รายงานการวิจัย

เรื่อง

การห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียด้วยพอลิเอไมด์โดยปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน

Encapsulation of Urea Fertilizer with Polyamide by Emulsion Polymerization

โดย

ไพโรจน์ กลิ่นพิทักษ์

สามารถ กายทอง

สถ.
เลขหมู่ QD382.E48 W99 ปร๑๓
Bib Key 216916

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

ทุนอุดหนุนจากงบประมาณแผ่นดิน ประจำปี 2543

บทคัดย่อ

การห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียด้วยพอลิเมอร์เป็นวิธีหนึ่งที่มีความสำคัญในการควบคุมการปลดปล่อยของปุ๋ยยูเรีย การวิจัยนี้ได้ศึกษาการห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียด้วยพอลิเอไมด์ (ไนลอน-6,10) พอลิเอไมด์เตรียมได้จาก 1,6-เฮกซะเมทิลีนไดอะมีนและเซบาโคอิลคลอไรด์โดยปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ระหว่างผิวหน้าซึ่งตัวกลางอินทรีย์ประกอบด้วย 10% ของคลอโรฟอร์มในน้ำมันแร่ ศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่าง 1,6-เฮกซะเมทิลีนไดอะมีน เซบาโคอิลคลอไรด์และยูเรียต่อการห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย ปริมาณยูเรียในพอลิเอไมด์ที่ห่อหุ้มยูเรียหาได้จากการรีฟลักซ์ด้วยน้ำกลั่นทำให้เกิดสีด้วย พารา-ไดเมทิลอะมิโนเบนซาลดีไฮด์แล้ววัดความเข้มของสีที่ 440 นาโนเมตร ปริมาณยูเรียสูงสุดในตัวอย่างพบว่าเท่ากับ 33.46% เมื่อใช้อัตราส่วน 1,6-เฮกซะเมทิลีนไดอะมีน : เซบาโคอิลคลอไรด์ : ยูเรีย เท่ากับ 0.015 : 0.015 : 0.015 (โดยโมล) โครงสร้างสัณฐานการห่อหุ้มของปุ๋ยยูเรียพิสูจน์ได้จากการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็คตรอนแบบส่องกราด การปลดปล่อยของยูเรียหาได้จากการแช่สารตัวอย่างในน้ำกลั่นพร้อมกับการกวนอย่างช้า ๆ แล้วดูดสารละลายออกมาเป็นช่วง ๆแล้วหาปริมาณยูเรียดังวิธีข้างต้น ปริมาณการปลดปล่อยของยูเรียร้อยละ 88.94 ที่เวลา 13 ชั่วโมง

Abstract

The encapsulation of urea fertilizer with polymers is an important method for control release. This research is aimed at studying the encapsulation of urea fertilizer with polyamide (nylon-6,10). Polyamide was prepared from 1,6-hexamethylenediamine and sebacoyl chloride by interfacial polymerization using 10% chloroform in mineral oil as an organic phase. The effect of 1,6-hexamethylenediamine, sebacoyl chloride and urea concentrations on urea encapsulation was investigated. Urea content of urea encapsulated with polyamide was determined by refluxing with distilled water, reacting with *p*-dimethylaminobenzaldehyde and measuring the color intensity at 440 nm. The maximum urea content of 33.46% was found when using a 1 : 1 : 1 (by mole) ratio of 1,6-hexamethylene diamine, sebacoyl chloride and urea. The morphology of samples were confirmed by scanning electron microscope. The release of urea was determined by immersing samples in distilled water with slow agitation, and then pipeting out at desired intervals to determine the urea content using the above method. Urea release was 88.94% at 13 hours.

สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายยูเรีย
กับการดูดกลืนแสงที่ 440 นาโนเมตร 13
รูปที่ 4.2 ลักษณะพื้นผิว control 10% chloroform in mineral oil
ภายใต้กล้อง scanning electron microscope (กำลังขยาย 2,000 เท่า) 17
รูปที่ 4.3 ลักษณะพื้นผิว control 10% chloroform in mineral oil
ภายใต้กล้อง scanning electron microscope (กำลังขยาย 1,600 เท่า) 17
รูปที่ 4.4 ลักษณะภาคตัดขวาง 10% chloroform in mineral oil
ภายใต้กล้อง scanning electron microscope (กำลังขยาย 2,000 เท่า) 17
รูปที่ 4.5 ลักษณะภาคตัดขวาง 10% chloroform in mineral oil
ภายใต้กล้อง scanning electron microscope (กำลังขยาย 1,600 เท่า) 17
รูปที่ 4.6 ลักษณะภาคตัดขวาง 10% chloroform in mineral oil
ภายใต้กล้อง scanning electron microscope (กำลังขยาย 2,000 เท่า) 18
รูปที่ 4.7 ลักษณะพื้นผิว 10% chloroform in mineral oil
ภายใต้กล้อง scanning electron microscope (กำลังขยาย 2,000 เท่า) 18
รูปที่ 4.8 ลักษณะพื้นผิว 10% chloroform in mineral oil
ภายใต้กล้อง scanning electron microscope (กำลังขยาย 1,600 เท่า) 18
รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการปลดปล่อยยูเรียกับ
เวลาของสารตัวอย่างพอลิเอไมด์ห่อหุ้มยูเรีย (33.46%) 5 กรัม ในน้ำกลั่น 19

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 4.1 ผลของการการแปรปริมาณ sebacoyl chloride ต่อปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อความเข้มข้นของ 1,6-hexamethylene diamine และ urea คงที่ 14

ตารางที่ 4.2 ผลของการแปรปริมาณ 1,6-hexamethylene diamine ต่อปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อความเข้มข้นของ sebacoyl chloride และ urea คงที่ 14

ตารางที่ 4.3 ผลของการแปรปริมาณยูเรียต่อปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อความเข้มข้นของ sebacoyl chloride และ 1,6-hexamethylene diamine คงที่ 15

ตารางที่ 4.4 ปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อใช้ชั้นอินทรีย์ ชนิดต่าง ๆ 16

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญตาราง	ง
สารบัญรูปภาพ	จ
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
บทที่ 3 สารเคมี อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	9
3.1 สารเคมี	9
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้	9
3.3 วิธีการทดลอง	10
3.3.1 การเตรียม standard curve ของสารละลายยูเรียมาตรฐาน	10
3.3.2 การเตรียมพอลิเอไมด์ห่อหุ้มยูเรีย	10
3.3.3 การหาปริมาณยูเรียด้วยวิธี Colorimetry	11
3.3.4 การศึกษาลักษณะพอลิเมอร์ที่ห่อหุ้มยูเรียด้วย scanning electron microscope	11
3.3.5 การศึกษาการปลดปล่อยยูเรียที่ห่อหุ้มพอลิเอไมด์	11
บทที่ 4 ผลการทดลอง	13
4.1 การเตรียม standard curve ของสารละลายยูเรียมาตรฐาน	13
4.2 การเตรียมพอลิเอไมด์ห่อหุ้มยูเรีย	14
4.3 การศึกษาลักษณะรูปร่างของยูเรียที่ห่อหุ้มพอลิเอไมด์	15
4.4 การศึกษาการปลดปล่อยยูเรียที่ห่อหุ้มพอลิเอไมด์	16
บทที่ 5 สรุป อภิปรายผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	20
เอกสารอ้างอิง	22
ภาคผนวก	24

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของการวิจัย

ดินเมื่อถูกใช้ทำการเพาะปลูกพืชติดต่อกันเป็นเวลานานดินจะมีสภาพเสื่อมโทรมลง ธาตุอาหารหรือปุ๋ยเดิมที่เคยมีอยู่ในดินจะหมดไป อีกทั้งสภาพทางกายภาพของดินที่เคยโปร่งร่วนซุยก็จะกลับแน่นทึบและแข็งไถพรวนยาก จากดินดีกลายเป็นดินเลว ดินในสภาพดังกล่าวถ้าไม่แก้ไข ก็จะไม่สามารถปลูกพืชให้ได้ผลดีอีกต่อไป เพื่อให้สามารถทำการเพาะปลูกพืชในระบบการเกษตรที่ยั่งยืนต่อไปได้จึงจำเป็นต้องมีการใช้ปุ๋ยในการปรับปรุงบำรุงดินเลวให้มีสภาพกลายเป็นดินที่ดีขึ้น ถ้าเป็นดินที่เลวเนื่องจากสาเหตุที่ดินขาดธาตุอาหารพืช การแก้ไขปรับปรุงดินควรใช้ปุ๋ยเคมีเป็นหลัก แต่ถ้าเป็นดินเลวเนื่องจากสาเหตุที่ดินนั้นมีคุณสมบัติทางกายภาพไม่ดีหรือเสื่อมโทรม การแก้ไขใช้ปุ๋ยอินทรีย์เป็นหลัก ปุ๋ยเคมีที่นิยมใช้กันมากอีกชนิดหนึ่งคือปุ๋ยยูเรีย

ในปัจจุบัน เกษตรกรไทยมีการใช้ปุ๋ยยูเรียเพื่อเพิ่มผลผลิตทางการเกษตรในปริมาณที่สูง เฉพาะในเดือนสิงหาคม 2544 ประเทศต้องนำเข้าปุ๋ยจากต่างประเทศ โดยเฉพาะอย่างยิ่งปุ๋ยยูเรียถึง 83,223.76 เมตริกตัน คิดเป็นมูลค่า 20,313.24 ล้านบาท (ข่าวเศรษฐกิจการเกษตร, 2544) ปุ๋ยยูเรียมีสมบัติอย่างหนึ่งคือสามารถละลายได้รวดเร็ว เมื่อได้รับความชื้นหรือน้ำ จะทำให้เกิดการสูญเสียธาตุอาหารไปอย่างรวดเร็วและนอกจากนี้ยังมีสาเหตุมาจากสภาพของดินในแต่ละพื้นที่มีธาตุอาหารที่ไม่เหมาะสมต่อการปลูกพืชหรือสภาพภูมิประเทศที่ไม่เอื้ออำนวยเช่น บริเวณที่เป็นดินทรายจะมีการชะล้างค่อนข้างสูงรวมทั้งระยะเวลาหรือช่วงเวลาที่พืชต้องการธาตุอาหารซึ่งจะมีความแตกต่างกันในพืชแต่ละชนิดเป็นผลทำให้ปุ๋ยยูเรียที่ใส่ลงไปเกิดการสูญเสียธาตุอาหารโดยไร้ประโยชน์แทนที่พืชจะได้รับธาตุอาหารได้อย่างเต็มที่แต่พืชกลับได้รับธาตุอาหารในปริมาณที่น้อยลงจึงทำให้เสียค่าใช้จ่ายในการซื้อปุ๋ยเพิ่มขึ้น แนวทางที่จะลดการสูญเสียธาตุอาหารดังกล่าวคือ การห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียด้วยพอลิเมอร์ซึ่งเป็นวิธีการหนึ่งที่มีการศึกษาเพื่อควบคุมอัตราการปลดปล่อยออกมาทีละน้อย นอกจากจะควบคุมการใช้ปุ๋ยในปริมาณที่เหมาะสมแล้ว ยังเป็นการลดการสูญเสียปุ๋ยด้วย นอกจากนี้ยังเป็นวิธีการเคลือบปุ๋ยในอีกรูปแบบหนึ่งที่สามารถควบคุมปริมาณการปลดปล่อยได้ตามระยะเวลาต่าง ๆ

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาการห่อหุ้มของปุ๋ยยูเรียด้วย Polyamide (Nylon-6,10)

1.2.2 เพื่อศึกษาความเข้มข้นของ 1,6-Hexamethylene diamine และ Sebacoyl chloride

1.2.3 เพื่อศึกษาอัตราการปลดปล่อยของปุ๋ยยูเรียที่ถูกห่อหุ้มด้วย Polyamide

1.2.4 เพื่อศึกษาลักษณะการห่อหุ้มของปุ๋ยยูเรียที่ถูกห่อหุ้มด้วย Polyamide

1.3 ขอบเขตของการทำวิจัย

1.3.1 ใช้ Polyamide (Nylon-6,10) ในการห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย

1.3.2. ศึกษาความเข้มข้นของ 1,6-Hexamethylene diamine และ Sebacoyl chloride

1.3.3. ศึกษาอัตราการปลดปล่อยของปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วย Polyamide (Nylon-6,10)

1.3.4 ศึกษาลักษณะการห่อหุ้มของปุ๋ยยูเรียที่ถูกห่อหุ้มด้วย Polyamide โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้สูตร Polyamide (Nylon-6,10) ที่เหมาะสมในการห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย

1.4.2 ทราบปริมาณของมอนอเมอร์ที่เหมาะสมในการเตรียม Polyamide (Nylon-6,10) เพื่อห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย

1.4.3 ทำให้ทราบอัตราการปลดปล่อยของปุ๋ยยูเรียตามระยะเวลาต่าง ๆได้

1.4.4 เพื่อเป็นแนวทางในการทำผลิตผลิตภัณฑ์ปุ๋ยยูเรียในรูปใหม่

บทที่ 2
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ปุ๋ย (สรสิทธิ์,2535)

ปุ๋ย หมายถึง สารที่เราใส่ลงไปในดิน เพื่อวัตถุประสงค์ให้ปลดปล่อยธาตุอาหารพืช โดยเฉพาะไนโตรเจน ฟอสฟอรัส และ โพแทสเซียม ที่พืชยังขาดอยู่ ให้ได้รับอย่างเพียงพอพืชสามารถเจริญเติบโตและให้ผลผลิตสูงขึ้น

ประเภทของปุ๋ย โดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ

1) ปุ๋ยอินทรีย์ ได้แก่ ปุ๋ยคอก ปุ๋ยหมัก ปุ๋ยสด และวัสดุที่เหลือใช้ใช้จากโรงงานอุตสาหกรรมบางชนิดซึ่งเป็นสารพวกอินทรีย์

2) ปุ๋ยวิทยาศาสตร์หรือปุ๋ยเคมี เป็นปุ๋ยที่ได้จากการผลิต หรือสังเคราะห์ทางอุตสาหกรรมจากแร่ธาตุต่าง ๆ ที่ได้จากธรรมชาติหรือผลพลอยได้ของโรงงานอุตสาหกรรมบางชนิด ปุ๋ยเคมี มีอยู่ 2 ประเภท คือ แม่ปุ๋ยหรือปุ๋ยเดี่ยว ซึ่งมีธาตุอาหารอยู่หนึ่งหรือ สองธาตุและปุ๋ยผสมซึ่งเป็นปุ๋ยที่มีการเอาแม่ปุ๋ย หลาย ๆ ชนิดมาผสมรวมกันเพื่อให้ปุ๋ยมีปริมาณและสัดส่วนทางธาตุอาหาร N,P และ K ตามต้องการ

หลักการใช้ปุ๋ยเคมีให้ได้ผลดีและมีประสิทธิภาพ

1. เกษตรกรจะต้องรู้จักดินและพืชที่ปลูก
2. เกษตรกรจะต้องรู้จักปุ๋ย
3. เกษตรกรจะต้องรู้จักวิธีการใช้ปุ๋ย

ข้อดีของปุ๋ยเคมี

1. มีปริมาณธาตุอาหารต่อหน่วยน้ำหนักของปุ๋ยสูงใช้ปริมาณเพียงเล็กน้อย
2. ราคาถูกเมื่อเป็นราคาต่อหน่วยน้ำหนักของธาตุอาหาร ประกอบการขนส่งและการเก็บรักษา จะมีความสะดวก
3. หาได้ง่ายตามท้องตลาดทั่วไป

ข้อเสียของปุ๋ยเคมี

1. ปุ๋ยเคมีไม่มีคุณสมบัติปรับปรุงคุณสมบัติตามฟิสิกส์ของดิน กล่าวคือไม่ทำให้ดินโปร่งร่วนซุยเหมือนปุ๋ยอินทรีย์

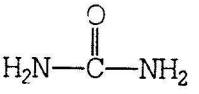
2. ปุ๋ยไนโตรเจนในรูปแอมโมเนีย ถ้าใช้ปริมาณมากและติดต่อกันเป็นเวลานาน จะทำให้ดินเป็นกรดเพิ่มขึ้นจำเป็นต้องใช้ปูนขาวแก้ความเป็นกรดของดิน

3. ปุ๋ยเคมีทุกชนิดมีความเค็ม ถ้าใช้ในอัตราสูงจะทำให้พืชตาย

4. ผู้ที่ใช้จะต้องมีความรู้ความเข้าใจเรื่องปุ๋ยเคมีพอสมควร มิฉะนั้นอาจจะมีผลเสียหายต่อพืชและต่อภาวะทางเศรษฐกิจ

ประวัติปุ๋ยยูเรีย

ยูเรียเป็นสารประกอบอินทรีย์พวกเอไมด์ (Amide) มีสูตรโครงสร้างดังนี้ (ปิยะ, 2538)



นักวิทยาศาสตร์แยกผลึกของยูเรียออกมาศึกษาเป็นครั้งแรกเมื่อ พ.ศ. 2316 ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ชนิดแรกที่มนุษย์สังเคราะห์ขึ้นได้จากสาร Wohler ซึ่งเป็นผู้สังเคราะห์ยูเรียได้เมื่อ พ.ศ. 2371 จากปฏิกิริยาระหว่างแอมโมเนียกับกรด ไซยานูริก (Cyanuric acid) ดังสมการ

ใน พ.ศ. 2411 นักวิทยาศาสตร์สามารถสังเคราะห์ยูเรียจากแอมโมเนียกับคาร์บอนไดอออกไซด์ในห้องปฏิบัติการ แต่การผลิตในเชิงการค้าเริ่มครั้งแรกในประเทศเยอรมันเมื่อปี พ.ศ. 2465 อย่างไรก็ตาม บริษัท Dupont ประเทศแคนาดา สามารถผลิตยูเรียโดยใช้แคลเซียมไซยานาไมด์เป็นวัตถุดิบตั้งแต่ พ.ศ. 2463 ดังสมการ

ยูเรียเป็นปุ๋ยที่ได้รับความนิยมสูงในปัจจุบัน เกษตรกรในเอเชียใช้ยูเรียประมาณร้อยละ 85 ของปุ๋ยไนโตรเจนทั้งหมด ทั้งนี้เนื่องจาก

1. ยูเรียเป็นปุ๋ยข้าวที่ดีตลาดของปุ๋ยในทวีปเอเชียจึงกว้าง
2. สามารถแปรสภาพในดินและเป็นประโยชน์แก่พืชได้เร็วเมื่อใช้ในดินไร่เขตแถบร้อนชื้น กึ่งร้อนและแถบอบอุ่น
3. มีไนโตรเจน 46 % ซึ่งสูงกว่าปุ๋ยอื่น ๆและต้นทุนการผลิตไม่สูงมากนัก

การผลิตปุ๋ยยูเรีย

วัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตปุ๋ยยูเรียคือ แอมโมเนียกับคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งต้องใช้อัตราส่วน 3 : 1 ถึง 4 : 1 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นมี 2 ขั้นตอน คือ ขั้นแรก การเกิดแอมโมเนียคาร์บาเมต ดังสมการ (ยงยุทธ,2528)

$$2NH_3 + CO_2 \longrightarrow NH_2\,CO_2\,NH_4$$

ต่อจากนั้นแอมโมเนียคาร์บาเมตจะสูญเสียน้ำได้ยูเรีย ดังสมการ

$$NH_2\,CO_2\,NH_4 \longrightarrow CO(NH_2)_2 + 3H_2O$$

เมื่อปฏิกิริยาทั้งสองขั้นตอนนี้สำเร็จลงแล้วจะได้สารละลายยูเรีย ซึ่งอาจนำเอาผลิตเป็นปุ๋ยน้ำหรือปุ๋ยแห้ง ในช่วงเวลาที่ระเหยน้ำออกไปและทำให้เป็นปุ๋ยเม็ด ยูเรียบางส่วนอาจรวมตัวกันได้สารใหม่เรียกว่า ไบยูเรต (Biuret) ดังสมการ

$$2CO(NH_2)_2 \longrightarrow NH_2COONH_4 + NH_3$$

ปุ๋ยยูเรียที่มีไบยูเรตมากกว่า 1% อาจเป็นอันตรายต่อพืชบางชนิดได้เมื่อใช้วิธีการฉีดพ่นทางใบ ดังนั้นผู้ผลิตจึงต้องควบคุมสภาพของการผลิตให้เกิดไบยูเรตน้อยที่สุด ปุ๋ยยูเรียที่มีจำหน่ายกันในปัจจุบันมีสารดังกล่าวต่ำกว่า 0.3 % ซึ่งจะปลอดภัยที่จะใช้ฉีดพ่นทางใบหรือใส่ในดิน

ปฏิกิริยาทางเคมีของปุ๋ยยูเรียเมื่อใช้ในดิน เมื่อมีความชื้นอุณหภูมิและการถ่ายเทอากาศที่เหมาะสม ปุ๋ยยูเรียจะเปลี่ยนรูปมาเป็นไนเตรต (NO_3^-) ซึ่งละลายในน้ำ โดยที่ยูเรียจะถูกเร่งด้วยเอนไซม์ยูรีเอส (urease) ซึ่งจะแตกตัวให้แอมโมเนียม (NH_4^+) ออกมา แอมโมเนียจะถูกออกซิไดซ์ด้วยออกซิเจนเป็นไนเตรตและปฏิกิริยา Nitrifying bacteria ดังสมการ

$$CO(NH_2)_2 + H_2O \xrightarrow{\text{Enzyme urease}} H_2NCOONH_4 \longrightarrow 2NH_3 + CO_2$$

ปฏิกิริยาซึ่งให้แอมโมเนียออกมาสามารถเกิดปฏิกิริยาต่อไปได้อีก 2 ปฏิกิริยาคือ

1. ปฏิกิริยา Nitronas ซึ่งแบคทีเรียจะเปลี่ยน แอมโมเนียเป็นไนไตรต์ (NO_2^-)

$$2NH_4^+ + 3O_2 \longrightarrow 2NO_2^- + 4H^+ + H_2O$$

2. ปฏิกิริยา Nitrobacter จะเปลี่ยนไนไตรต์ (NO_2^-) เป็นไนเตรต (NO_3^-)

$$2NO_2^- + O_2 \longrightarrow 2NO_3^-$$

2.2 Polyamide (Nylon-6,10)

พอลิเอไมด์เตรียมจากรีเอเจนต์ที่มีหมู่ฟังก์ชัน 2 หมู่ (difunctional compound) คือ ไดอะมีนและไดแอซิลคลอไรด์ สามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำโดยใช้เทคนิควิธีการเกิดพอเมอร์แบบควบแน่นระหว่างผิวหน้า (Interfacial polycondensation) ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างผิวหน้า (รอยต่อ) ระหว่างตัวทำละลาย 2 ชนิดที่ไม่รวมตัวกัน (Immiscible solvent) สารประกอบไดอะมีนละลายได้ในสารประกอบชั้นน้ำและแอซิดไดคลอไรด์ละลายในชั้นไฮโดรคาร์บอน เราสามารถใช้เทคนิคนี้ในการเตรียมพอลิเอไมด์และพอลิเมอร์ชนิดอื่นได้หลายชนิด อย่างไรก็ตามมีปัจจัยหลายประการที่เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์แบบควบแน่นระหว่างผิวหน้า คือ ตัวทำละลายอินทรีย์ ความเข้มข้นของสารที่ทำปฏิกิริยาและปริมาณดีเทอร์เจนต์ที่ใช้ ข้อดีของกระบวนการในการเตรียมพอลิเมอร์แบบควบแน่นระหว่างผิวหน้าคือ สามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำและใช้เครื่องมือแบบง่าย ๆ

ปฏิกิริยาการเตรียม Polyamide (Nylon- 6,10)

$$H_2N(CH_2)_6NH_2 + ClCO(CH_2)_8COCl \longrightarrow \left[HN(CH_2)_6NHCO(CH_2)_8CO \right]$$

1,6- Hexamethylene diamine Sebacoyl chloride Nylon - 6,10

2.3 การวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Hessbr''gge และ Vaidya (1997) ได้เตรียมพอลิเมอร์ประเภทไนลอน เพื่อใช้ห่อหุ้มของแข็งหรือของเหลว เช่น ห่อหุ้มยา ตัวเร่งทางชีววิทยา การเตรียมใช้วิธี interfacial polycondensation โดยใช้สารตั้งต้น 2 ตัว คือ มอนอเมอร์ และ แอซิดไดคลอไรด์ รวมทั้ง polyfunctional molecule โดยการทำให้เกิดปฏิกิริยาในพื้นที่ผิวระหว่างเฟส 2 เฟส

Abraham และ Pilai (1996) ศึกษาการใช้เทคนิคควบคุมการปลดปล่อยในการเพิ่มประสิทธิภาพของปุ๋ยยูเรีย เพื่อควบคุมการปลดปล่อยอย่างช้า ๆ โดยใช้พอลิเมอร์ชนิดต่าง ๆ มาห่อหุ้มดังนี้

acrylamide, divinylbenzene (DVB), N,N′-methylenebisacryamide (NNMBA), tetraethyleneglycol diacrylate (TTEGDA), pentaerythrytol triacrylate (PETA) การทดลองพบว่าพอลิเมอร์ที่เตรียมจาก acrylamide และ TTEGDA (ซึ่งทำหน้าที่เป็น crosslinking agent ด้วย) สามารถควบคุมการปลดปล่อยได้ดีที่สุด

Ming Sun และ Huang (1995) ศึกษาการใช้ polymethacrylate เช่น 2-hydroxyethyl-methacrylate (2 - HEMA), methylmethacrylate (MMA), ethyl glycol dimethacrylate (EGDMA) ที่มีลักษณะเป็นเม็ดกลมที่มีผิวเป็นรูพรุนนำมาจุ่มในสารละลายแล้วเคลือบด้วย poly (vinyl alcohol) การเตรียมพอลิเมอร์ที่มีลักษณะเม็ดกลมโดยใช้ inverse suspension polymerization จากการศึกษาพบว่าอัตราการปลดปล่อยขึ้นอยู่กับ ขนาดของเม็ด ความหนาของการเคลือบ poly (vinyl alcohol)

Pineros, Ballesteros และ Lastre (1997) ศึกษาการใช้เทคนิค interfacial polycondensation ในการเตรียมไนลอนเป็นเม็ดแคปซูลเล็ก ๆ มีชั้นของ organic phase ใช้ 1,6 - hexamethylene diamine และ sebacoyl chloride ผลที่ได้จากปฏิกิริยาเกิด ฟิล์มพอลิเมอร์ระหว่างพื้นผิว

Raban และ Shaviv (1996) ศึกษาการควบคุมการปลดปล่อยปุ๋ยยูเรียในทางการเกษตรโดยใช้การฉาบของ polymer coat sulfur urea (PSCU), alkyd type resin (ATR) polyurethane-link coating

(PULC), polyolefin (MPO) และกลไกในการปลดปล่อย จากการศึกษาพบว่ามีกลไกในการปลดปล่อย 2 ขั้นตอน คือ น้ำจะซึมผ่านเข้าไปข้างในการเกิดออสโมซิสและอัตราการปลดปล่อยขึ้นอยู่กับขนาดของเม็ดปุ๋ย ความหนาของการฉาบ การซึมผ่านของน้ำพอลิเมอร์ชนิด PSCU มีการปลดปล่อยที่สูงตอนเริ่มต้นและสิ้นสุดที่ 70% ATR และ PULC มีอัตราการปลดปล่อยที่เหมือนกันคือ 50% และ 40%, MPO มีอัตราการปลดปล่อยที่เป็นเส้นตรง

Farrell and Sirkar (1995) ศึกษากลไกการควบคุมของอนุภาคระหว่างสารละลายและ organic phase โดยการเคลือบสารรอบ ๆ เม็ดเล็ก ๆ ใช้สารพวก silicone hydrophobic microporous เคลือบด้วย ขี้ผึ้ง ผลการศึกษาพบว่าสารละลาย/Organic phase ที่เป็น benzoic acid/octanol/H_2O มีอัตราการปลดปล่อย 90 %, Mineral Oil/H_2O มีอัตราการปลดปล่อย 0.5 % caffeine/octanol/H_2O มีอัตราการปลดปล่อย 0.7 %

Helaly and Abo- Elela (1990) ศึกษาเทคนิคควบคุมการปลดปล่อยของปุ๋ย โดยใช้ปุ๋ยกับพอลิเมอร์ชนิดต่าง ๆ เช่น สูตรยางสไตรีนบิวตะไดอีนกับปุ๋ยฟอสเฟต (ในรูป KH_2PO_4) พบว่า การปลดปล่อยฟอสเฟตไอออนของ KH_2PO_4 ขึ้นอยู่กับการออกสูตรยางเป็นสำคัญ กล่าวคือ การปลด

ปล่อยฟอสเฟตระยะแรกขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวของสูตรยางที่ใช้ทดลอง หลังจากนั้นอัตราการปลดปล่อยฟอสเฟตจะเพิ่มขึ้นตามคุณภาพของน้ำและอุณหภูมิ

Tangboriboonrat and Sirichaiwat (1997) ศึกษาการใช้ยางธรรมชาติห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียเพื่อควบคุมอัตราการปลดปล่อย โดยศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการปลดปล่อย เช่น ความเข้มข้นของโซเดียมแอลจีเนต,ความเข้มข้นของปุ๋ยยูเรียที่ใช้และลักษณะพื้นผิวของปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยยางธรรมชาติ พบว่า อัตราการปลดปล่อยของปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยยางธรรมชาติใช้เวลาในการปลดปล่อยประมาณ 50 วัน และลักษณะพื้นผิวของปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยยางธรรมชาติภายใต้กล้อง scanning electron microscope.

บทที่ 3

สารเคมีอุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมี

3.1.1 Urea ชนิดเม็ด ผลิตโดยบริษัท Riedel- deHaen

3.1.2 1,6-Hexamethylene diamine Analytical grade ผลิตโดย บริษัท Fluka chemical Co.,Ltd.

3.1.3 Sebacoyl chloride Analytical grade ผลิตโดยบริษัท Fluka chemical Co.,Ltd

3.1.4 NaOH ผลิตโดยบริษัท B.T. Baker Chemical Co.,Ltd.

3.1.5 กรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น ผลิตโดยบริษัท B. T. Baker Chemical Co.,Ltd.

3.1.6 สารละลาย *p*-Dimethylaminobenzaldehyde (DMAB) Analytical grade ผลิตโดยบริษัท Riedel- deHaen เตรียมโดยใช้ DMAB 1.6 กรัม ละลายใน 95% Ethyl alcohol ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น ปริมาตร 10 มิลลิลิตร

3.1.7 Mineral oil Commercial grade ผลิตโดยบริษัท Ruger Chemical Co.,Ltd

3.1.8 คลอโรฟอร์ม Commercial grade ผลิตโดยบริษัท B. T. Baker Chemical Co.,Ltd.

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องกวน (Magnetic stirrer) Framo Grateechnick M21/1 ปรับความเร็วรอบได้ สูงสุด 1,200 rpm.

3.2.2 ตู้อบ MEMMERT Model 600 ผลิตในประเทศเยอรมันปรับอุณหภูมิสูงสุดได้ 220 องศาเซลเซียล

3.2.3 เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (LKB) Biochrom ULTROSPEC II

3.2.4 เครื่องชั่งละเอียด LIBROR AEG 220 บริษัท SHIMADZU ประเทศญี่ปุ่น อ่านได้สูงสุด 220 กรัมถูกต้อง 0.1 มิลลิกรัม

3.2.5 เครื่องให้ความร้อน (Heating Mantle) บริษัท Whatman Model HMFT ให้ความร้อนสูงสุดได้ 450 องศาเซลเซียส

3.2.6 เครื่อง Scannig microscope Model JSM- 5800LV ผลิตโดยบริษัท JEOL

3.2.7 Beaker (Pyrex)

3.2.8 Cylinder

3.2.9 Funnel

3.2.10 Watch glass

3.2.11 Erlenmeyer flask

3.2.12 Volumetric flask

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียม Standard curve ของสารละลายยูเรียมาตรฐาน (Potts,1963)

1) ชั่งยูเรีย 5.000±0.001 กรัมนำมาละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร

2) เตรียมสารละลาย เข้มข้น 0.0004, 0.0008, 0.0012, 0.0016, 0.0018 และ 0.0020 กรัม/มิลลิลิตร (หรือ 0.08, 0.16, 0.24, 0.32, 0.36 และ 0.40 กรัม/ลิตร) โดยปิเปตสารละลายยูเรียในข้อ 1 มาจำนวน 4, 8, 12, 16, 18 และ 20 มล. แล้วใส่ใน volumetric flask ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 250 มิลลิลิตร

3) ปิเปตสารละลายในข้อ2 มา 5 มิลลิลิตร นำมาเติม *p*-dimethylaminobenzaldehyde (DMAB) 5 มิลลิลิตร ตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 15 นาที

4) นำมาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-Visible spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 440 นาโนเมตร

5) นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นเพื่อหาค่า Absorptivity (ε)

3.3.2 การเตรียมพอลิเอไมด์ห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย (ดัดแปลงจาก Madan and Chareonboonsit, 1989)

1) นำสารละลายปริมาตร 20.0 มิลลิลิตร ซึ่งประกอบด้วย 1,6-hexamethylene diamine 0.015 โมล/ลิตร, NaOH 0.024 โมล/ลิตร และยูเรีย 0.015 โมล/ลิตร ใส่ลงในบีเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร

2) เติม 5% hexane in mineral oil (ชั้นอินทรีย์) ปริมาตร 120 มิลลิลิตรลงในสารละลายข้อ 1 กวนด้วย magnetic stirrer ความเร็ว 770 rpm. ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลานาน 20 วินาที จนเกิด w/o emulsion

3) เติม 120 มิลลิลิตร ของ sebacoyl chloride 0.015 โมล/ลิตร ใน 5% hexane in mineral oil (ชั้นอินทรีย์) ลงในกรวยแยกและเติมทีละหยดลงในสารละลายข้อ 2 พร้อมกับกวนด้วย magnetic stirrer เป็นเวลา 10 นาที

4) นำมาล้างด้วยคลอโรฟอร์ม 3 ครั้ง กรองแล้วนำมาอบที่ 35-45 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง

5) ทำการทดลองซ้ำข้อ 1-4 โดยใช้ชั้นอินทรีย์ (organic phase) ชนิดต่าง ๆ แทน 5% hexane in mineral oil ดังนี้

- 10% hexane in mineral oil
- 15% hexane in mineral oil
- 5% chloroform in mineral oil
- 10% chloroform in mineral oil
- 15% chloroform in mineral oil
- 5% carbontetrachloride in mineral oil
- 10% carbontetrachloride in mineral oil
- 15% carbontetrachloride in mineral oil

6) แปรปริมาณของ sebacoyl chloride:1,6-hexamethylene diamine: urea จากอัตราส่วน 0.015 : 0.015 : 0.015 (ข้อ 1-5) เป็น 0.0225 : 0.015 : 0.015, 0.015 : 0.030 : 0.015, 0.015 : 0.015 : 0.0225 (โดยโมล)

3.3.3 การหาปริมาณยูเรียด้วยวิธี Colorimetry (Potts, 1963)

1) นำตัวอย่างยูเรียที่ห่อหุ้มด้วย polyamide (Nylon-6,10) มาละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 50.0 มิลลิลิตร

2) นำมารีฟลักซ์เป็นเวลานาน 4 ชั่วโมง

3) ตั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วปิเปตมา 5.0 มิลลิลิตร แล้วเติม *p*-dimethylaminobenzaldehyde (DMAB) 5.0 มิลลิลิตร ตั้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 15 นาที

4) นำมาวัดด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 440 นาโนเมตร

5) หาค่าความเข้มข้นของยูเรียจาก standard curve

6) คำนวณหาปริมาณยูเรียที่ถูกห่อหุ้มด้วย polyamide (Nylon-6,10)

3.3.4 หาลักษณะพอลิเมอร์ที่ห่อหุ้มยูเรียด้วย Scanning electron microscope

1) นำตัวอย่างพอลิเมอร์ที่ห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียและ control (พอลิเมอร์ที่ไม่ได้ห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย) ไปตรวจดูด้วย scanning electron-microscope

3.3.5 การศึกษาการปลดปล่อยยูเรียที่ห่อหุ้มพอลิเอไมด์

1) ชั่งตัวอย่างปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มพอลิเอไมด์ 5 หรือ 10 กรัม นำมาใส่บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาตร 50 มิลลิลิตร กวนด้วย magnetic stirrer ด้วยความเร็วต่ำ ๆ

2) ปิเปตสารละลายในข้อ 1 มา 5 มิลลิลิตร ที่เวลาต่าง ๆดังต่อไปนี้

5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 60, 120,180, 240, 360, 480,660 และ 840 นาที

3) นำสารละลายที่ได้ในข้อ 2 มาเติม *p*-dimethylaminobenzaldehyde (DMAB) 5.0 มิลลิลิตร ตั้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 15 นาที

4) นำมาวัดด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 440 นาโนเมตร

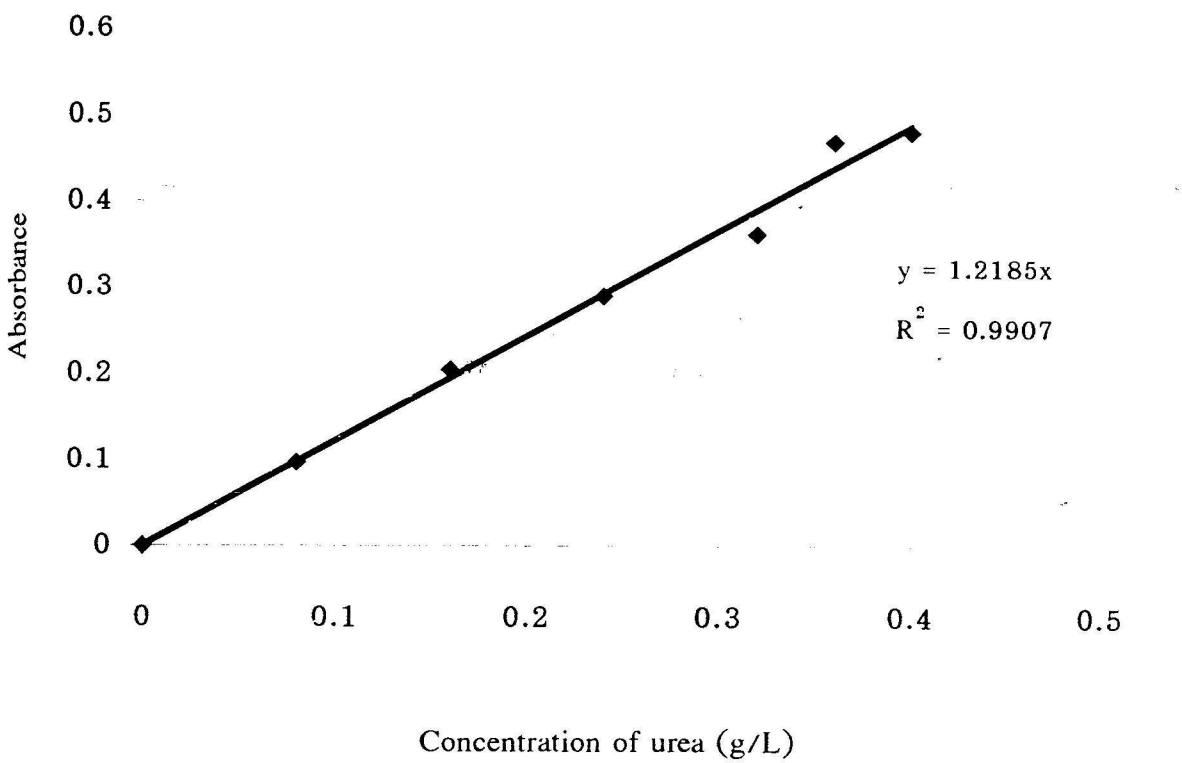
5) หาค่าความเข้มข้นของยูเรียจาก standard curve

6) คำนวณหาปริมาณยูเรียที่ห่อหุ้มด้วย Polyamide (Nylon-6,10)

บทที่ 4
ผลการวิจัย

4.1 การเตรียม Standard curve ของสารละลายยูเรียมาตรฐาน

จากการทำ Standard curve ของสารละลายยูเรียที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ตามวิธี Colorimetric Determination ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายยูเรียกับการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 440 นาโนเมตร แสดงในรูปที่ 4.1 เราสามารถหาค่า Absorptivity (ε) จากค่าความชันของกราฟ Standard curve ได้เท่ากับ 1.2185 $L \cdot g^{-1}$



รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายยูเรียกับการดูดกลืนแสงที่ 440 นาโนเมตร

4.2 การเตรียมพอลิเอไมด์ห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย

จากการศึกษาให้ความเข้มข้นของ 1,6-hexamethylene diamine และ Urea คงที่ คือ 0.015 โมล/ลิตร ในชั้นอินทรีย์ 10% $CHCl_3$ in chloroform แล้วแปรความเข้มข้นของ sebacoyl chloride จาก 0.0075, 0.015, 0.0225 และ 0.030 โมล/ลิตร พบว่าปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์ สรุปได้ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลของการการแปรปริมาณ sebacoyl chloride ต่อปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อความเข้มข้นของ 1,6-hexamethylene diamine และ urea คงที่ในชั้นอินทรีย์ 10% $CHCl_3$ in chloroform

Sebacoyl chloride (mol/l)	1,6-Hexamethylene diamine (mol/l)	Urea (mol/l)	Urea content (%)
0.0075	0.015	0.015	15.82
0.0225	0.015	0.015	2.75
0.015	0.015	0.015	33.46
0.030	0.015	0.015	16.46

จากการศึกษาให้ความเข้มข้นของ sebacoyl chloride และ urea คงที่ คือ 0.015 โมล/ลิตรในชั้นอินทรีย์ 10% $CHCl_3$ in chloroform แล้วแปรความเข้มข้นของ 1,6-hexamethylene diamine จาก 0.00765, 0.015 และ 0.030 โมล/ลิตร พบว่าปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ถูกห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์ สรุปได้ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลของการแปรปริมาณ 1,6-hexamethylene diamine ต่อปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อความเข้มข้นของ sebacoyl chloride และ urea คงที่ในชั้นอินทรีย์ 10% $CHCl_3$ in chloroform

Sebacoyl chloride (mol/l)	1,6-Hexamethylene diamine (mol/l)	Urea (mol/l)	Urea content (%)
0.015	0.0075	0.015	26.82
0.015	0.015	0.015	33.46
0.015	0.030	0.015	0.47

จากการศึกษาให้ความเข้มข้นของ sebacoyl chloride และ 1,6-hexamethylene diamine คงที่ คือ 0.015 โมล/ลิตร แล้วแปรความเข้มข้นของ urea จาก 0.0075, 0.015, 0.0225 และ 0.030 โมล/ลิตร พบว่าปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์ สรุปได้ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลของการแปรปริมาณยูเรียต่อปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อความเข้มข้นของ sebacoyl chloride และ 1,6-hexamethylene diamine คงที่ในชั้นอินทรีย์ 10% $CHCl_3$ in chloroform

Sebacoyl chloride (mol/l)	1,6-Hexamethylene diamine (mol/l)	Urea (mol/l)	Urea content (%)
0.015	0.015	0.0075	3.40
0.015	0.015	0.015	33.46
0.015	0.015	0.0225	2.64
0.015	0.015	0.030	8.83

เมื่อเปรียบเทียบการใช้ชั้นอินทรีย์ต่าง ๆ พบว่าชั้นอินทรีย์ชนิด ในชั้นอินทรีย์ 10% $CHCl_3$ in mineral oil มีปริมาณปุ๋ยยูเรียถูกห่อหุ้มร้อยละ 33.46 และ ชนิด 10% hexane in mineral oil มีปริมาณปุ๋ยยูเรียถูกห่อหุ้มร้อยละ 11.71 ปริมาณปุ๋ยยูเรียถูกห่อหุ้มเมื่อใช้ชั้นอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ สรุปได้ดังตารางที่ 4.4

4.3 การศึกษาลักษณะรูปร่างของยูเรียที่ห่อหุ้มพอลิเอไมด์

ลักษณะภาคตัดขวาง 10 % chloroform in mineral oil ภายใต้กล้อง scanning electron microscope ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า และ 1,600 เท่า พบว่ามีผลึกเล็ก ๆ ของปุ๋ยยูเรียแทรกอยู่ภายในโครงสร้างของพอลิเอไมด์ (รูปที่ 4.4, 4.5 และ 4.6)

ลักษณะพื้นผิว control 10 % chloroform in mineral oil ภายใต้กล้อง scanning electron microscope ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า และ 1,600 เท่า จะไม่มีมีผลึกเล็ก ๆของปุ๋ยยูเรียแทรกอยู่ภายในโครงสร้างของพอลิเอไมด์ (รูปที่ 4.2 และ 4.3)

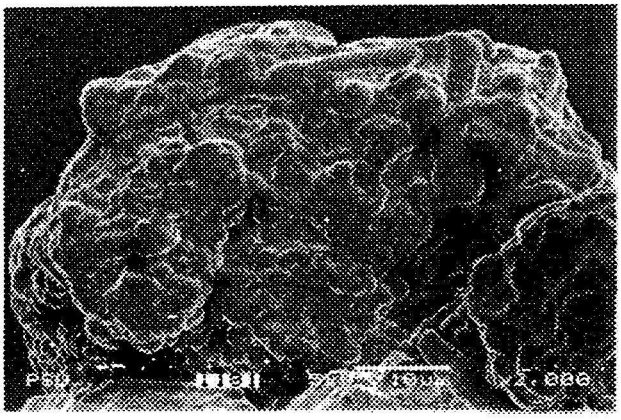
ลักษณะพื้นผิว 10 % chloroform in mineral oil ภายใต้กล้อง scanning electron microscope ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า และ 1,600 เท่า พบว่าพื้นผิวมีลักษณะค่อนข้างเรียบ ไม่มีมีผลึกเล็ก ๆของปุ๋ยยูเรียแทรกอยู่ภายในโครงสร้างของพอลิเอไมด์ (รูปที่ 4.7 และ 4.8)

ตารางที่ 4.4 ปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อใช้ชั้นอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ

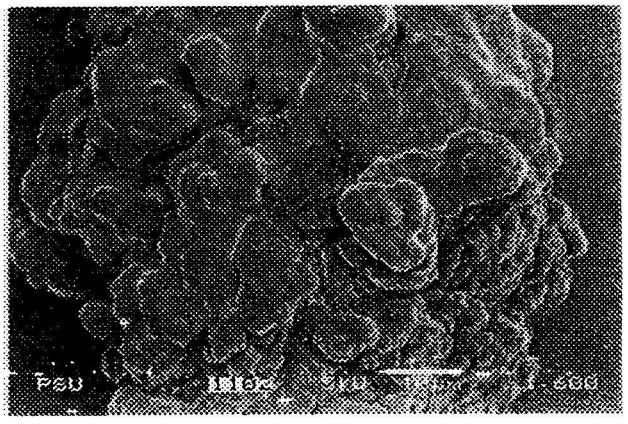
Organic phase	Urea content (%)
5% hexane in mineral oil	16.00
10% hexane in mineral oil	11.71
15% hexane in mineral oil	13.35
5% chloroform in mineral oil	16.52
10% chloroform in mineral oil	33.46
15% chloroform in mineral oil	13.22
5% CCl_4 in mineral oil	22.31
10% CCl_4 in mineral oil	26.92
15% CCl_4 in mineral oil	21.47
Control 10% hexane in mineral oil	0.70
Control 10% chloroform in mineral oil	0.50
Control 10% CCl_4 in mineral oil	0.05

4.5 การศึกษาการปลดปล่อยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์

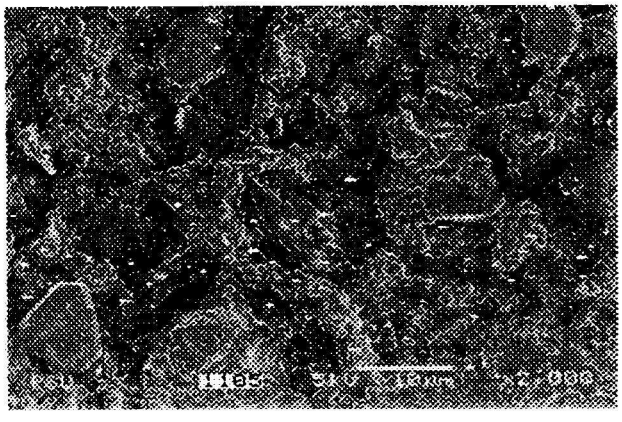
ผลการศึกษาการปลดปล่อยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อใช้ 10% chloroform in mineral oil เป็นชั้นอินทรีย์ โดยใช้ตัวอย่าง 5 กรัม พบว่า การปลดปล่อยเริ่มต้นร้อยละ 40.85 การปลดปล่อยค่อนข้างคงที่ร้อยละ 88.94 ที่เวลา 13 ชั่วโมง ผลการศึกษาการปลดปล่อยดังแสดงในรูปที่ 4.9



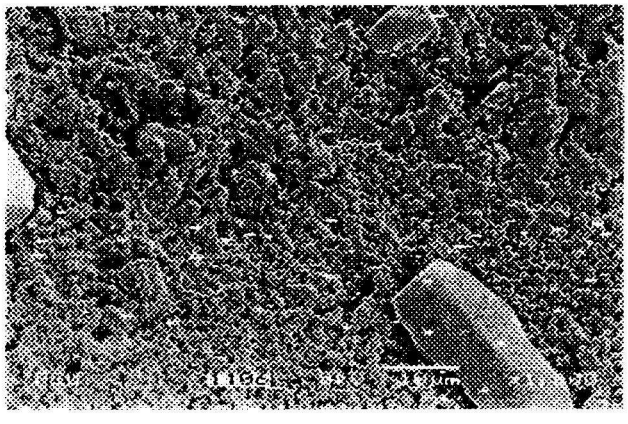
รูปที่ 4.2 ลักษณะพื้นผิว Control 10%Chloroform in Mineral oil ภายใต้ กล้อง Scanning electron microscope (กำลังขยาย 2,000 เท่า)



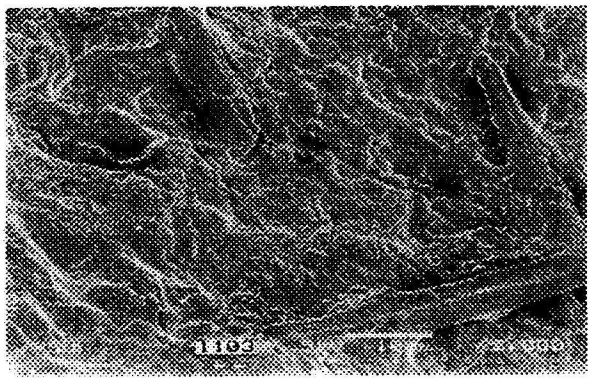
รูปที่ 4.3 ลักษณะพื้นผิว Control 10% Chloroform in Mineral oil ภายใต้กล้อง Scanning electron-microscope (กำลังขยาย 1,600 เท่า)



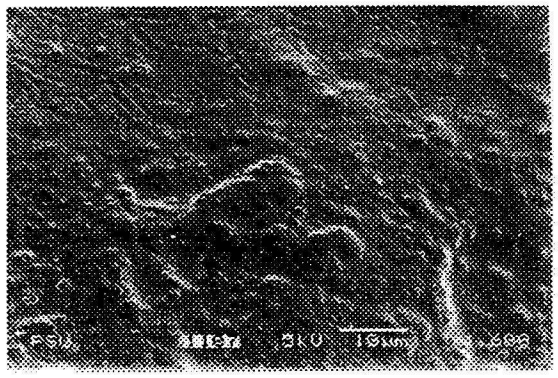
รูปที่ 4.4 ลักษณะภาคตัดขวาง 10% Chloroform in Mineral oil ภายใต้กล้อง Scanning electron microscope (กำลังขยาย 2,000 เท่า)



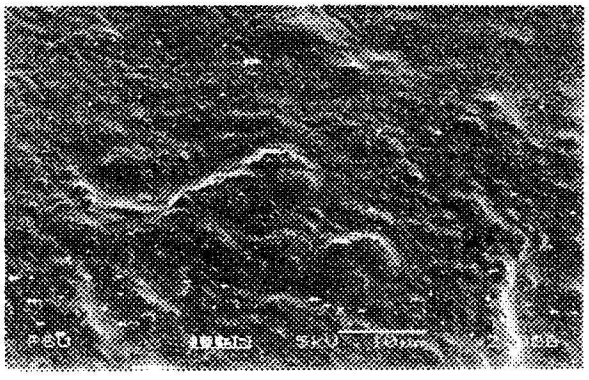
รูปที่ 4.5 ลักษณะภาคตัดขวาง 10% Chloroform in Mineral oil ภายใต้กล้อง Scanning electron microscope (กำลังขยาย 1,600 เท่า)



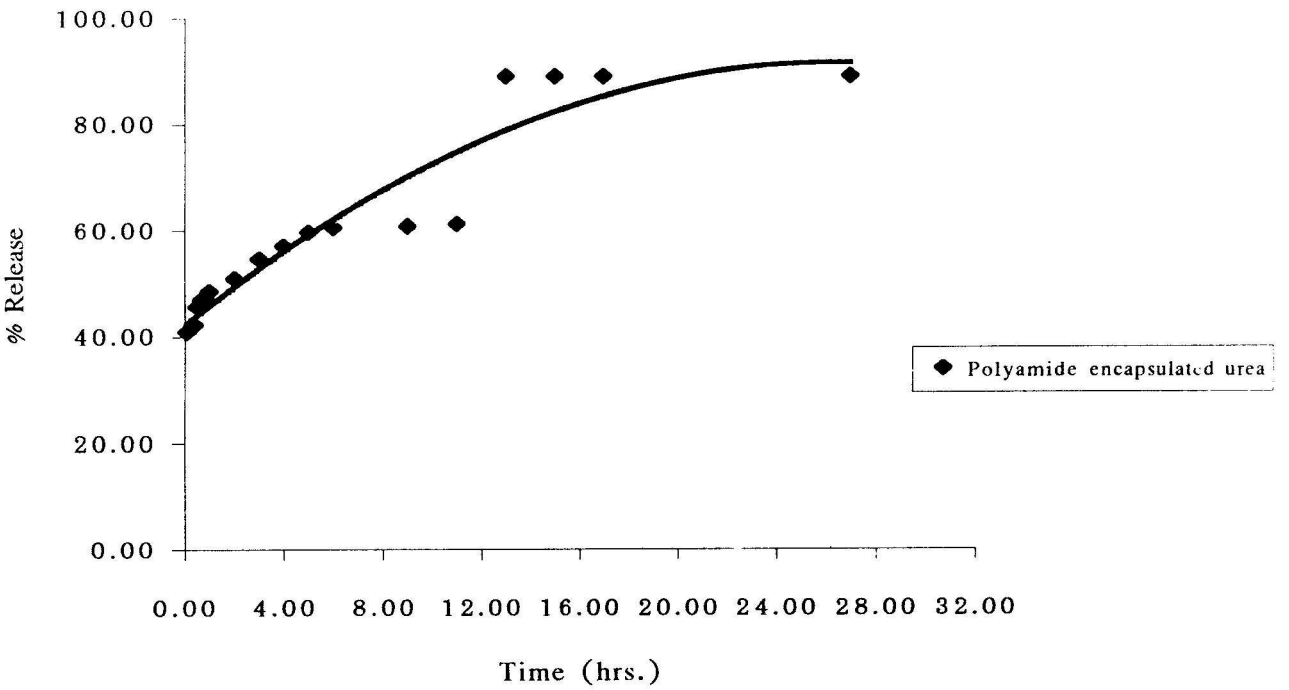
รูปที่ 4.6 ลักษณะภาคตัดขวาง 10% Chloroform in Mineral oil ภายใต้ กล้อง Scanning electron microscope (กำลังขยาย 2,000 เท่า)



รูปที่ 4.8 ลักษณะพื้นผิว 10% Chloroform in Mineraloil ภายใต้ กล้อง Scanning electron microscope (กำลังขยาย 1,600 เท่า)



รูปที่ 4.7 ลักษณะพื้นผิว 10% Chloroform in Mineraloil ภายใต้ กล้อง Scanning electron microscope (กำลังขยาย 2,000 เท่า)



รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการปลดปล่อยยูเรียกับเวลาของสารตัวอย่างพอลิเอไมด์ห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย (33.46%) 5 กรัมในน้ำกลั่น

Central Library
Prince of Songkla University

บทที่ 5

สรุป อภิปรายผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

สรุปและอภิปรายผลการทดลอง

การเตรียมพอลิเอไมด์ห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย ผลของการการแปรปริมาณ sebacoyl chloride ต่อปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อความเข้มข้นของ 1,6-hexamethylene diamine และ urea คงที่ โดยให้ความเข้มข้นของ 1,6-hexamethylene diamine และ urea คงที่ คือ 0.015 โมล/ลิตร แล้วแปรความเข้มข้นของ sebacoyl chloride จาก 0.0075, 0.015, 0.0225 และ 0.030 โมล/ลิตร ปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์ โดยใช้อัตราส่วนระหว่าง sebacoyl chloride : 1,6-hexamethylene diamine : urea ที่อัตราส่วน 0.015 : 0.015 : 0.015 มีปริมาณยูเรียถูกห่อหุ้มได้มากที่สุดร้อยละ 33.46 และที่อัตราส่วน 0.0225 : 0.015 : 0.015 มีปริมาณยูเรียน้อยที่สุดร้อยละ 2.75

ผลของการแปรปริมาณ 1,6-hexamethylene diamine ต่อปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อความเข้มข้นของ sebacoyl chloride และ urea คงที่ คือ 0.015 โมล/ลิตร แล้วแปรความเข้มข้นของ 1,6-hexamethylene diamine จาก 0.0075, 0.015 และ 0.030 โมล/ลิตร ปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ถูกห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์ ที่อัตราส่วน 0.015: 0.015: 0.015 มีปริมาณยูเรียมากที่สุดร้อยละ 33.46 และที่อัตราส่วน 0.015: 0.030: 0.015 มีปริมาณยูเรียน้อยที่สุดร้อยละ 0.47

ผลของการแปรปริมาณยูเรียต่อปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อความเข้มข้นของ sebacoyl chloride และ 1,6-hexamethylene diamine คงที่ คือ 0.015 โมล/ลิตร แล้วแปรความเข้มข้นของ urea จาก 0.0075, 0.015, 0.0225 และ 0.030 โมล/ลิตร ปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์ ที่อัตราส่วน 0.015 : 0.015 : 0.015 มีปริมาณยูเรียมากที่สุดร้อยละ 33.46 และที่อัตราส่วน 0.015 : 0.015 : 0.0225 มีปริมาณยูเรียน้อยที่สุดร้อยละ 2.64 จากผลการทดลองอัตราส่วนที่เหมาะสมคือ 0.015 : 0.015 : 0.015 อย่างไรก็ตามอัตราการห่อหุ้มสูงสุดร้อยละ 33.46 นั้นถือว่ายังต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคอื่น เช่น งานวิจัยของ Abraham and Pilai (1996) ซึ่งสามารถห่อหุ้มยูเรียได้มากกว่าร้อยละ 90 นอกจากนี้ในการทดลองนี้หาปริมาณเฉพาะยูเรียที่ถูกห่อหุ้มโดยพอลิเมอร์ไม่ได้ตรวจสอบในรูป NH_4^+ จึงเป็นไปได้ว่าทำให้การคำนวณปริมาณยูเรียออกมาต่ำ

ปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อใช้ organic phase ชนิดต่างๆ ผลการศึกษาปริมาณปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มพอลิเอไมด์ เมื่อใช้ organic phase ชนิดต่างๆพบว่า organic phase ชนิด 10% chloroform in mineral oil มีปริมาณปุ๋ยยูเรียมากที่สุดร้อยละ 33.46 และ ชนิด 10% hexane in mineral oil มีปริมาณปุ๋ยยูเรียน้อยที่สุดร้อยละ 11.71 ปริมาณปุ๋ยยูเรียเมื่อใช้ organic phase

ลักษณะพอลิเมอร์ที่ห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียด้วย scanning electron microscope ภาคตัดขวาง 10 % chloroform in mineral oil ภายใต้กล้อง scanning electron microscope ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า และ 1,600 เท่า พบว่ามีผลึกเล็ก ๆของปุ๋ยยูเรียแทรกอยู่ภายในโครงสร้างของพอลิเอไมด์

ลักษณะพื้นผิว control 10 % chloroform in mineral oil ภายใต้กล้อง scanning electron microscope ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า และ 1,600 เท่า จะไม่มีมีผลึกเล็ก ๆของปุ๋ยยูเรียแทรกอยู่ภายในโครงสร้างของพอลิเอไมด์

ลักษณะพื้นผิว 10 % chloroform in mineral oil ภายใต้กล้อง scanning electron microscope ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า และ 1,600 เท่า พบว่าพื้นผิวมีลักษณะค่อนข้างเรียบ ไม่มีผลึกเล็ก ๆของปุ๋ยยูเรียแทรกอยู่ภายในโครงสร้างของพอลิเอไมด์

ผลการศึกษาการปลดปล่อยปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์เมื่อใช้ 10% chloroform in mineral oil เป็น organic phase โดยใช้ตัวอย่างในการทดสอบการปลดปล่อยที่ 5 กรัม ที่อุณหภูมิห้องและความเร็วในการกวน 300 รอบ/นาที ปริมาณการปลดปล่อยเริ่มต้นร้อยละ 40.85 ปริมาณการปลดปล่อยค่อนข้างคงที่ร้อยละ 88.94 จะเห็นได้ว่าปริมาณการปลดปล่อยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาผ่านไปจนถึงระยะเวลาหนึ่งก็จะมีปริมาณการปลดปล่อยสูงสุดและคงที่ การที่การปลกปล่อยไม่ถึง 100 % เพราะไม่ได้ตรวจสอบในรูปที่ถูกสลายเป็นรูป NH_4^+

ข้อเสนอแนะ

1. การเตรียมพอลิเอไมด์ห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียควรทำที่อุณหภูมิห้องและใช้ความเร็วในการกวนที่ 300 รอบ/นาที ถ้าความเร็วในการกวนสูงจะทำให้เม็ดยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์มีขนาดเล็กลง

2. การเตรียมพอลิเอไมด์ห่อหุ้มปุ๋ยยูเรีย ในขั้นตอนการล้างควรล้างอย่างน้อย 3 ครั้ง เพื่อกำจัดยูเรียที่ตกค้างอยู่ที่ผิวด้านนอก

3. ปุ๋ยยูเรียที่ห่อหุ้มด้วยพอลิเอไมด์ มีต้นทุนค่อนข้างสูงในการผลิตจึงไม่เหมาะกับการใช้งานในการเกษตรทั่วไป แต่เหมาะกับการใช้กับพวกไม้ดอกไม้ประดับหรือการทำสวนหย่อมซึ่งต้องการ การดูแลเอาใจใส่เป็นพิเศษ

4. การหาปริมาณการปลดปล่อยควรทำที่อุณหภูมิห้องและใช้ความเร็วของ magnetic stirrer ไม่เกิน 300 รอบ/นาที

5. ในการหาปริมาณยูเรียที่ห่อหุ้มโดยไนลอน-6,10 และหาปริมาณยูเรียที่ปลดปล่อยออกมาจะต้องหาปริมาณในรูป NH_4^+ ด้วย

เอกสารอ้างอิง

ข่าวเศรษฐกิจการเกษตร. 2544. สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ 47(538) : หน้า 40.

ชนะภัย โกมลตรี. 2538. การผลิตยางธรรมชาติห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียเพื่อใช้ในระบบควบคุมการปลดปล่อย. วิทยานิพนธ์คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

ปิยะ ดวงพัตรา. 2538. หลักการและวิธีใช้ปุ๋ยเคมี. ภาควิชาปฐพีวิทยา คณะเกษตรศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. กรุงเทพมหานคร.

ไพโรจน์ กลิ่นพิทักษ์, มนัส แช่ด่าน และ กัลยาณี คงสีทอง. 2537. การเตรียมยางธรรมชาติโครงร่างตาข่ายห่อหุ้มปุ๋ยยูเรียเพื่อใช้ในระบบควบคุมการปลดปล่อย. ว. สงขลานครินทร์ 18(1): 69-75.

สรสิทธิ์ วัชโรทยาน. 2535. ปุ๋ยกับการพัฒนาการเกษตร; มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. กรุงเทพมหานคร.

ยงยุทธ โอสถสภา. 2528. หลักการผลิตและการใช้ปุ๋ย. ไทยวัฒนาพานิช. กรุงเทพมหานคร.

Abo- Elela, S.I.,Helaly, F.M. and Abdel- Bary, E.M. 1990. Plast And Rubber Process. Appl., 14:43-47.

Farell, S. and Sirkir, K.K. 1995. A Novel Technique For Controll Release. Proceeding Inter.Symp. controll release Bioact Master Controll release Inc. Vol. 22. p. 718-719.

Hepburn, C. and Arizal, R. 1988. Slow-Release Fertilizer Based on Natural Rubber. Brit. Polym. J.20: 487-419.

Hessbr"gge, B. J. and Vaidya, A. M. 1997. Interfacial Polycondensation. J. Chem Educ. 74 (11): 114-118.

Madan, P. L. and Chareonboonsit, P. 1989. Nylon Microcapsules. and Effect of Selected Variable on Theophylline Release. Phamaceutical Research. Vol. 6. p. 714-718.

Ming Sun,Y. and Huang, C. 1995. Poly(Vinyl alcohol) Encapsulate Porous Polymethacrylate Microsphere for Controll Drug. Controll Release Society Inc. Bioact. master. Vol. 22. p. 342-343.

Pinererors, I., Ballesteros, M. P. and Lastre, J. L. 1997. Polyamide-6,10 microcapsule: Effect of Organic phase. Proceeding 24 th Foundation Symposium on Controll Release of Bioactive Material. Vol. 15-19. p. 17- 619.

Paul, D. R. and Harris, F. W. 1976. Controlled Release Polymeric Formulation. Am. Chem. Sym. Ser.33. p. 1-14.

Potts, T.T. 1963. Journal of the A.O.A.C. vol. 46. p. 303- 306.

Raban, S. and Shaviv, A. 1996. Controll Release Characteristics of Coat Urea Fertilizer. Proceeding Inter. Symp. Controll Release Bioact Master Controll release Inc. Vol. 22. p. 105-106.

Tangboriboonrat, P. and Sirichaiwat, C. 1997. International Conference on Materials Technology Recent Developments and Future Potential. Chiang Mai. Thailand. Vol 10. p. 376-385.