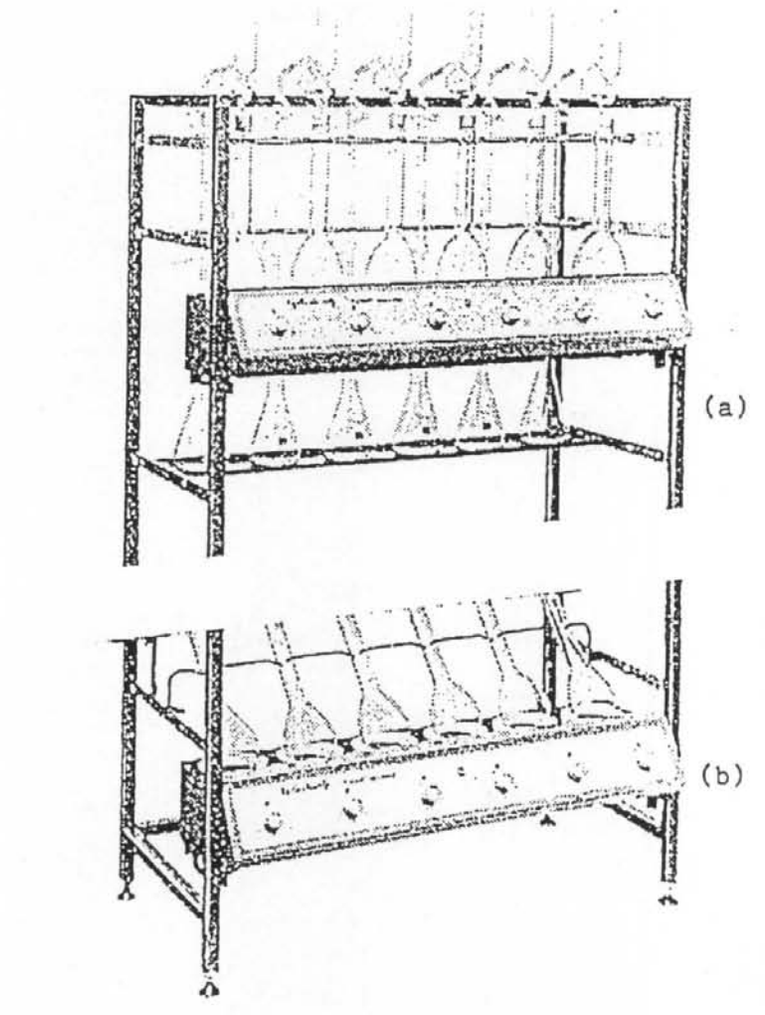
รูปที่ 1 ชุดเครื่องย่อยสลายแบบลดความดัน

(a) – เครื่องย่อยสลายแบบบดลวดให้ความร้อน

(b) – เครื่องดูดไอกรดและลดความดัน



รูปที่ 2 เครื่องกลั่นแบบใช้ไอน้ำเดือดเป็นตัวให้ความร้อน



รูปที่ 3 เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนแบบขดลวดไฟฟ้า

(a) - ชุดกลั่น

(b) - ชุดย่อยสลาย