

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

อุปกรณ์

- (1) บล๊อคย่อย ยี่ห้อ VELP Scientifica โมเดล DK 42/26 ใช้กับหลอดย่อย 100 มล. เส้นผ่านศูนย์กลาง 26 มม.
- (2) เครื่องกลั่นไอน้ำ ยี่ห้อ Buchi โมเดล Buchi 315 ที่ดัดแปลงให้ใช้ได้กับหลอดย่อย 100 มล. เส้นผ่านศูนย์กลาง 26 มม.

วิธีการวิเคราะห์แบบโมดิฟายด์คอมพรีเซนซีฟโดยใช้บล๊อคย่อยและเครื่องกลั่นไอน้ำ

การวิเคราะห์ด้วยวิธีโมดิฟายด์คอมพรีเซนซีฟตามวิธีการของ Kane and Fitzpatrick (1990) โดยมีการเปลี่ยนแปลงบางขั้นตอน และดำเนินการ ดังนี้

- (1) การเตรียมตัวอย่างก่อนการย่อย (pretreatment) ซึ่ง $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ หรือตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม โดยใช้เครื่องซึ่งที่มีทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ลงไปในหลอดย่อย (digestion tube) เติม Cr 0.24 กรัม น้ำกลั่น 7 มล. ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที ใส่ HCl 1.4 มล. ตั้งทิ้งไว้ อย่างน้อย 30 วินาที แต่ไม่เกิน 10 นาที นำไปอุ่น ในบล๊อคย่อยที่ 200°C 3 นาที แล้วทิ้งไว้ให้เย็น

- (2) การย่อย (digestion) เติม K_2SO_4 3 กรัม $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.12 กรัม H_2SO_4 4 มล. ใส่คอนเดนเซอร์ที่ปลายหลอดย่อย นำขึ้นไปย่อยบนบล๊อคย่อยที่อุณหภูมิบล๊อคย่อยสุดท้ายเป็นระยะเวลา 75 นาที โดยมีการเพิ่มขั้นตอนการปรับอุณหภูมิของบล๊อคย่อยจากเริ่มต้นให้สูงขึ้นจนถึงอุณหภูมิบล๊อคย่อยสุดท้ายที่ต้องการดังตาราง 14 และภาพ 5 เพื่อป้องกันการประทุ (bumping) ของสารละลายในหลอดขณะย่อย

(3) การกลั่น (distillation) นำตัวอย่างที่ย่อยตั้งทิ้งไว้ให้เย็น ต่อเข้ากับเครื่องกลั่นไอน้ำ (steam distillation) เติม NaOH 40 เปอร์เซ็นต์ จำนวน 20 มล. กลั่น 15 นาที และเก็บ NH_3 จากการกลั่นไว้ใน H_3BO_3 2 เปอร์เซ็นต์ จำนวน 20 มล.

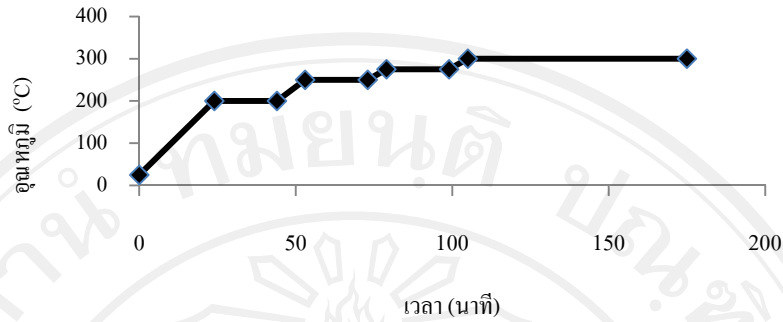
(4) การไตเตรท (titration) ไตเตรทสารละลาย H_3BO_3 ที่เก็บ NH_3 กับสารละลายกรดมาตรฐาน HCl 0.05 M โดยใช้อินดิเคเตอร์ผสมของ bromocresol green และ methyl red เป็นตัวบ่งชี้จุดยุติ

ตาราง 14 การปรับอุณหภูมิบดก่อนที่จะถึงอุณหภูมิที่ต้องการ

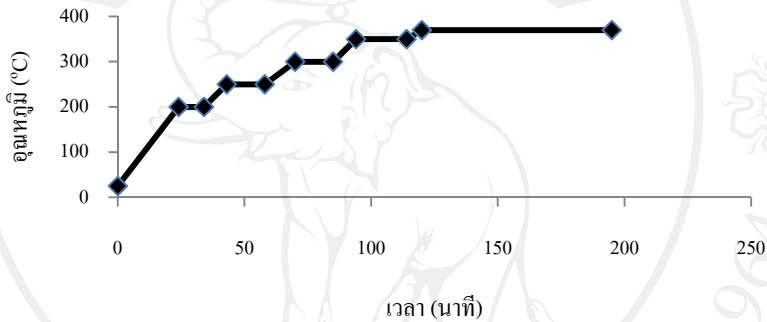
อุณหภูมิบดที่ต้องการ					
300 °C		370 °C		400 °C	
อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)
200	20	200	10	200	10
250	20	250	15	250	10
275	20	300	15	300	20
300	75*	350	20	350	20
		370	75*	400	75*

* เวลาที่ใช้ที่อุณหภูมิลดน้อยที่สุดทำจะผันแปรมากขึ้นตามการทดลอง

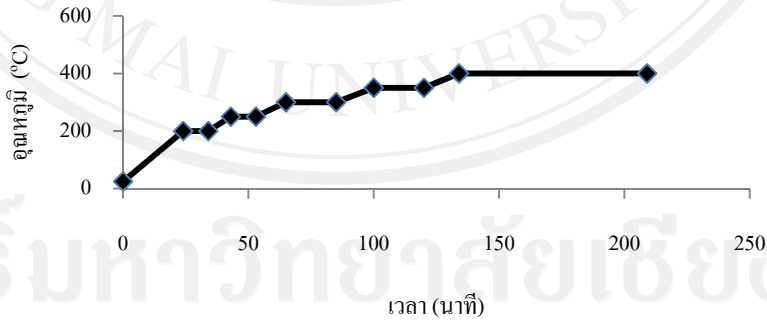
อุณหภูมิบดล้อย่อยที่ต้องการ 300 °C



อุณหภูมิบดล้อย่อยที่ต้องการ 370 °C



อุณหภูมิบดล้อย่อยที่ต้องการ 400 °C



ภาพ 5 เวลาที่ใช้ในการปรับอุณหภูมิของบดล้อย่อยจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการด้วยบดล้อย่อยสี่ล้อ

การหาสภาวะที่เหมาะสมในการย่อยด้วยบดกย่อยและการกลั่นด้วยเครื่องกลั่นไอน้ำ

ในการทดลองทุกการทดลองในหัวข้อนี้ จะใช้ $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ เกรดสารเคมีเป็นตัวอย่างในการศึกษา ค่าควบคุม (control) ที่ใช้ในการเปรียบเทียบเพื่อจะตัดสินว่าสถานะการทดลองใดในการทดลองต่อไปสามารถนำไปใช้ในการกำหนดวิธีการปรับปรุงได้ก็คือ ค่าไนโตรเจนใน $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ที่วิเคราะห์ตามวิธีโมดิฟายด์คอมพริเฮนซีฟแต่ตัดขั้นตอนที่ (1) การเตรียมตัวอย่างก่อนการย่อยซึ่งเป็นการรีดิวส์ NO_3^- ให้เป็น NH_4^+ ออก การตัดขั้นตอนนี้ไม่มีผลกระทบต่อ $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ แต่จะเป็นการตัดปัญหาของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-NH_4^+ ที่จะทำให้ได้ในไนโตรเจนต่ำกว่าที่มีออกไป

การทดลองทุกการทดลองมีการวางแผนแบบสุ่มสมบูรณ์ จำนวน 4 ซ้ำ และวิเคราะห์สถิติโดยใช้ Analysis of variance (ANOVA)

1. ผลของอัตราส่วนของเกลือต่อกรด ที่อุณหภูมิของบดกย่อยต่างๆ

การทดลองดำเนินการตามวิธีการวิเคราะห์ด้านบน แต่ในขั้นตอนที่ (2) การย่อย ใช้ อัตราส่วนของเกลือต่อกรดตามตาราง 15 และใช้อุณหภูมิของบดกย่อยสุดท้ายที่ 300, 370 และ 400 °C

ตาราง 15 อัตราส่วนของเกลือต่อกรดที่ใช้ในการทดลอง

K_2SO_4 (กรัม)	H_2SO_4 (มล.)	$\text{K}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4$ (กรัม/มล.)
2	4	0.5:1
3	4	0.75:1
4	4	1:1
5	4	1.25:1
6	4	1.5:1

2. ผลของระยะเวลาในการย่อย

การทดลองนี้ในขั้นตอนที่ (2) การย่อย จะผันแปรระยะเวลาการย่อยที่อุณหภูมิบล็อกย่อยสุดท้าย ดังนี้ 10, 25, 45, 75, และ 120 นาที โดยดำเนินการกับสถานะการย่อย 2 แบบ แบบแรกใช้อัตราส่วนของเกล็ดต่อกรด 1.5:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C และแบบที่สองใช้อัตราส่วนของเกล็ดต่อกรด 1:1 อุณหภูมิบล็อกการย่อยที่ 400 °C

3. ผลของระยะเวลาในการกลั่นไอน้ำ

การทดลองนี้ในขั้นตอนที่ (3) การกลั่น จะกลั่นไอน้ำในระยะเวลาต่าง ๆ ดังนี้ 5, 10, 15, และ 20 นาที โดยดำเนินการกับตัวอย่างที่มีสถานะการย่อย 2 แบบ แบบแรกใช้อัตราส่วนของเกล็ดต่อกรด 1.5:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C เป็นเวลา 45 นาที แบบที่สองใช้อัตราส่วนของเกล็ดต่อกรด 1:1 อุณหภูมิบล็อกย่อยที่ 400 °C เป็นเวลา 75 นาที

อุณหภูมิของสารละลายตัวอย่างที่ถูกย่อยในสถานะต่าง ๆ

กุญแจสำคัญในการไขปัญหาการปรับเปลี่ยนวิธีโมดิฟายด์คอมพรีเฮนซีฟไปใช้บล็อกย่อยและเครื่องกลั่นไอน้ำ ก็คือ อุณหภูมิของสารละลายที่ถูกย่อย ซึ่งจะเป็นตัวบ่งชี้ว่าสารเชิงซ้อน Cr-NH_4^+ จะละลายตัวได้มากน้อย การวัดอุณหภูมิของสารละลายตัวอย่างที่เป็นกรดเข้มข้น ร้อน และมีไอกรด ต้องใช้สาย thermocouple type K ใสในหลอดแก้วปลายปิด แล้วจุ่มหลอดแก้วนั้นลงไป สารละลายตัวอย่างที่กำลังย่อยอยู่ในบล็อกย่อยในสถานะต่าง ๆ แล้วอ่านค่าของอุณหภูมิจากมิเตอร์ อุณหภูมิของสารละลายตัวอย่างที่มีอัตราส่วนของเกล็ดต่อกรด 0.5:1, 0.75:1, 1:1, 1.25:1 และ 1.5:1 ที่ย่อยที่อุณหภูมิของบล็อกย่อย 300, 375 และ 400 °C จะถูกวัดหลังจากอุณหภูมิบล็อกย่อยสุดท้ายที่ 10, 25, 45, 75 และ 120 นาที

การวิเคราะห์ไนโตรเจนในปุ๋ย และสารมาตรฐานโดยวิธีโมดิฟายด์คอมพรีเฮนซีฟที่ปรับเปลี่ยน

1. การวิเคราะห์ปุ๋ย

1.1 ใช้สถานะการย่อยที่เหมาะสมสองแบบ ได้แก่ แบบแรกอัตราส่วนเกล็ดต่อกรด

1.5:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C เวลา 45 นาที แบบที่สองอัตราส่วนเกล็ดต่อกรด 1:1

อุณหภูมิบดตัวอย่าง 400 °C เวลา 75 นาที และทั้งสองแบบใช้เวลาคลื่นเท่ากัน คือ 10 นาที
วิเคราะห์ค่าไนโตรเจนในปุ๋ย

1.2 วิเคราะห์แอมโมเนียมและไนเตรทไนโตรเจน ($\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^-$)-N โดยชั่งปุ๋ย 0.1 กรัม ในหลอดย่อยและใส่ Devarda's alloy 0.2 กรัม น้ำกลั่น 7 มล. แล้วนำไปกลั่นไอน้ำกับ NaOH 1 มล.เป็นเวลา 10 นาที และเก็บไนโตรเจนที่ได้ใน H_3BO_3 20 มล.แล้วไตเตรท

1.3 วิเคราะห์ไนโตรเจนด้วยวิธี 1.1 และ 1.2 ในปุ๋ย 5 ชนิด ดังนี้

1. ปุ๋ยเกรด 8-24-24 ($\text{NH}_4^+ \text{-N} = 7.40\%$)
2. ปุ๋ยเกรด 15-15-15 ($\text{NH}_4^+ \text{-N} = 8.26\%$, $\text{NO}_3^- \text{-N} = 6.19\%$)
3. ปุ๋ยเกรด 25-7-7 ($\text{NH}_4^+ \text{-N} = 11.80\%$, $\text{NO}_3^- \text{-N} = 11.05\%$)
4. ปุ๋ยเกรด 14-14-21 ($\text{NH}_4^+ \text{-N} = 7.90\%$, $\text{NO}_3^- \text{-N} = 5.70\%$)
5. แอมโมเนียมไนเตรท (NH_4NO_3) เกรดสารเคมี
($\text{NH}_4^+ \text{-N} = 17.30\%$, $\text{NO}_3^- \text{-N} = 17.20\%$)

1.4 วิเคราะห์สถิติโดยการทดสอบแบบจับคู่ (Pair t-test) ของวิธีการโมดิฟายด์คอมพรีเฮนซีฟที่ปรับเปลี่ยนกับค่า ($\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^-$)-N

2. การวิเคราะห์สารมาตรฐาน

โดยใช้วิธีในข้อ 1.1 แล้ววิเคราะห์สถิติโดยการทดสอบแบบจับคู่ของวิธีการโมดิฟายด์คอมพรีเฮนซีฟที่ปรับเปลี่ยนกับค่าไนโตรเจนทางทฤษฎีที่มีอยู่ในสารมาตรฐาน 3 ชนิด ได้แก่

1. Nicotinic acid
2. L- Tryptophan
3. L-lysine hydrochloride