บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์

โดยทั่วไป สาเหตุที่ทำให้การวิเคราะห์ไนโตรเจนโดยวิธีเคลดาห์ลปกติมีค่าไนโตรเจนต่ำกว่าที่ควรจะเป็นก็คือ การย่อยไม่สมบูรณ์ หรือการสลายตัวของ NH_4^+ เนื่องจากอุณหภูมิของสารละลายที่ย่อยสูงเกินกว่า 400 °C (McKenezie and Wallace, 1954; Lake *et al.*, 1951) และการสูญเสียไนโตรเจนในรูปของ NO_3^- เนื่องจากไม่มีการเปลี่ยน NO_3^- ให้เป็น NH_4^+ (Bremner, 1996) สาเหตุเหล่านี้จะไม่เกิดขึ้นในการทดลองนี้ เนื่องจากการใช้ $(NH_4)_2SO_4$ เป็นตัวอย่างมี NH_4^+ ที่เป็นผลลัพธ์ของการย่อยอยู่แล้วและไม่มีไนโตรเจนในรูปของ NO_3^- นอกจากนั้นอุณหภูมิของสารละลายที่ย่อยก็ต่ำกว่า 400 °C ทั้งหมด (ตาราง 20, 21 และ22) ดังนั้น การได้ค่าไนโตรเจนออกมาต่ำกว่า หรือเท่ากับค่าควบคุมของการวิเคราะห์โดยวิธีโมดิฟายด์คอมพรีเฮนซีฟในการทดลองนี้ จึงมีสาเหตุมาจากการเกิดและคลายตัวสารเชิงซ้อน สอดคล้องกับที่ Kane and Fitzpatrick (1990) ระบุไว้

การหาสภาวะที่เหมาะสมในการย่อยด้วยบล็อกย่อยและการกลั่นด้วยเครื่องกลั่นไอน้ำ

1. ผลของอัตราส่วนของเกลือต่อกรด ที่อุณหภูมิของบล็อกย่อยต่างๆ

การเพิ่มอัตราส่วนของเกลือต่อกรดทำให้ได้ค่าไนโตรเจนเพิ่มขึ้นในทุกอุณหภูมิของบล็อกย่อยที่ใช้ (ตาราง 16) แต่ถ้าอุณหภูมิของบล็อกย่อยต่ำแค่ 300 °C การเพิ่มอัตราส่วนของเกลือต่อกรดไปจนถึง 1.5:1 ทำให้ได้ค่าไนโตรเจนออกมา 20.06 เปอร์เซ็นต์ น้อยกว่าค่าควบคุม 21.10 เปอร์เซ็นต์ อย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ถ้าคิดเป็นเปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน (% recovery) โดยนำค่าที่วิเคราะห์ได้ (20.06) คูณหนึ่งร้อยหารด้วยค่าควบคุม (21.10) จะได้ 95.1 เปอร์เซ็นต์เท่านั้น การเพิ่มอุณหภูมิของบล็อกย่อยเป็น 370 °C ใช้อัตราส่วนเกลือต่อกรด 1.5:1 ทำให้ได้ค่าไนโตรเจน 21.02 เปอร์เซ็นต์ และถ้าเพิ่มเป็น 400 °C ใช้อัตราส่วนของเกลือต่อกรด 1:1 หรือมากกว่า จะได้ค่าไนโตรเจน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

21.09 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งไม่ต่างจากค่าควบคุมอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ สภาวะทั้ง 2 แบบที่ไม่แตกต่างจากค่าควบคุมนี้เป็นสภาวะที่เหมาะสม จะถูกเลือกนำไปใช้ในการกำหนดวิธีการปรับเปลี่ยนต่อไป

ตาราง 16 ผลของอัตราส่วนของเกลือต่อกรด และอุณหภูมิของบล็อกย่อยต่างๆ ต่อค่าไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$ ย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกสุดท้าย นาน 75 นาที

K_2SO_4/ H_2SO_4 (กรัม/มล.)	ค่าไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$ [1/] (เปอร์เซ็นต์)		
	300 °C	370 °C	400 °C
Control [2/]	21.10[a]	21.10[a]	21.11[a]
0.5:1	19.30[d] (91.5%)[3/]	19.58[e] (92.8%)	19.91[c] (94.3%)
0.75:1	19.88[c] (94.2%)	20.37[d] (96.5%)	20.94[b] (99.2%)
1:1	19.86[c] (94.1%)	20.83[c] (98.7%)	21.09[a] (99.9%)
1.25:1	20.10[b] (95.3%)	21.00[b] (99.5%)	21.10[a] (100.0%)
1.5:1	20.06[b] (95.1%)	21.02[ab] (99.6%)	21.11[a] (100.0%)
CV (%)	0.24	0.27	0.10

[1/] ค่าเฉลี่ย 4 ซ้ำ [2/] $(NH_4)_2SO_4$ ที่ย่อยโดยไม่ใส่ Cr

[3/] เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน = ค่าที่วิเคราะห์ได้ × 100/ค่าควบคุม

2. ผลของระยะเวลาในการย่อย

ในสถานะการย่อยทั้ง 2 แบบ แบบที่ 1 อัตราส่วนของเกลือต่อกรด 1.5:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C และแบบที่ 2 อัตราส่วนของเกลือต่อกรด 1:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 400 °C (ตาราง 17) พบว่า หลังจากย่อยจนถึงอุณหภูมิบล็อกย่อยสุดท้ายที่ต้องการ ถ้าย่อยต่อไป 10 หรือ 25 นาที ค่าไนโตรเจนที่ได้จะน้อยกว่าค่าควบคุมอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ แต่ถ้าย่อยต่อไปอีก 45 นาที หรือนานกว่า ค่าไนโตรเจนจะไม่แตกต่างจากค่าควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ทางสถิติ ดังนั้น เวลาการย่อยที่เหมาะสม จึงต้องย่อยต่อไปอีกหลังจากอุณหภูมิบล็อกย่อยสุดท้าย 45 นาที หรือนานกว่า

ตาราง 17 ผลของระยะเวลาในการย่อยที่อุณหภูมิบล็อกย่อยสุดท้ายในสถานะทั้ง 2 แบบ ต่อค่าไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$

เวลาย่อยหลังจากอุณหภูมิสุดท้าย (นาที)	ค่าไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$ [1/] (เปอร์เซ็นต์)	
	370 °C, K_2SO_4/H_2SO_4 1.5:1	400 °C, K_2SO_4/H_2SO_4 1:1
Control [2/]	21.10[a]	21.11[a]
10	19.17[c] (90.8%)[3/]	20.48[c] (97.0%)
25	20.93[b] (99.2%)	20.77[b] (98.4%)
45	21.10[a] (100.0%)	21.11[a] (100.0%)
75	21.08[a] (99.9%)	21.07[a] (99.8%)
120	21.07[a] (99.9%)	21.05[a] (99.7%)
CV (%)	0.07	0.13

[1/] ค่าเฉลี่ย 4 ซ้ำ [2/] $(NH_4)_2SO_4$ ที่ย่อยโดยไม่ใส่ Cr, เวลาย่อย 75 นาที หลังจากอุณหภูมิสุดท้าย

[3/] เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน = ค่าที่วิเคราะห์ได้ × 100/ค่าควบคุม

3. ผลของระยะเวลาในการกลั่นไอน้ำ

ไม่ว่าตัวอย่างจะถูกย่อยแบบที่ 1 อัตราส่วนของเกลือต่อกรด 1.5:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C ย่อยนาน 45 นาที และแบบที่ 2 อัตราส่วนของเกลือต่อกรด 1:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 400 °C ย่อยนาน 75 นาที พบว่า การนำไปกลั่นไอน้ำ 5 นาที จะได้ค่าไนโตรเจนออกมาน้อยกว่าค่าควบคุมอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ การกลั่นไอน้ำ 10 นาที หรือนานกว่าทำให้ได้ค่าไนโตรเจนออกมาไม่แตกต่าง หรือมากกว่าค่าควบคุมอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ (ตาราง 18) จึงสรุปได้ว่าสภาวะที่เหมาะสมในการกลั่นไอน้ำ คือ ต้องกลั่นเป็นระยะเวลาไม่ต่ำกว่า 10 นาที

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

Bremner (1960) ได้ชี้ให้เห็นว่า การระบุแค่ระยะเวลาในการกลั่นจะไร้ความหมาย ถ้าไม่ระบุอัตราเร็วในการกลั่นด้วย เนื่องจากการกลั่นที่จะทำให้ได้ไนโตรเจนออกมาทั้งหมดขึ้นอยู่กับผลคูณของระยะเวลา และอัตราเร็วในการกลั่น ถ้าอัตราเร็วในการกลั่นน้อย ระยะเวลาในการกลั่นก็จะต้องนาน แต่ในทางกลับกัน ถ้าอัตราเร็วในการกลั่นมาก ระยะเวลาในการกลั่นก็จะต้องน้อยลง ดั้งนั้น Bremner (1960) จึงเสนอให้ใช้ปริมาณของสารละลายที่กลั่นได้แทนระยะเวลาและอัตราเร็วในการกลั่น

เครื่องกลั่นที่ผู้ทดลองใช้ในการทดลองนี้ มีความสามารถในการกลั่นได้สารละลายออกมาดังตาราง 19 ความเร็วในการกลั่นจะอยู่ประมาณ 15 มล.ต่อนาที และเมื่อนำผลการทดลองใน ตาราง 18 มาใส่ใน ตาราง 19 ด้วย ก็จะสรุปได้ว่าควรจะกลั่นตัวอย่างให้มีปริมาณสารละลายที่กลั่นได้อย่างน้อย 160 มล. จึงจะทำให้ได้ไนโตรเจนออกมาหมด

ตาราง 18 ผลของระยะเวลาในการกลั่นด้วยไอน้ำ ต่อค่าไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$

ระยะเวลาในการกลั่น (นาที)	ค่าไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$ [1/] (เปอร์เซ็นต์)	
	370 °C, K_2SO_4/H_2SO_4 1.5:1 [/2]	400 °C, K_2SO_4/H_2SO_4 1:1 [/3]
Control [4/]	21.17[a]	21.10[a]
5	20.58[b] (97.2%) [/5]	20.12[b] (95.3%)
10	21.14[a] (99.9%)	21.19[a] (100.4%)
15	21.15[a] (99.9%)	21.10[a] (100.0%)
20	21.15[a] (99.9%)	21.12[a] (100.1%)
CV (%)	0.18	0.13

[1/] ค่าเฉลี่ย 4 ซ้ำ [2/] ย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกถึง 370 °C นาน 45 นาที

[3/] ย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกถึง 400 °C นาน 75 นาที [/4] $(NH_4)_2SO_4$ ที่ย่อยโดยไม่ใส่ Cr นาน 75 นาที

[/5] เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน = ค่าที่วิเคราะห์ได้ × 100/ค่าควบคุม

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 19 ปริมาณของสารละลายที่กลั่นได้ด้วยเครื่องกลั่นไอน้ำที่ใช้

เวลาในการกลั่น (นาที)	ปริมาณของสารละลายที่กลั่นได้ (มล.)	อัตราเร็วในการกลั่น (มล./นาที)	เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนของไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$ [1/]	
			370 °C, K_2SO_4/H_2SO_4 1.5:1 [2/]	400 °C, K_2SO_4/H_2SO_4 1:1 [3/]
			เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน	เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน
5	76	15.2	97.2	95.3
10	156	15.6	99.9	100.4
15	234	15.6	99.9	100.0
20	316	15.8	99.9	100.1

[1/] ค่าเฉลี่ย 4ซ้ำ

[2/] ย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกถึง 370 °C นาน 45 นาที

[3/] ย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกถึง 400 °C นาน 75 นาที

อุณหภูมิของสารละลายตัวอย่างที่ถูกย่อยในสภาวะต่าง ๆ

อุณหภูมิของสารละลายที่ย่อยจะแตกต่างกันขึ้นกับปัจจัย 3 ปัจจัย คือ ระยะเวลาหลังจากอุณหภูมิบล็อกย่อยสุดท้าย อัตราส่วนของเกลือต่อกรด และอุณหภูมิของบล็อกย่อยที่ใช้ (ตาราง 20, 21 และ 22) เวลาที่เพิ่มขึ้นหลังจากอุณหภูมิบล็อกย่อยสุดท้ายตั้งแต่ 10 นาที ไปจนถึง 120 นาที จะทำให้อุณหภูมิของสารละลายเพิ่มขึ้น 2 ถึง 5 °C ในขณะที่อัตราส่วนของเกลือต่อกรดที่เพิ่มขึ้นจาก 0.5:1 ไปถึง 1.5:1 ก็จะทำให้อุณหภูมิของสารละลายเพิ่มขึ้น จากค่าเฉลี่ย 271 ไปเป็น 289 °C ถ้าใช้อุณหภูมิของบล็อกย่อย 300 °C (ตาราง 20) จากค่าเฉลี่ย 336 ไปเป็น 359 °C ถ้าใช้อุณหภูมิของบล็อกย่อย 370 °C (ตาราง 21) และจากค่าเฉลี่ย 338 ไปเป็น 382 °C ถ้าใช้อุณหภูมิของบล็อกย่อย 400 °C (ตาราง 22)

McKenzie and Wallace (1954) ทดลองให้เห็นว่าพื้นฐานที่สำคัญในการย่อยโดยวิธีเคลดาห์ลให้สมบูรณ์และเร็ว คือ ความสัมพันธ์ของอุณหภูมิสารละลาย และเวลาในการย่อย การทดลองนี้ก็เช่นกัน เมื่อนำผลการทดลองใน ตาราง 16 และ17 มารวมกับผลการวัดอุณหภูมิของ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

สารละลาย (ตาราง 20, 21 และ22) เป็นตาราง 23 พบว่า ถ้าใช้อัตราส่วนของเกลือต่อกรด1.5:1 อุณหภูมิของบล็อกย่อย 370 °C อุณหภูมิของสารละลายจะเป็น 359 °C ทำให้สารเชิงซ้อน $Cr\text{-}NH_4^+$ จะคลายตัวได้เกือบหมด ได้ไนโตรเจนกลับคืนมากกว่า 99 เปอร์เซ็นต์ แต่ถ้าใช้อัตราส่วนของเกลือต่อกรด 1:1 อุณหภูมิของบล็อกย่อย 400 °C อุณหภูมิของสารละลายจะเป็น 376 °C ทำให้สารเชิงซ้อน $Cr\text{-}NH_4^+$ คลายตัวได้หมด ได้ไนโตรเจนกลับคืนหมด 100 เปอร์เซ็นต์ ตาราง 24 ชี้ให้เห็นว่า แม้อุณหภูมิของสารละลายจะสูงพอ ก็ต้องใช้เวลาในการย่อยต่อไปหลังจากอุณหภูมิของบล็อกย่อยสุดท้ายแล้วอย่างน้อย 45 นาที สารเชิงซ้อน $Cr\text{-}NH_4^+$ คลายตัวจึงจะสมบูรณ์

ตาราง 20 อุณหภูมิของสารละลายตัวอย่างของอัตราส่วนของเกลือต่อกรดต่างๆ โดยใช้อุณหภูมิบล็อกย่อย 300 °C

เวลาย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อก 300 °C (นาที)	อุณหภูมิของสารละลาย (°C) K_2SO_4/ H_2SO_4 (กรัม/มล.)				
	0.5:1	0.75:1	1:1	1.25:1	1.5:1
10	270	274	282	286	288
25	270	275	283	287	288
45	272	275	285	288	290
75	272	275	285	288	290
120	272	275	285	289	291
Mean	271	275	284	288	289

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 21 อุณหภูมิของสารละลายตัวอย่างของอัตราส่วนของเกลือต่อกรดต่างๆ โดยใช้อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C

เวลาย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อก 370 °C (นาที)	อุณหภูมิของสารละลาย (°C) K_2SO_4/ H_2SO_4 (กรัม/มล.)				
	0.5:1	0.75:1	1:1	1.25:1	1.5:1
10	331	343	348	350	357
25	337	345	349	352	358
45	337	347	350	355	359
75	338	347	350	355	359
120	338	347	351	355	359
Mean	336	346	350	353	359

ตาราง 22 อุณหภูมิของสารละลายตัวอย่างของอัตราส่วนของเกลือต่อกรดต่างๆ โดยใช้อุณหภูมิบล็อกย่อย 400 °C

เวลาย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อก 400 °C (นาที)	อุณหภูมิของสารละลาย (°C) K_2SO_4/ H_2SO_4 (กรัม/มล.)				
	0.5:1	0.75:1	1:1	1.25:1	1.5:1
10	337	360	376	379	380
25	338	361	376	380	382
45	338	361	376	382	383
75	338	363	376	382	383
120	340	363	376	382	383
Mean	338	362	376	381	382

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 23 อุณหภูมิของสารละลายที่อุณหภูมิของบล็อกย่อยต่างๆต่อเปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนของไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$

K_2SO_4/ H_2SO_4 (กรัม/ มล.)	อุณหภูมิบล็อก 300 °C		อุณหภูมิบล็อก 370 °C		อุณหภูมิบล็อก 400 °C	
	อุณหภูมิสารละลาย (°C)	เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน	อุณหภูมิสารละลาย (°C)	เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน	อุณหภูมิสารละลาย (°C)	เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน
0.5:1	272	91.5	338	92.8	338	94.3
0.75:1	275	94.2	347	96.5	363	99.2
1:1	285	94.1	350	98.7	376	99.9
1.25:1	288	95.3	355	99.5	382	100.0
1.5:1	290	95.1	359	99.6	383	100.0

ตาราง 24 ผลของระยะเวลาในการย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกย่อยสุดท้าย และอุณหภูมิของสารละลายตัวอย่าง ต่อเปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนของไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$

เวลาย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกสุดท้าย (นาที)	อุณหภูมิบล็อก 370 °C, K_2SO_4/ H_2SO_4 1.5:1		อุณหภูมิบล็อก 400 °C, K_2SO_4/ H_2SO_4 1:1	
	อุณหภูมิสารละลาย (°C)	เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน	อุณหภูมิสารละลาย (°C)	เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืน
10	357	90.8	376	97.0
25	358	99.2	376	98.4
45	359	100.0	376	100.0
75	359	99.9	376	99.8
120	359	99.9	376	99.7

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การวิเคราะห์ไนโตรเจนในปุ๋ย และสารมาตรฐานโดยวิธีโมดิฟายด์คอมพรีเฮนซีฟที่ปรับเปลี่ยน

1. การวิเคราะห์ปุ๋ย

ตัวอย่างปุ๋ย 5 ชนิด จะถูกนำไปย่อยด้วยบล็อกในสภาวะการย่อย 2 แบบ ได้แก่ 1. การใช้อัตราส่วนของเกลือต่อกรด 1.5:1 อุณหภูมิของบล็อกย่อย 370 ^{o}C เวลาย่อย 45 นาที 2. การใช้อัตราส่วนของเกลือต่อกรด 1:1 อุณหภูมิของบล็อกย่อย 400 ^{o}C เวลาย่อย 75 นาที ต่อจากนั้นจึงกลั่นกับด่างด้วยเครื่องกลั่นไอน้ำเป็นเวลา 10 นาที แล้วเปรียบเทียบผลที่วิเคราะห์ได้กับผลรวมของแอมโมเนียมและไนเตรท-ไนโตรเจน [(NH_4^++NO_3^-)-N] ในปุ๋ยเหล่านั้นดัง ตาราง 25 และ 26

ตาราง 25 เป็นการเปรียบเทียบค่า [(NH_4^++NO_3^-)-N] (ใช้ Devarda's alloy และด่างในการกลั่นด้วยไอน้ำ) กับผลวิเคราะห์ของการย่อยโดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อกรด 1.5:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 ^{o}C ย่อยนาน 45 นาที เมื่อทดสอบสถิติโดยการทดสอบแบบจับคู่ (Pair T-test) ที่ degree of freedom (df) เท่ากับ 4 จะได้ค่า t=1.31 ซึ่งน้อยกว่าค่า $t_{(0.05,4)}$ =2.776 แสดงว่า ค่าที่ได้จากวิธีการทั้งสองไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ตาราง 26 เป็นการเปรียบเทียบค่า [(NH_4^++NO_3^-)-N] กับค่าวิเคราะห์ที่ได้จากการย่อยโดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อกรด 1:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 400 ^{o}C และย่อยนาน 75 นาที เมื่อทำการทดสอบแบบจับคู่ที่ df =4 ได้ค่า t =2.26 น้อยกว่าค่า $t_{(0.05,4)}$ =2.776 จึงสรุปได้ว่าการวิเคราะห์แบบโมดิฟายด์คอมพรีเฮนซีฟ ที่ปรับเปลี่ยนไม่ต่างจากการวิเคราะห์ผลรวมของ (NH_4^+ + NO_3^-)-N

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 25 ค่าไนโตรเจนในปุ๋ยที่ย่อยโดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อกรด 1.5:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C และย่อยนาน 45 นาที เปรียบเทียบกับค่า [(NH_4^++NO_3^-)-N]

ชนิดปุ๋ย	ค่าไนโตรเจน[1/] (เปอร์เซ็นต์)	
	(NH_4^++NO_3^-)-N[/2]	370 °C, K_2SO_4/ H_2SO_4 1.5:1[/3]
NH_4NO_3	34.50	34.30
15-15-15 ตราเรือใบ	14.45	14.37
25-7-7 ตราเรือใบ	22.85	22.84
14-14-21 ตราเรือใบ	13.60	13.61
8-24-24 ตรากระต่าย	7.40	7.38

[1/] ค่าเฉลี่ย 4 ซ้ำ

[2/] กลั่นไอน้ำโดยใช้ Devarda's alloy 0.2 กรัม และใช้ NaOH 10 M 1 มล.

[3/] ย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกถึง 370 °C นาน 45 นาที

ตาราง 26 ค่าไนโตรเจนในปุ๋ยที่ย่อยโดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อกรด 1:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 400°C และย่อยนาน 75 นาที เปรียบเทียบกับค่า [(NH_4^++NO_3^-)-N]

ชนิดปุ๋ย	ค่าไนโตรเจน[1/] (เปอร์เซ็นต์)	
	(NH_4^++NO_3^-)-N[/2]	400 °C, K_2SO_4/ H_2SO_4 1.5:1[/3]
NH_4NO_3	34.50	34.50
15-15-15 ตราเรือใบ	14.45	14.38
25-7-7 ตราเรือใบ	22.85	22.83
14-14-21 ตราเรือใบ	13.60	13.55
8-24-24 ตรากระต่าย	7.40	7.34

[1/] ค่าเฉลี่ย 4 ซ้ำ

[2/] กลั่นไอน้ำโดยใช้ Devarda's alloy 0.2 กรัม และใช้ NaOH 10 M 1 มล.

[3/] ย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกถึง 400 °C นาน 75 นาที

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

2. การวิเคราะห์สารมาตรฐานที่ย่อยยาก

ตัวอย่างสารมาตรฐานที่ย่อยยาก 3 ชนิด คือ L-Lysine HCl, L-Tryptophan และ Nicotinic acid จะถูกนำมาวิเคราะห์ไนโตรเจนโดยวิธีโมดิฟายด์คอมพรีเฮนซีฟในสภาวะการย่อย 2 แบบเหมือนกับที่ใช้ในปุ๋ย ผลการวิเคราะห์ไนโตรเจนที่ได้จะนำไปเปรียบเทียบกับค่าไนโตรเจนในสารมาตรฐานเหล่านั้นทางทฤษฎี (theoretical value) โดยใช้การทดสอบแบบจับคู่ที่ df =2 ตาราง 27 เป็นการเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์ไนโตรเจนทางทฤษฎีในสารมาตรฐาน กับผลวิเคราะห์จากการย่อยโดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อกรด 1.5:1อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 ^{o}C ย่อยนาน 45 นาที เมื่อใช้การทดสอบแบบจับคู่ได้ค่า t =8.76 ซึ่งมากกว่าค่า $t_{(0.05,2)}$ =4.303 แสดงว่าการวิเคราะห์ด้วยวิธีดังกล่าวให้ค่าไนโตรเจนแตกต่างกับค่าไนโตรเจนทางทฤษฎีในสารมาตรฐาน เนื่องจากสารมาตรฐานเหล่านี้เป็นสารที่ย่อยยาก ต้องใช้อุณหภูมิของบล็อกย่อยที่สูง และใช้ระยะเวลาในการย่อยให้นานขึ้นจึงทำให้สารดังกล่าวสลายตัวได้ดี (McKenzie and Wallace, 1954; Bremner, 1960; Kane and Fitzpatrick, 1990)

แต่เมื่อใช้อัตราส่วนเกลือต่อกรด 1:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 400 ^{o}C ย่อยนาน 75 นาที เปรียบเทียบกับค่าไนโตรเจนทางทฤษฎีในสารมาตรฐานดังตาราง 28 และวิเคราะห์สถิติได้ค่า t =3.27 ซึ่งน้อยกว่าค่า $t_{(0.05,2)}$ =4.303 แสดงว่าไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ จึงสรุปได้ว่าการย่อยโดยใช้อุณหภูมิสูงขึ้น อัตราส่วนของเกลือต่อกรดมากขึ้น และเวลาย่อยนานขึ้น ทำให้สารที่ย่อยยากสามารถย่อยออกมาได้สมบูรณ์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 27 ค่าไนโตรเจนในสารมาตรฐานที่ย่อยยากจากวิเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อกรด 1.5:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C ย่อยต่อ 45 นาที

สารมาตรฐาน	ค่าไนโตรเจนทางทฤษฎี (เปอร์เซ็นต์)	ค่าไนโตรเจน[1/] (เปอร์เซ็นต์)
		370 °C, K_2SO_4/ H_2SO_4 1.5:1[/2]
L-Lysine HCl	15.35	14.42
L-Tryptophan	13.73	13.10
Nicotinic acid	11.38	10.5

[1/]ค่าเฉลี่ย 4 ซ้ำ [2/] ย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกถึง 370 °C นาน 45 นาที

ตาราง 28 ค่าไนโตรเจนในสารมาตรฐานที่ย่อยยากจากการวิเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนเกลือต่อกรด 1:1 อุณหภูมิบล็อกย่อย400 °C ย่อยนาน 75 นาที

สารมาตรฐาน	ค่าไนโตรเจนทางทฤษฎี (เปอร์เซ็นต์)	ค่าไนโตรเจน[1/]
		400 °C, K_2SO_4/ H_2SO_4 1:1[/2]
L-Lysine HCl	15.35	14.93
L-Tryptophan	13.73	13.37
Nicotinic acid	11.38	11.26

[1/]ค่าเฉลี่ย 4 ซ้ำ [2/] ย่อยหลังจากอุณหภูมิบล็อกถึง 400 °C นาน 75 นาที

ข้อมูลเพิ่มเติม

การเกิดสารเชิงซ้อนของทองแดง (Copper)

ทองแดงที่มีอยู่ใน $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ซึ่งใช้เป็นคะตะลิสต์ในการย่อยสามารถเกิดสารเชิงซ้อนกับ NH_4^+ และมีผลต่อการวิเคราะห์ด้วยวิธีเคลดาห์ลด้วย ดังผลในตาราง 29 การใช้ H_2SO_4 หรือ H_2SO_4 + K_2SO_4 ย่อยตัวอย่าง $(NH_4)_2SO_4$ โดยใช้อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C และย่อยนาน 75 นาที ได้ค่าไนโตรเจนไม่แตกต่างกัน คือ 21.15 เปอร์เซ็นต์ แต่เมื่อมีการเติม $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ลงไปด้วย ค่าไนโตรเจนที่ได้ลดลงต่ำกว่าการไม่ใส่อย่างมีนัยสำคัญ แสดงว่า ทองแดงเกิดสารเชิงซ้อนกับ NH_4^+ และทำให้เกิดปัญหาในการปลดปล่อย NH_4^+ ออกมาในระหว่างการกลั่นด้วยไอน้ำ คล้ายๆกับโครเมียม แต่ผลของสารเชิงซ้อนของ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ทองแดง และ NH_4^+ น้อยกว่ามากจนดูเหมือนไม่มีความสำคัญ ดังจะเห็นได้จากเมื่อใส่ $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ลงไปใน H_2SO_4 ซึ่งมีจุดเดือดหรืออุณหภูมิของสารละลาย 330 °C จะมีผลทำให้ค่าไนโตรเจนลดลงจาก 21.15 เปอร์เซ็นต์ เหลือ 21.08 เปอร์เซ็นต์ แต่เมื่อใส่ K_2SO_4 เพื่อเพิ่มจุดเดือดของสารละลาย ทำให้ได้ค่าไนโตรเจนเพิ่มขึ้นเป็น 21.11 เปอร์เซ็นต์ เกือบใกล้เคียงกับที่ไม่ใส่แล้ว

ตาราง 29 ผลของการเกิดสารเชิงซ้อนของทองแดงต่อเปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนของไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$

ทรีเมนต์	เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนของไนโตรเจนใน $(NH_4)_2SO_4$ [1/]
H_2SO_4 4 ml (control)	21.15[a]
$H_2SO_4 + CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 0.12 g	21.08[b]
$H_2SO_4 + K_2SO_4$ 3 g	21.14[a]
$H_2SO_4 + K_2SO_4 + CuSO_4 \cdot 5H_2O$	21.11[ab]
CV (%)	0.12

[1/] ค่าเฉลี่ย 4 ซ้ำของการย่อยโดยใช้อุณหภูมิบล็อกย่อย 370 °C นาน 75 นาที

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved