

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์และวิธีดำเนินการ

3.1 วัสดุและอุปกรณ์

3.1.2 สารเคมี

1. Acrylamide , AR grade : Merck
2. Ethylene glycol dimethacrylate, AG grade : Fluka
3. Urea, AR grade : Unalike
4. Urea fertilizer สูตร 46 – 0 – 0 ของบริษัท ปุ๋ยแห่งชาติ
5. *p* – Dimethylaminobenzaldehyde, AR grade : Fluka และ CARLO ERBA
6. Hydrochloric acid, AR grade : BDH
7. Ethanol, Commercial grade
8. Potassium dihydrogen phosphate, AR grade : Merck
9. Sodium Hydroxide ของบริษัท วิทยาธรรม จำกัด
10. Nitrogen gas : CIG
11. Wax ของบริษัท วิทยาธรรม จำกัด
12. Polystyrene, AR grade : Fluka
13. Boric acid, ACS grade : Riedel-de Haen
14. 2-Octanol, AG grade : Fluka
15. Magnesium oxide LIGHT, commercial grade : UNILAB

3.1.2 อุปกรณ์

1. Reactor ขนาด 500 มล. : Quickfit
2. เครื่องกวน : Heidolph รุ่น RZR2020
3. เครื่องชั่ง 1 ตำแหน่ง : Denver Instrument Company รุ่น TR – 6101
4. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง Ohaus รุ่น Explorer
5. Hot plate : Fisher Stirring Hot plate และ Cole Parmer รุ่น 04644 – Series Digital Hot plate / Stirrer

6. Hot Oven : Fisher Science
7. Thermometer 1 – 100 °C
8. pH meter : Mettler Toledo รุ่น MP220
9. กล้องจุลทรรศน์ชนิดสเตรียโอไมโครสโคปพร้อมกล้องรูปถ่าย : Nikol รุ่น Optiphot-2
10. ชุดวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจน : BUCHI Distillation Unit B – 316

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 การเตรียมโคพอลิเมอร์ห่อหุ้มปฏิตูเรีย

เตรียมโคพอลิเมอร์จากปฏิกิริยาระหว่าง acrylamide กับ ethylene glycol dimethacrylate โดยใช้เทคนิค free- radical solution polymerization ดังนี้ (ดัดแปลงจาก Abraham and Pillai, 1996)

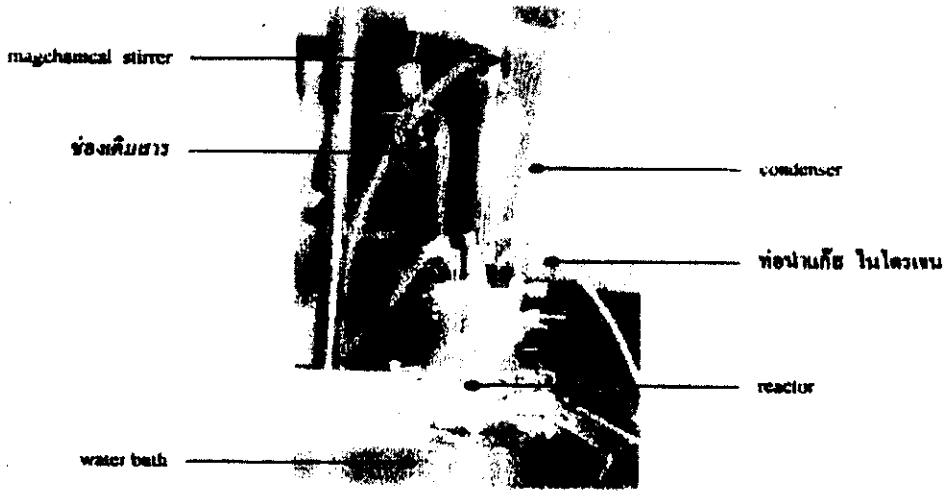
ละลาย acrylamide 2.13 กรัมหรือ 0.03 โมล (1.2 โมล/ลิตร) กับ ethylene glycol dimethacrylate 0.594 กรัมหรือ 0.003 โมล (0.12 โมล/ลิตร) ในคอลโรฟอร์ม 25 มล. จากนั้นเติมลงช่องเติมสารใน Reactor ขนาด 500 มล. ที่แช่อยู่ในน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 60 °C ซึ่งได้ต่ออยู่กับ mechanical stirrer, condenser และท่อระบายไนโตรเจน (รูป 3.1) กวนสารผสมโดยใช้ความเร็ว 210 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที เติมสาร benzoyl peroxide 0.0726 กรัมหรือ (0.12 โมล/ลิตร) กวนต่อ 5 นาที เติมปฏิตูเรียปริมาณ 10 กรัม และกวนต่อไปจนตัวทำละลายควบแน่นจนหมด เกิดโคพอลิเมอร์โครงข่ายตาข่ายมาห่อหุ้มปฏิตูเรีย นำสารที่ได้ไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 °C แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก (ทำการทดลองซ้ำ 2 ครั้ง)

ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.2.1 โดยใช้ปริมาณปฏิตูเรีย 10, 15, 20 และ 25 กรัม

3.2.2 การเคลือบพอลิเมอร์ห่อหุ้มปฏิตูเรีย

ชั่งสาร polystyrene และ wax อย่างละ 1 กรัม ละลายในคอลโรฟอร์ม 5 มล. ผสมกับพอลิเมอร์ห่อหุ้มปฏิตูเรียปริมาณพอลิเมอร์ห่อหุ้มปฏิตูเรียที่อบแห้ง 20 กรัม และนำไปวางบนอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 40 °C กวนด้วยความเร็ว 210 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 40 °C เป็นเวลา 5 นาที นำไปอบแห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 °C แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก (ทำการทดลองซ้ำ 2 ครั้ง)

ทำการทดลองซ้ำโดยใช้สารเคลือบประกอบด้วย polystyrene และ wax อย่างละ 2 กรัม ละลายในคลอโรฟอร์ม 10 มล



รูปที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์การเตรียมโคพอลิเมอร์โครงสร้างคาข่ายห่อหุ้มปียูเรีย

3.2.3 การ ทำ control (พอลิเมอร์ที่ไม่ได้ห่อหุ้มปียูเรีย)

ทำการทดลองซ้ำเช่นเดียวกับข้อ 3.2.1 แต่ไม่ใช้ปริมาณยูเรีย และ ทำการทดลองซ้ำเช่นเดียวกับข้อ 3.2.2 โดยใช้พอลิเมอร์ที่ไม่ได้ไปห่อหุ้มปียูเรีย 20.000 ± 0.001 กรัม มาเคลือบพอลิเมอร์

3.2.4 ศึกษาปริมาณปียูเรียที่ถูกห่อหุ้มโดยพอลิเมอร์

3.2.4.1 การทำกราฟมาตรฐานยูเรียที่อุณหภูมิห้องด้วยวิธี DMAB

เตรียมสารละลาย *p* - dimethylaminobenzaldehyde (DMAB) โดยละลาย DMAB 16 กรัม ใน 95% ethanol 1000 มล. เติม conc. HCl 100 มล.

เตรียมสารละลายยูเรียความเข้มข้นต่างๆ โดยละลายยูเรีย (AR grade) 5.000 ± 0.001 กรัม ในน้ำปรับปริมาตรเป็น 1000 มล. ปีเปตต์ 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, และ 20 มล. ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 250 มล. เมื่อปรับปริมาตรแล้วแล้วจะ ได้ยูเรียในแต่ละขวดเป็นความเข้มข้น 0.0002, 0.0004, 0.0006, 0.0008, 0.0010, 0.0012, 0.0014, 0.0016, 0.0018 และ 0.0020 กรัมต่อปริมาตร 5 มล. ปีเปตต์สารละลายยูเรียแต่ละความเข้มข้นปริมาตร 5 มล. ลงในหลอดทดลองขนาด 20x150 (25 มล.) ปีเปตต์สารละลาย DMAB 5.00 มล. ลงในหลอดทดลองข้างต้นแล้วเขย่าในอุณหภูมิห้องเป็น

เวลา 10 นาที เตรียม blank โดยใช้ น้ำกลั่นแทนสารละลายยูเรีย นำไปวัดค่าดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่น 440 nm. ด้วยเครื่อง UV-VIS. Spectrophotometer โดยใช้ Cuvette ขนาด 1 ซม. นำค่าไปเขียนกราฟมาตรฐาน (Pott,1963)

3.2.4.2 การสกัดยูเรียด้วยวิธี Reflux ในน้ำ

ชั่งพอลิเมอร์ห่อหุ้มยูเรียที่อบแห้งแล้วให้มีน้ำหนักที่แน่นอน 2.0000 ± 0.0100 กรัม ใส่ในขวดก้นกลมขนาด 250 มล. ปิเปิดน้ำ 100 มล. ลงในขวดก้นกลมและใส่ boiling chip 2-3 ชิ้น นำไป Reflux เป็นเวลา 1 ชม.แล้วนำมากรองให้ได้สารละลายใส ปิเปิดค้มา 50 มล. ปรับปริมาตร 100 มล. ด้วยขวดวัดปริมาตรแล้วปิเปิดค้ มาวัดค่าการทดลองครั้งละ 50 มล. เพื่อนำไปวัดค่าปริมาณ $N-NH_3$ โดยวิธี Kjeldahl (Rowell, 1994) และปิเปิดค้ สารละลายที่ได้จากการ Reflux มา 3 มล. ปรับปริมาตรเป็น 100 มล. ด้วยขวดวัดปริมาตร แล้วปิเปิดค้ 5 มล. ใส่ในหลอดทดลองขนาด 25 มล. 4 หลอด เติมสารละลาย DMAB 5 มล.(ใช้น้ำเป็น blank) เป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 440 nm. ด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer โดยใช้ Cuvette ขนาด 1 ซม. คำนวณหาความเข้มข้นยูเรียจากสมการจากกราฟมาตรฐาน ที่เตรียมใน ข้อ 3.2.4.1 ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง เพื่อ ไปคำนวณอยู่ในรูป % การห่อหุ้มยูเรีย

3.2.4.3 ศึกษาปริมาณยูเรียที่ถูกห่อหุ้มโดยพอลิเมอร์โดยวิธี Kjeldahl

ปิเปิดค้สารตัวอย่างมา 50 มล.ใส่ลงในหลอดกลั่น (ทำblankโดยใช้น้ำ) เติม MgO 0.5 กรัม และ Octane-2-ol 1 หยด ปิเปิดค้สารละลาย 2 % Boric acid ลงในขวดชมพูขนาด 125 มล. และเติม indicator แล้วนำไปวางใต้ condenser ทำการกลั่นเป็นเวลา 3 นาที นำขวดชมพูที่ได้จากการกลั่นมาทำการไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐาน ไฮโดรคลอริกเพื่อคำนวณหาปริมาณไนโตรเจนที่อยู่ในรูปของ $N-NH_4^+$ แล้วคำนวณกลับเป็น %N-Urea (Rowell, 1994)

3.2.5 ศึกษาการปลดปล่อยยูเรีย

3.2.5.1 การปลดปล่อยยูเรียจากพอลิเมอร์ห่อหุ้มยูเรียในสารละลาย pH 5, pH7 และ pH 8 ที่อุณหภูมิห้อง

ชั่งพอลิเมอร์ห่อหุ้มยูเรียที่อบแห้งของตัวอย่างที่ใช้ยูเรียเริ่มต้นที่ใช้ในการห่อหุ้ม 10, 15, 20 และ 25 กรัม ห่อหุ้มพอลิเมอร์แล้วทำการเคลือบด้วย polystyrene 2.0 และ wax อย่างละ 2.0 กรัม ให้มีน้ำหนักที่แน่นอน 2.0000 ± 0.0100 กรัม ใส่ในขวดชมพูขนาด 125 มล. ปิเปิดค้สารละลายบัฟเฟอร์ที่ pH ต่าง ๆ 100 มล. ทำการกวนอย่างช้าๆด้วย magnetic bar เก็บสารละลายตัวอย่างที่เวลา

0.25 , 0.50, 1, 2, 3, 5, 8, 12, 24 และ 36 ชั่วโมงโดยปิเปตต์ มาครั้งละ 5 มล. และปิเปตต์ จาก 5 มล. มา 1 มล. ปรับปริมาตรเป็น 50 มล. และอีก 4 มล. ปรับปริมาตรเป็น 50 มล.

นำไปวัดค่า N-Urea จากตัวอย่างจากการปลดปล่อย 1 มล. ปรับปริมาตรเป็น 50 มล. ปิเปตต์ มา 5 มล. ใส่ในหลอดทดลองขนาด 25 มล. 4 หลอด เติมสารละลาย DMAB 5 มล. ในแต่ละหลอด (ใช้สารละลายบัฟเฟอร์ที่ pH เดียวกับตัวอย่างที่ทดลองเป็น blank) เขย่าเป็นเวลา 10 นาที ที่อุณหภูมิห้อง นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 440 nm. ด้วยเครื่อง UV/VIS. Spectrophotometer โดยใช้ Cuvette ขนาด 1 ซม. หาความเข้มข้นยูเรียจากสมการจากกราฟมาตรฐาน ที่เตรียมใน ข้อ 3.2.4.1 เพื่อไปคำนวณอยู่ในรูป % การปลดปล่อยยูเรีย

นำไปวัดค่า $N-NH_4^+$ โดยวิธี Kjeldahl (Rowell, 1994) โดยนำตัวอย่างจากการปลดปล่อย 4 มล. มาปรับปริมาตร 50 มล. ทำการทดลองตามข้อ 3.2.2.3 แล้วนำค่าที่ได้มาคำนวณเป็น %N-Urea ที่มาจากไนโตรเจนที่อยู่ในรูปของ $N-NH_4^+$

3.2.5.2 การปลดปล่อยยูเรียจากพอลิเมอร์ห่อหุ้มยูเรียที่ทำการเคลือบสาร 1 กรัม ในสาร

ละลายที่ pH 5, 7 และ 8 ที่อุณหภูมิห้อง

ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 แต่ใช้พอลิเมอร์ห่อหุ้มยูเรียที่ทำการเคลือบสาร 1 กรัม

3.2.5.3 การปลดปล่อยยูเรียจากพอลิเมอร์ห่อหุ้มยูเรียที่ทำการเคลือบสาร 2 กรัมในสาร

ละลายที่ pH 5, 7 และ 8 ที่อุณหภูมิห้อง

ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 แต่ใช้พอลิเมอร์ห่อหุ้มยูเรียที่ทำการเคลือบสาร 2 กรัม

3.2.6 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของพอลิเมอร์ห่อหุ้มยูเรีย

นำพอลิเมอร์ห่อหุ้มยูเรียที่ควบคุมการปลดปล่อยยูเรียได้ดีที่สุดไปถ่ายภาพเพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดสเตรอิโอไมโครสโคป