

การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในสารละลายมาตรฐาน โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี
โดยมีกาเลอินเป็น Complexing agent

3.1 คำนำ

การวิเคราะห์ที่มีวิธีการต่าง ๆ ดังได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 1.5 ในบทที่ 1 เช่น Atomic absorption spectrophotometry, Neutron activation analysis, spectrophotometry ฯลฯ ในบทนี้จะเน้นเฉพาะวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีเท่านั้น

3.2 การวิเคราะห์โดยมีกาเลอินเป็น complexing agent

3.2.1 ประวัติการวิเคราะห์

ในการศึกษาหาปริมาณตะกั่วโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ได้มีผู้ทำการทดลองศึกษาปฏิกิริยาระหว่างตะกั่วไอออนทั้งตะกั่วไอออนบวก 4 และบวก 2 (Sn(IV) และ (II) ion) กับ complexing agent หลายตัวด้วยกัน^(20, 21, 22) ได้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีสามารถดูดกลืนแสงในช่วงวิสิเบิลซึ่งนำมาใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วได้ reagent ที่ใช้ในการวิเคราะห์ตะกั่ว (IV) ไอออน เช่น catechol violet⁽²³⁾, hematein⁽²⁴⁾, quercetin⁽²⁵⁾, phenylfluorone⁽²⁶⁾, Gallein⁽²⁷⁾ ฯลฯ ตะกั่ว (II) ไอออน เช่น dithiol⁽²⁸⁾ ในงานวิจัยใช้กาเลอินและฟีนอล์ฟลูโอโรน เป็น complexing agent สำหรับในบทนี้จะกล่าวถึงกาเลอินเท่านั้น ส่วนฟีนอล์ฟลูโอโรน จะนำเสนอต่อไปในบทที่ 4 รายละเอียดเกี่ยวกับประวัติการศึกษาด้วยกาเลอิน ดังแสดงในตารางที่ 10

สำหรับงานวิเคราะห์ตะกั่วในประเทศไทยโดยมีกาเลอินเป็น complexing agent⁽¹¹⁾ ได้มีการวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยวิธีเทียบสีกับสารละลายตะกั่ว

มาตรฐานที่เพิ่มขึ้นและยังไม่เคยศึกษาเกี่ยวกับผลของอิออนต่าง ๆ เลย การวิจัยในขั้นต่อไปจะได้อธิบายสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีแทน รวมถึงการศึกษาค่าผลของอิออนต่าง ๆ ที่อาจรบกวนการกำจัดอิออนที่รบกวนโดยใช้ masking agent และการใช้ masking agent ร่วมกับวิธีการสกัด แล้วจึงนำวิธีการกำจัดอิออนที่รบกวนที่นำมาใช้ร่วมกับวิธีวิเคราะห์หาปริมาณทุกอิออนด้วยกาเลอีน

ตารางที่ 10 รายงานการวิเคราะห์ปริมาณฟลูออโรไฮโดรฟอสเฟตโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี โดยมีกาเลอีนเป็น complexing agent

ผู้รายงาน (ค.ศ.)	condition	λ max (nm)	remark	Ref.
Wood (1957)	ขอยละลายตัวอย่างด้วย NH_4I pH 2-3 คลอโรไฮดรอกซีเพอร์ ทิ้งไว้ 30 นาที	ไม่มี	อัตราส่วน 1 Sn(IV) : 2 Gallien โครงสร้างไม่ทราบ แต่ไม่มี halogen อนุพันธ์ F, citrate, tartrate และ ethylene diamine tetraacetate ปกติปฏิกิริยา orthophosphate ลด intensity acetate ปฏิกิริยา for-mate ลด intensity	29
Stanton และ McDonald (1961)	เช่นเดียวกับ Wood (1957)	ไม่มี	ช่วงสสารจะตามมาตรฐาน ที่พบได้ 0-0.5 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$	30
Marranzino และ Ward (1958 และ 1962)	เช่นเดียวกับ Wood (1957) สกัดสารประกอบเชิงซ้อนเขาไปในตัว cyclohexanone และ O-dichlorobenzene ใช้ hydroxylammonia chloride เป็น masking agent	ไม่มี	ไม่มี	31

ตารางที่ 10 (ต่อ)

ผู้รายงาน (ก.ศ.)	condition	λ_{max} (nm)	remark	Ref.
O'Keefe (1961)	เช่นเดียวกับ Wood (1957) ตั้งไว้ 12 นาที	ไม่มีข้อมูล	ใช้เคราะหฺ์ในทางแม่ โดยคหฺ์อย่าง -80 mesh ทำการวิเคราะห์เคราะหฺ์เร็วยิ่งขึ้น	32
Stanton และ McDonald (1962)	ขยบสลายด้วย NH_4I pH 2.0-2.5 โดยใส่กลอสโรยขยบเทหฺ์เพอร์ ใช้ masking agent สารละลาย Hydraxine สกั้สารประกอบเจ้ขยบเขาไปในชั้น pentyl alcohol		ใช้เคราะหฺ์ในเคม ไม่มสรวบคหฺ์ของ a) Na, K, NH_3 , Ca, Sr, Ba ที่ con $\approx 100 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ b) Al และ Fe(II) ที่ $10 \text{ mg}/\text{cm}^3$ c) Cu(II), Pb(II), Zn(II), Cr(III), Mn(II), As(III), As(V) และ V(V) ที่ $1 \text{ mg}/\text{cm}^3$ การรบกวนของ Cu, Fe, Pb และ Mn ปองกันได้โดยเติม I^- ในสารละลาย ส่วน Ti, Mo และ W จะไม่รบกวนคหฺ์ด้วยางโดยการขยบสลายด้วย NH_4I ความเสถียรของสารประกอบเจ้ขยบมากกว่า 5 วัน ขวงความเขมขยบสารจะลยมาทรฐานที่ไร 0.0-2.0 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$	33

ตารางที่ 10 (ต่อ)

ผู้รายงาน (ปีพ.ศ.)	condition	$\lambda_{\max}$ (nm)	remark	Ref.
Marano และ Miyazaki (1964)	เปลี่ยนแปลง pH จาก 0.05-0.15N HCl และความเข้มข้นจาก 1-2 mg/50 cm ³ สู่ที่สารละลายเชิงซ้อนเข้าไปในชั้น isopentyl alcohol ทั้งไว้ 15 นาที	575 (0.15 N HCl)	วิเคราะห์อย่างถี่ถ้วนความเบี่ยงเบน ± 0.02 , 20-21 และ ± 3.80 ที่ 2.0, 20.0 และ 250.0 ppm ของตะกั่ว ใช้ความเข้มข้นของ W, Ti, Ge, Zr, Fe(III), V(V), Sb(III) และ Ce(IV) เวลาในการวัดเพิ่มเป็น 15 นาที ช่วงความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน ที่ใช้	34
Murano และ Miyazaki (1966)	เช่นเดียวกับ Murano และ Miyazaki (1964)	575 (0.05 N HCl) (0.15 N HCl)	ใช้วิเคราะห์ตะกั่วในเหล็ก เหล็กกล้า และโลหะผสมที่ไม่มีเหล็ก ผลมาจาก Sb, W และ Zr ปกป้องไท โดยไท tartaric acid จาก Fe และ V ไท ascorbic acid และจาก Mo และ Ti ไท Hydrogen peroxide	35

ตารางที่ 10 (ต่อ)

ผู้รายงาน (ค.ศ.)	condition	λ max (nm)	remark	Ref.
Hutchin และ Fiander (1967)	เช่นเดียวกับ Stanton และ McDonald (1962) แต่ไม่มีการสกัด	ไม่มีข้อมูล	ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน สัมพัทธ์ $\pm 0.6\%$ และ $\pm 2.0\%$ ที่ 0.08% ที่พบใน carbon steel และ 0.04% ที่พบใน brass ใช้วิเคราะห์ที่พบในหางแมงและเหมือง (Sn 0.01- 3%) ผลการวิเคราะห์หาคะดองด้วยวิธี Iodate titration ไม่มีผลรบกวนจาก ceric sulphate TiO_2 , Nb_2O_7 , ThO_2 และ ZrO_2 ของกำกวม carbonaceous โดยใช้ HClO_4	36
Jones (1968)	ย่อยตัวอย่างด้วย HNO_3 และ H_2SO_4 เติม EDTA และแอมโมเนียมคลอไรด์ ปรับ pH 5.5 ด้วยแอมโมเนีย ผ่าน column silica gel ทำให้ตกออกมาโดยใช้ HCl 1:1 ทำเช่นเดียวกับ Wood (1957) ทิ้งไว้ 45 นาที	520	ใช้วิเคราะห์ที่พบใน Lead และ Lead Antimony alloy (Sn 0.001-1%) column ที่ใช้แยกตะกั่ว และแอมโมเนียที่วัดความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน ที่ใช้ $0.0-2.5 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน $\pm 0.0005\%$ และ $\pm 0.002\%$ ที่ 0.0051% และ 0.038% ที่พบ	37

ตารางที่ 10 (ต่อ)

ผู้รายงาน (ก.ศ.บ.)	condition	$\lambda_{\max}$ (nm)	remark	Ref.
Heegn (1969)	สกัดสารประกอบเชิงซ้อนเขาไปนัทของ cyclohexanone ใช้ masking agent ascorbic acid และ tartaric acid	495	ใช้วิเคราะห์หมู่ฟีนอลและหมู่ (Sn 0.01-1%) masking agent ที่ใช้คือสารประกอบของ F ⁻ และ Zr ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน $\pm 0.003\%$	38
Purushottam และ Nayar (1969)	เช่นเดียวกับ Marranzino และ Ward (1958) โดยสกัดสารประกอบเชิงซ้อนเขาไปนัท สารผสมของ benzene และ cyclohexanone masking agent ใช้ Na ₂ SO ₃	เจ็มน้ำ	ใช้วิเคราะห์หมู่ฟีนอลและหมู่ สารผสมนี้จะทำให้การทดลองรวดเร็วขึ้นเหมาะสำหรับงานในสนาม Na ₂ SO ₃ ใช้ลดปริมาณของ I ₂	39
Stanton (1970)	เช่นเดียวกับ Stanton และ McDonald (1962) ยอมละลายด้วย H ₂ SO ₄ -HNO ₃ เติมแอมโมเนียไฮโดรเจนไอโค สามารถแยกไฮดรอกซิน สกัดสารประกอบเชิงซ้อนเขาไปนัท isoamyl alcohol	ไม่มีข้อมูล	ใช้วิเคราะห์หมู่ฟีนอลใน Bulackcurrent pulp จิอขยที่รบกวนเช่นเดียวกับ Stanton และ McDonald (1962)	40

ตารางที่ 10 (ต่อ)

ผู้รายงาน (ก.ศ.อ.)	condition	λ max (nm)	remark	Ref.
Mori (1970)	ปฏิกิริยาระหว่าง Stanton และ McDou- nald (1961) โดยใช้ cetylpyridi- nium bromide ที่ 60 นาที (ที่ 15°C)	5.30	cetylpyridinium bromide ในช่องที่ การทดสอบที่ pH 2.0 ไม่พบการเกิดของ Pb, Cu, Zn, Hg และ ส่วน La/Fe(III), Bi, Al, Th และ Zr ที่ extinction Sb(III) ถูก extinction ซึ่งความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน 0.0- 2.0 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$	41
Gerhard และ Hans- peter (1970)	ขอยละลายด้วย Na_2O_2 pH 1.9 สัก สารประกอบเชิงซ้อนเข้าไปใน cyclo- hexanone	4.96 (gallein) 510 (2,7-dihy- droxyfluo- rescein)	การใช้วิเคราะห์ที่ในเร (Sn 0.1-1 %) การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่ทุก ใน O- diphenol และ O-hydroxyquinones Gallein และ 2-7 dihydroxy fluo- rescein ซึ่งความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน 0.0-30.0 และ 0.0-6.0 $\mu\text{g}/20 \text{ cm}^3$ ความเข้ม ต่ำสุด 1.55 และ 0.212 μg ความเข้มข้น	42

ตารางที่ 10 (ต่อ)

ผู้รายงาน (ค.ศ.)	condition	$\lambda_{\max}$ (nm)	remark	Ref.
Popov, Rudenko และ Pal'chun (1975)	ใน 0.1 N HNO ₃ และ 0.1 N HCl สกัดเข้าไปในชั้น isopentyl alcohol	49.5	ออกฤทธิ์กับ Fe, Mn, V, Cr และ Ce กรดไคทิก ascorbic acid ส่วน Ce ไม่สามารถ สกัดการรวมกันได้ พิจารณา Gallein ว่าเป็น reagent ที่ เหมาะสมที่สุด ใน 0.1 N HNO₃ 4 Gallein : 1 Sn(IV) ใน 0.1 N HCl 2 Gallein : 1 Sn(IV) วิเคราะห์ได้ $\mu\text{M}-\text{mM}$ liquid-solid extraction โดยสกัดมา solvent extraction	43

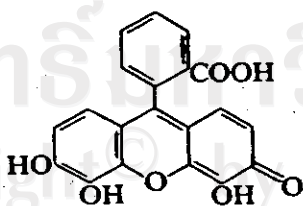
ตารางที่ 10 (ต่อ)

ผู้รายงาน (ก.ศ.อ.)	condition	$\lambda_{\max}$ (nm)	remark	Ref.
Srinivasan และ Nott (1976)	pH 2.5 โดยใช้คลอไรด์ไฮดรอกซีแลมมอนัม masking agent ใช้ hydroxylammium chloride เติมเจลาติน ตั้งไว้ 15 นาที	520	ใช้วิเคราะห์ในเหล็กกล้า และโลหะผสมในเหล็กกล้าด้วย H_2SO_4 Sn coppt. ทดสอบ Cu ในรูป sulphide โดยเติม thioacetamide ละลายตะกอนด้วย HCl เติม H_2O_2 และ NH_4I (จำกัดความ Cu)	27
Tagle และ Berdan (1977)	ไม่มีระบุ	ไม่มีระบุ	reagent ระหว่าง bromopyrogallo red, gallein และ catechol violet เลือกใช้ catechol violet ในการวิเคราะห์ทุก เพราะ sensitivity สูงกว่าเสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างการเปลี่ยนแปลง pH สูงกว่า	44

3.2.2 รายละเอียดเกี่ยวกับกาเลอิน⁽⁴⁵⁾

ในการศึกษานี้ได้ใช้กาเลอิน (Gallein) เป็น complexing agent ในการวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี เพราะสภาวะในการทำปฏิกิริยากับดีบุก (IV) อีออนทำโคสะตก เหมาะสม และสามารถนำไปประยุกต์ใช้หาปริมาณดีบุกในตัวอย่างต่าง ๆ ได้ นอกจากนี้ยังมี selectivity ที่ดีต่อดีบุก (IV) อีออน การศึกษาปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein Wood⁽²⁹⁾ ได้เป็นผู้เริ่มศึกษาในปี ค.ศ. 1957 และได้มีท่านอื่น ๆ ได้ทำการศึกษาพัฒนาและประยุกต์ใช้ต่อมาตามลำดับ (ตารางที่ 10) ในการวิจัยนี้จะได้นำเอาผลการศึกษารอง Wood และท่านอื่น ๆ มาประยุกต์ใช้หาปริมาณดีบุกในดินและตะกอนท้องน้ำ

4,5-dihydroxyfluorescein(3,4,5,6-tetrahydroxy-spiro-isobenzofuran-1(3H), 9(9H)-xcanthen -3-one) มีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูป

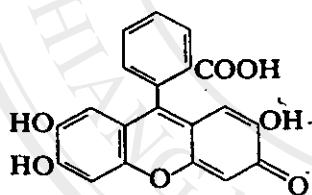


มี empirical formula คือ $C_{20}H_{12}O_7 \cdot 1.5H_2O$
มี น้ำหนักโมเลกุลเป็น 399.5

โดยทั่วไปนิยมเรียกว่า กาเลอิน (Gallein) มีลักษณะเป็นผงสีน้ำตาลแดงแทบจะไม่ละลายในน้ำและคลอโรฟอร์ม แต่ละลายได้ในเอทานอล

และสารละลายอัลคาไลน์ เป็นพวก ampholyte มีค่าการแตกตัว $pK_1(H_2L^+) = 1.8$, $pK_2(HL) = 6.3$ ทำปฏิกิริยากับตะกั่ว 1 Sn(IV) : 2 Gallein⁽⁴³⁾ สารที่เป็น oxidizing สามารถทำลายกาเลอิน มีประโยชน์ในการใช้เป็น รีเอเจนต์สำหรับหาปริมาณตะกั่ว (Sn) เจอร์มาเนียม/ดีอะทังสเตน (W) ทั้งยังสามารถใช้เป็น pH indicator

ไอโซเมอร์ 2,7-dihydroxyfluorescein มีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูป



$$pK_1(H_2L^+) = 2.5, pK_2 = 6.0$$

กาเลอินสามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีกับตะกั่ว (IV) อีออน ไค้สารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ที่มีสีชมพูละลายในน้ำในสภาพสารละลายแขวนลอย (suspension)

3.3 การทดลอง

3.3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- Pye-Unicam SP-6 ultraviolet-visible spectrophotometer (Pye-unicam Ltd., Combridge England)

- Pye-Unicam SP-8000 ultraviolet@visible recording spectrophotometer (Pye-unicam Ltd., Cambridge, England)
- Extech pH meter 602 (Extech International coporation, U.S.A.)
- Electric heaters (Dr. Ing A., Hofman, Germany)
- Mixer (Heidolph, Type REAX 1, Germany)
- Magnetic separatory (Humbolt, Germany)
- Eppendorf pipette (Gerätebau Netheter & Hinz., Hamberg, W. Germany)

3.3.2 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ส่วนมากเป็น GR. Grade ผลิตโดยบริษัท E.Merck นอกจากจะระบุเป็นอย่างอื่น และนำมาใช้โดยปราศจากการทำให้บริสุทธิ์

ก. สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท BDH Chemical Ltd., Poole, England

- Arsenic pentoxide, As_2O_5 , Laboratory reagent
- Bismuth nitrate, $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$
- Cadmium nitrate, $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$
- Chloroacetic acid, $CH_2ClCOOH$, Laboratory reagent
- Gallein (pyrogallolptalein), $C_{20}H_{12}O_7 \cdot 1.5 H_2O$, Laboratory reagent
- Hydrochloric acid, HCl

- Nickel nitrate, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Potassium iodide, KI
- di-Sodium hydrogen orthophosphate, Na_2HPO_4
- Sodium hydroxide, NaOH
- Sulfuric acid, H_2SO_4
- Tartaric acid, $(\text{CHOHCOOH})_2$, Laboratory reagent
- Thallic nitrate, $\text{Tl}(\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, Laboratory reagent
- Zinc nitrate, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

๑. สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท E. Merck, Darmstadt, Germany

- Acetic acid, CH_3COOH
- Ammonium chloride, NH_4Cl
- Ammonium oxalate, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- Calcium chloride, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- Cobalt nitrate, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Copper nitrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, optipur
- Ethanol 99.8 %, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$
- Gelatin powder, optipur
- Hydrochloric acid, HCl
- Iron nitrate, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- Lead nitrate, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
- Mercury nitrate, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, optipur
- Potassium chloride, KCl

- Potassium iodide, KI
- Sodium acetate anhydrous, CH_3COONa
- Sodium chloride, NaCl
- Sodium fluoride, NaF
- Sodium hydroxide, NaOH
- Sulfuric acid, H_2SO_4
- Toluene, C_7H_8

ค. สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท Fluka, Switzerland

- Cerium nitrate, $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Chloroacetic acid, ClCH_2COOH , purum
- Sodium sulphate, Na_2SO_4 , purum

จ. สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท J.T. Baker Chemical Co.,
Phillipsburg, N.J., U.S.A.

- Ammonium hydroxide 29.5 %, NH_4OH
- Chromium nitrate, $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- Sodium acetate, CH_3COONa
- Triethanolamine, $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$

ข. สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท May & Baker Ltd., Dagenham, England

- Barium chloride, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- Chloroacetic acid, ClCH_2COOH , Laboratory Chemicals

- Lithium chloride anhydrous, LiCl_2 , Laboratory Chemicals

- Methylene blue, Laboratory Chemicals

ฉ. สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท Riedel-De Haenag, Seelze-Hannover, Germany

- L(+)-Ascorbic acid, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$, RG

- Aluminium nitrate, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

- Ammonium iodide, NH_4I

- Magnesium nitrate, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

- Manganese chloride, $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

- Potassium dichromate, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

- Strontium nitrate, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$

ค. สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัทอื่น ๆ

- Citric acid, $\text{C}_3\text{H}_4(\text{OH})(\text{COCH}_3) \cdot \text{H}_2\text{O}$

- Potassium nitrate, KNO_3

- Silver nitrate, AgNO_3

- Sodium carbonate anhydrous, Na_2CO_3

ด. สารละลายมาตรฐาน

- Titrisol standard for preparation of element standard solution, A.G. (E. Merck, Darmstadt, Germany)

Antimony standard solution $1.000 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g Sb}$
 (SbCl_3 in dilute HCl)

Molybdenum standard solution $1.000 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g Mo}$
 ($(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ in ammonium vanadate)

Tin standard solution $1.000 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g Sn}$
 (SnCl_4 in dilute HCl)

- Tungsten standard solution (Riedel-De Haenag, Seelze-Hannover, Germany)

0.1000 g W ($0.160 \text{ g Na}_2\text{WO}_4 + 0.05 \text{ g NaOH}$)

- Silicon standard solution for AAS (BDH Chemical Ltd., Poole, England)

$1 \text{ ml} = 1.00 \text{ mg Si} = 35.6 \text{ mmole/l}$ (contain 0.02% pentachlorophenol as a mould in hibitor)

3.3.3 การเตรียมสารละลาย

1) สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid)

1 N เตรียมโดยตวงกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 83 cm^3 และทำให้มีปริมาตรเป็น 1 dm^3 ด้วยน้ำกลั่น

2) สารละลายคลอโรอะซิเตทบัฟเฟอร์ (Chloroacetate buffer)

$\text{pH } 2.8$ เตรียมโดยชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)

20.0 g และกรดคลอโรอะซิติก (Chloroacetic acid) 94.5 g ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 cm^3 และ 500 cm^3 ตามลำดับ เติมสารละลาย

โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นลงในสารละลายกรดคลอโรอาซิกที่เย็น ระวังอย่าให้เกิดความร้อนระหว่างการผสมสารละลายทั้งสอง ทั้งนี้เพราะความร้อนอาจทำให้โครงสร้างของกรดคลอโรอาซิกเปลี่ยนแปลงได้ เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 1 dm³ ในขวดปริมาตร

3) สารละลายเจลาติน (Gelatin) 1 % w/v เตรียมโดยชั่งเจลาติน 1.0 g ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 cm³ นำไปอุ่นบน Hot plate จนเจลาตินละลายหมด ปล่อยให้เย็น เตรียมทุกวันที่ใช้

4) สารละลายกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid) 5 % w/v เตรียมโดยชั่งกรดแอสคอร์บิก 5.0 g ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 cm³ เก็บไว้ได้ 2-3 วัน

5) สารละลายกรดทาร์ทาริก (Tartaric acid) 5 % w/v เตรียมโดยชั่งกรดทาร์ทาริก 5.0 g ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 cm³

6) สารละลายกาเลอิน (Gallein) 0.05 % w/v เตรียมโดยชั่งกาเลอิน 0.050 g ละลายในเอทานอล (Ethanol) ปริมาตร 50 cm³ นำไปตั้งบน Hot plate จนสารละลายอุ่น เติมน้ำกลั่น 50 cm³ ปล่อยให้เย็น นำมากรองสารละลายกาเลอินที่กรองได้เก็บไว้ในตู้เย็น

7) สารละลายคีนิกมาทรูาน (Sn(IV)) 100.0 µg/cm³ เตรียมโดยชั่งสารละลายคีนิกมาทรูาน 1000 µg/cm³ 1 cm³ เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 N ให้มีปริมาตร 100 cm³ ในขวดปริมาตร

8) สารละลายบัฟเฟอร์ pH 1.0, 1.5 และ 2.0 เตรียมโดยชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 4.0 g เติมน้ำกลั่น 50 cm³ ปรับ pH 1.0, 1.5

และ 2.0 ค่ายกรกซัลฟริก (Sulfuric acid) 9 N แล้วเติมน้ำกลั่นให้มี ปริมาตร 100 cm^3 ในขวดปริมาตร

9) สารละลายบัฟเฟอร์ pH 2.5, 3.0 และ 3.5 เตรียม โดยชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.9145, 6.0540 และ 19.1448 g ซึ่งกรก คลอโรอาซิติก 14.1058, 23.9788 และ 55.2003 g ทำการผสมสาร ละลายทั้งสอง เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 100 cm^3 ในขวดปริมาตร

10) สารละลายบัฟเฟอร์ pH 4.0 และ 5.0 เตรียมโดยชั่ง โซเดียมอะซิเตท (Sodium acetate) 1.5630 และ 15.630 g ละลาย ในกรกอาซิติก (Acetic acid) 1 N ปริมาตร 100 cm^3

11) สารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.0 เตรียมโดยปิเปต tri-ethanolamine : เข้มข้น 13.4 cm^3 เติมน้ำกลั่น 50 cm^3 ปรับ pH 7.0 ค่ายกรกไฮโดรคลอริก แล้วเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 1 dm^3 ในขวด ปริมาตร

12) สารละลายบัฟเฟอร์ pH 8.0, 9.0 และ 10.0 เตรียม โดยชั่งแอมโมเนียมคลอไรด์ (Ammonium chloride) 9.2929, 0.9293 และ 0.0929 g ละลายในสารละลายแอมโมเนีย (Ammonia) 1 N ปริมาตร 100 cm^3

13) สารละลายแอมโมเนียมไอโอด์ (Ammonium Iodide, NH_4I) 20 % w/v เตรียมโดยชั่งแอมโมเนียมไอโอด์ 2.0 กรัม ใส่ ในหลอดแก้วทึบไฟขนาด $22 \times 17.5\text{ mm}$ ปีกถ้วยจุดที่ต่อถ้วยหอยาว $8 \times 50\text{ mm}$ fuse จนแอมโมเนียมไอโอด์หมด ปล่อยให้แห้ง เติมสารละลาย กรกไฮโดรคลอริก 1 N 10 cm^3 โดยล้างแอมโมเนียมที่ติดข้างหลอดให้หมด เติมน้ำสารละลายให้เข้ากัน

14) สารละลายกรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid) 9 N เตรียม
โดยทวงสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 250 cm³ ละลายในน้ำกลั่น ปริมาตร
750 cm³

15) สารละลายมาตรฐานอื่น ๆ 10.0 mg/cm³ เตรียมโดยชั่ง
สารเคมีที่ต้องการเตรียม ทำปริมาตร 100 cm³ ในขวดปริมาตรเพื่อใช้เป็น
stock solution สำหรับเตรียมสารละลายความเข้มข้นต่าง ๆ ทั้งราย
ละเอียดและการเตรียมทั้งแสดงในการางที่ 11

ตารางที่ 11 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน ของอิออนชนิดต่าง ๆ 10.0
mg/cm³ ปริมาตร 100 cm³

สารละลายมาตรฐาน	สารที่ใช้เตรียม		ปริมาณที่ใช้ (g)
	สูตรเคมี	น.น.โมเลกุล	
Ag(I)	AgNO ₃	169.87	1.5748
Al(III)	Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	375.13	13.9803
As(V)	As ₂ O ₅	229.84	3.0677
Bi(III)	Bi(NO ₃) ₃ ·5H ₂ O	485.07	2.3211
Ba(II)	BaCl ₂ ·2H ₂ O	224.31	1.7789
Ca(II)	CaCl ₂ ·2H ₂ O	147.02	3.6682
Cd(II)	Cd(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O	308.47	2.7444
Ce(III)	Ce(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O	434.23	3.0990
Co(II)	Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	291.04	4.9385
Cr(III)	Cr(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	400.15	7.6958
Cr(V)	K ₂ Cr ₂ O ₇	294.21	5.6583
Cu(II)	Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O	241.60	3.8023
Fe(III)	Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	404.00	7.2340
Hg(II)	Hg(NO ₃) ₂ ·H ₂ O	342.62	1.7081
K(I)	KCl	74.56	1.9068
Li(I)	LiCl ₂	77.94	11.2322
Mg(II)	Mg(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	256.40	10.5462
Mn(II)	MnCl ₂ ·4H ₂ O	197.90	3.6022

ตารางที่ 11 (ต่อ)

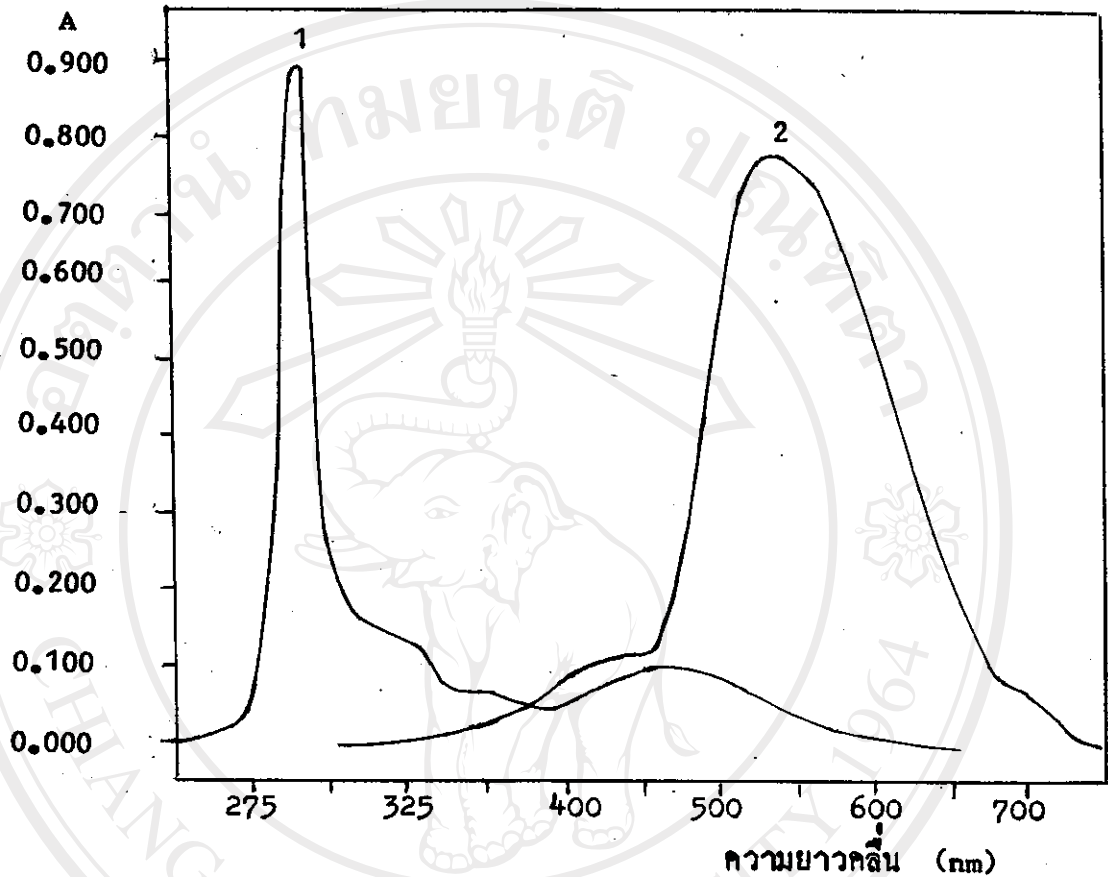
สารละลาย มาตรฐาน	สารที่ใช้เตรียม		ปริมาณที่ใช้ (g)
	สูตรเคมี	น.น.โมเลกุล	
Ni(II)	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	290.81	4.9533
Na(I)	NaCl	58.44	2.5659
Pb(II)	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	331.21	3.1129
Sr(II)	$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	211.65	2.4155
Tl(III)	$\text{Tl}(\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	441.43	2.1600
Zn(II)	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	297.47	4.5506
CO_3^{2-}	Na_2CO_3	105.99	1.7662
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	142.11	1.6145
F^-	NaF	41.99	2.2102
I^-	KI	166.01	1.3082
NO_3^-	KNO_3	101.11	1.6307
PO_4^{3-}	Na_2HPO_4	141.96	1.4948
SO_4^{2-}	Na_2SO_4	142.04	1.4786
Citrate ²⁻	$\text{C}_3\text{H}_4\text{OH}(\text{COCH}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	210.15	1.0097

3.4 วิธีการทดลอง ผลการทดลอง และวิจารณ์

3.4.1 การศึกษาความยาวคลื่นที่เหมาะสม

สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสี ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างโลหะไอออน (metal ion) ใด ๆ กับลิแกนด์ (ligand) ที่จำเพาะสำหรับโลหะไอออนนั้นย่อมสามารถดูดกลืนแสงได้ในช่วงความยาวคลื่นช่วงหนึ่งในช่วงวิสิเบิล (visible region) ดังนั้น ในกรณีของคีนุก (IV) ไอออนกับกาเลอินซึ่งเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ที่มีสีชมพู⁽⁴⁶⁾ ย่อมสามารถดูดกลืนแสงได้ในช่วงความยาวคลื่นหนึ่ง ทำการทดลองเพื่อหาความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนมากที่สุด ($\lambda_{\max}$) ของสารประกอบเชิงซ้อนนี้ เพื่อให้ได้ sensitivity สูงสุดของการทดลอง

การหาค่า $\lambda_{\max}$ ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดยเตรียมสารละลายคีนุก (IV) ไอออนเข้มข้น $50.0 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยปิเปตสารละลายคีนุกมาตรฐาน $100.0 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ จำนวน 0.50 cm^3 ลงในขวดปริมาตรขนาด 25 cm^3 เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (1 N) ให้มีปริมาตรรวมกับสารละลายคีนุกมาตรฐาน 1 cm^3 ตามด้วยสารละลายเจดลาติน (1 %) 1 cm^3 ปรับ pH ของสารละลายให้ได้ 2.5-3.0 โดยใช้สารละลายคลอโรอาซิเทมพ์เฟอร์ 10 cm^3 เติมสารละลายกรดแอสคอบิก (5 %) 1 cm^3 สารละลายกรดทาร์ทาริก (5 %) 0.5 cm^3 และสารละลายกาเลอิน (0.05 %) 0.5 cm^3 แล้วเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรครบ 25 cm^3 เขย่าสารละลายให้เข้ากัน ตั้งไว้ 1 ชั่วโมง นำไปวัดสเปกตรัมด้วยเครื่อง SP 8000 spectrophotometer เปรียบกับ reagent blank และ reagent blank เปรียบกับน้ำกลั่น ใช้ cell ซึ่งมี path length 1 cm ได้สเปกตรัมที่แสดงไว้ในรูปที่ 3



รูปที่ 3 สเปกตรัมของ (1) สารละลาย reagent blank
(2) สารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright © by Chiang Mai University

All rights reserved

จากรูปที่ 3 จะเห็นว่าสารละลาย reagent blank เมื่อเทียบกับน้ำกลั่นดูดกลืนแสงมากที่สุดที่ความยาวคลื่น 287 nm และสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein เมื่อเทียบกับ reagent blank ดูดกลืนแสงมากที่สุดที่ความยาวคลื่น 520 nm ซึ่งตรงกับการทดลองของ Jones⁽³⁷⁾ และ Srinivasan and Nott⁽²⁷⁾ ดังนั้น ในการศึกษาสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ความยาวคลื่นที่เหมาะสมที่จะใช้เป็นหลักในการทดลองจะใช้ความยาวคลื่น 520 nm เพื่อให้ได้ sensitivity สูงสุด

3.4.2 การศึกษาลของ pH

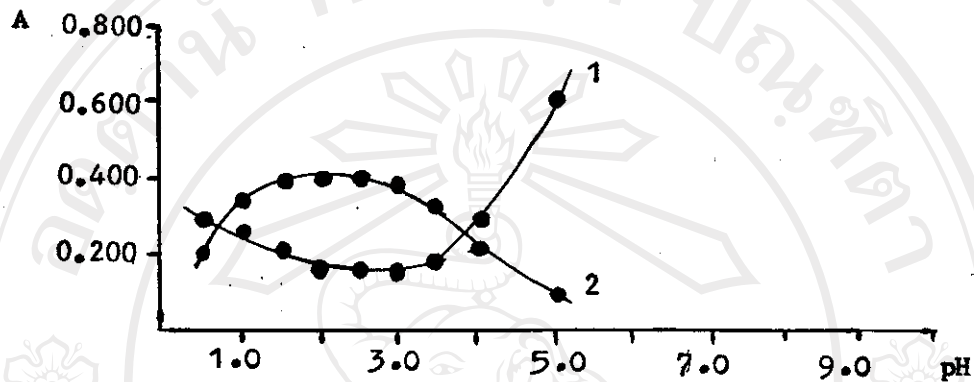
ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างโลหะอิลอนกับลิแกนด์มักจะเกิดได้ทั้งในสภาวะใดสภาวะหนึ่ง ซึ่งขึ้นกับปัจจัยหลายประการ แต่มีประการที่สำคัญอันหนึ่งคือ ความเป็นกรดเบสของสารละลาย ทั้งนี้เนื่องจากสภาพความเป็นกรดเบสของสารละลายจะมีผลต่อการแตกตัวของลิแกนด์ซึ่งเป็นกรดอ่อนสามารถแตกตัวได้หลายแบบใน pH ต่าง ๆ กัน ดังนั้นจึงจำเป็นต้องทดลองเพื่อหาช่วง pH ที่เหมาะสมในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน⁽⁴⁷⁾

การศึกษาลของ pH ที่มีต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดยเตรียมสารละลายคูป (IV) อิลอนเข้มข้น 50.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว โดยเติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 5.0, 7.0, 8.0, 9.0 และ 10.0 จำนวน 10 cm^3 ใช้หลอด 2 cm (ปกติใช้หลอด 1 cm) วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 520 nm ด้วยเครื่อง SP 6 spectrophotometer เทียบกับ reagent blank และ reagent blank เทียบกับน้ำกลั่น ทำการทดลองซ้ำอีกครั้งหนึ่ง ได้ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 12 รูปที่ 4

ตารางที่ 12 ความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

pH	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	5.0	7.0	8.0	9.0	10.0
$A \times 10^2$ (reagent blank)	30.2	26.6	21.4	15.6	15.2	14.8	16.0	25.2	64.6	149.4	166.3	163.3	154.6
$A \times 10^2$ (SN(IV) 50.0 $\mu\text{g}/$ 25 cm^3)	19.6	35.0	38.6	39.6	39.8	39.2	31.4	22.5	10.3	-	-	-	-

- * ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง
- วัดค่าการดูดกลืนแสง สารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ไม่ได้นื่องจากการปรับ reagent blank



รูปที่ 4 กราฟผลของ pH ที่มีต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein
 (1) สารละลาย reagent blank
 (2) สารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

จากตารางที่ 12 และรูปที่ 4 แสดงให้เห็นว่าช่วง pH 1.5-3.0 เป็นช่วง pH ที่เหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein กล่าวคือ ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดเมื่อเทียบกับ reagent blank แต่ช่วง pH ที่ reagent blank มีค่าต่ำสุดเมื่อเทียบกับ น้ำกลั่นอยู่ในช่วง pH 2.5-3.5 ดังนั้น ช่วง pH ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein สูงสุด และ reagent blank ต่ำสุด อยู่ในช่วง pH 2.5-3.0 ในการทดลองนี้จึงควบคุม pH ของสารละลายด้วยสารละลายคลอโรอาซิเทคเพอร์ pH 2.8

จำนวน 10 cm^3 เพื่อให้ได้ sensitivity สูงสุด และปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์

3.4.3 การศึกษาเสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อน

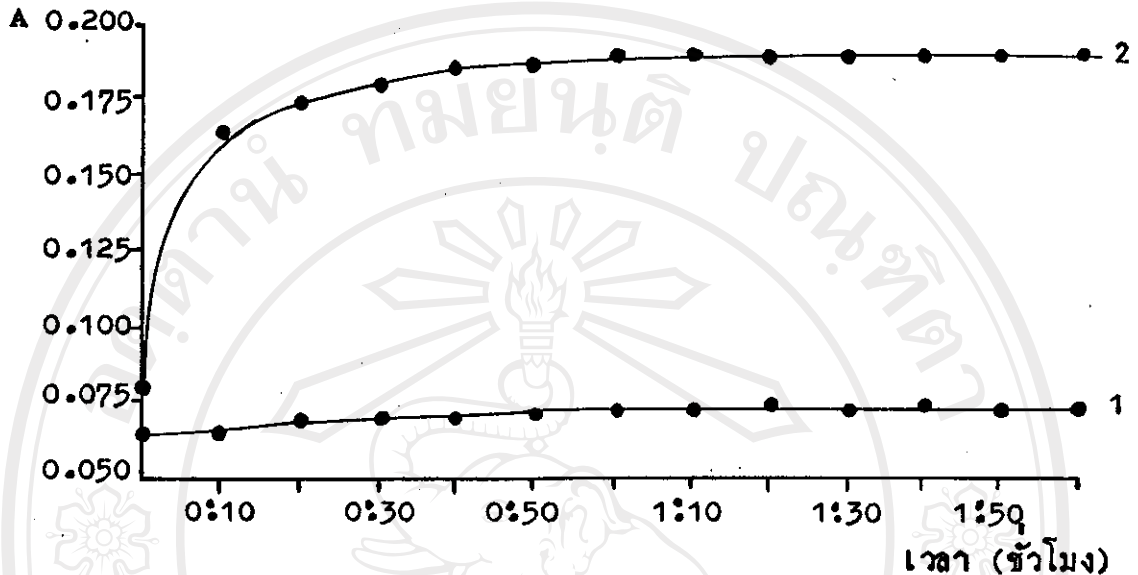
การเกิดปฏิกิริยาระหว่างโลหะอิกอนและลิแกนด์เกิดเร็วช้าไม่เท่ากัน บางปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ในทันทีทันใด บางปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างช้า ๆ ต้องใช้ระยะเวลาหนึ่งจึงจะเกิดสมบูรณ์บางปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์แล้วเมื่อทิ้งไว้ระยะหนึ่งเสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นจะค่อย ๆ ลดลงตามเวลาที่ผ่านไป ดังนั้นจึงจำเป็นต้องทดลองหาช่วงเวลาที่เกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่สมบูรณ์ และช่วงเวลาที่ยังสารประกอบเชิงซ้อนมีเสถียรภาพคงที่

การศึกษาเสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gal-1e1n ทำได้โดยเตรียมสารละลายคูปก (IV) อิกอนเข้มข้น $5000 \mu\text{g}/250 \text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว โดยทำการวัดพื้นที่และที่เวลาต่าง ๆ ผลการทดลองก็แสดงไว้ในตารางที่ 13 และรูปที่ 5

ตารางที่ 13 ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบ Sn(IV)-Gallein ที่เวลาต่าง ๆ

เวลา (ชั่วโมง)	0:00	0:10	0:20	0:30	0:40	0:50	1:00	1:10	1:20	1:30	1:40	1:50	2:00	3:00	4:00	5:00	6:00
$A \times 10^2$ (reagent blank)	6.4	6.4	7.2	7.0	6.8	7.0	7.1	7.1	7.5	7.3	7.5	7.3	7.5	7.6	7.3	7.2	7.3
$A \times 10^2$ (Sn(IV) 5000 µg/250 cm ³)	7.8	16.5	17.3	17.8	18.5	18.5	18.9	19.1	19.0	19.0	19.0	19.1	19.0	19.1	19.5	19.5	20.0

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 5 กราฟค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ที่เวลาต่าง ๆ

(1) สารละลาย reagent blank

(2) สารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

จากตารางที่ 13 และรูปที่ 5 แสดงว่าปฏิกิริยาระหว่างตะกั่ว(IV)

ไอออนกับกาเลอีนจะมีเสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

ค่อนข้างคงที่ โดยมีการเปลี่ยนแปลงน้อยมากหรือไม่เปลี่ยนแปลงเลย เมื่อ

เวลายาวไป 1 ชั่วโมงหลังจากเขย่าสารละลายให้เข้ากัน โดยมีเสถียรภาพ

นานถึง 3 ชั่วโมง แต่เมื่อทิ้งไว้ 4 ชั่วโมงหลังจากเขย่าสารละลายให้เข้า

กัน ค่าการดูดกลืนแสงจะสูงขึ้นเล็กน้อย ทั้งนี้อาจเนื่องจากค่าการดูดกลืน

แสงยังคงดำเนินไปสู่จุดสมดุล ของปฏิกิริยาแต่อย่างช้า ๆ เมื่อเวลามาก ๆ

ปฏิกิริยาไปสู่สมดุล มากขึ้นทำให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงขึ้น การวิเคราะห์เชิง

ปริมาณวิเคราะห์ โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตริกนี้ ควรรอนจนถึงสภาวะที่สาร

ประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein คุกกิ้นแสงมากที่สุด แต่เนื่องจาก
ระยะเวลาเกินไปที่จะรอจนเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์จึงใช้ช่วงเวลาที่ค่าการ
คุกกิ้นแสงค่อนข้างคงที่แทน ดังนั้นช่วงเวลาที่เหมาะสมในการทดลองนี้จะ
ทิ้งสารละลายหลังจากเขย่าให้เข้ากันแล้วไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึง
ทำการวัดค่าการคุกกิ้นแสง

3.4.4 การศึกษาผลของสารละลายเจลาติน

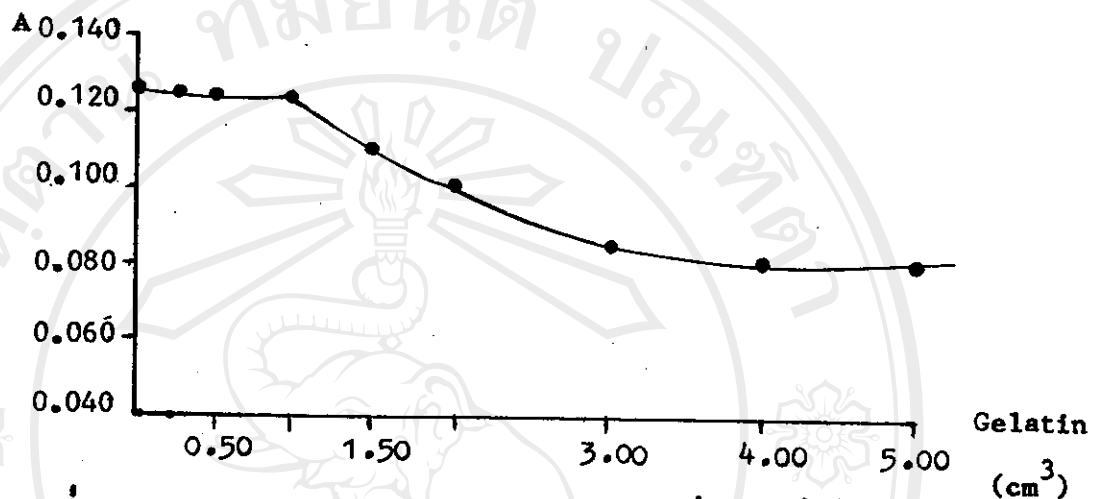
ปฏิกิริยาระหว่างโลหะไอออนเช่น คีบูก (IV) ไอออนกับลิแกนด์
เช่น กาเลอิน เกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่มีลักษณะเป็น suspension ใน
สารละลาย aqueous⁽⁴⁵⁾ สมบูรณ์แล้ว ยังต้องการเพิ่มสารบางตัวเพื่อ
ช่วยให้เสถียรภาพของ suspension ของสารประกอบเชิงซ้อนนั้นดียิ่งขึ้น
โดยการเพิ่มจะต้องมีปริมาณที่พอเหมาะที่จะไม่มีผลกระทบกระเทือนต่อเสถียร
ภาพของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ที่จะมีผลให้ค่าการคุกกิ้น
แสงเปลี่ยนแปลงไป ดังนั้นการหาปริมาณของสารที่ช่วยรักษาเสถียรภาพที่
เหมาะสมจะทำให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง สารที่ช่วยในการรักษาเสถียร
ภาพที่ใช้ในการทดลองนี้คือ สารละลายเจลาติน (1 %)

การศึกษายผลของปริมาณสารละลายเจลาตินที่มีต่อเสถียรภาพ
ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดยเตรียมสารละลาย
คีบูก (IV) ไอออนเข้มข้น $30.0 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่
เหมาะสมดังกล่าว โดยเพิ่มสารละลายเจลาติน (1 %) จำนวน 0.00,
0.25, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 3.00, 4.00 และ 5.00 cm^3 ได้
ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 14 และรูปที่ 6

ตารางที่ 14 การศึกษาของสารละลายเจลาตินทดสอบด้วยภาพของสารประกอบ Sn(IV)-Gallein

Gelatin (cm ³)	0.00	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00	3.00	4.00	5.00
A* x 10 ² (Sn(IV) 30.0 µg/25 cm ³)	12.6	12.5	12.4	12.4	11.0	10.0	8.6	8.2	8.2

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 6 กราฟผลของสารละลายเจลาตินปริมาณต่าง ๆ ต่อค่าการดูดกลืนของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

จากตารางที่ 14 และรูปที่ 6 พบว่าเมื่อเพิ่มสารละลายเจลาติน (1 %) ลงไปค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ลดลง แต่เมื่อเพิ่มลงไปอีกจะคงที่จาก 0.50-1.00 cm³ และเมื่อเพิ่มลงไปจนมีปริมาตรมากกว่า 1.00 cm³ ค่าการดูดกลืนแสงจะลดลงอีก แสดงว่าการเพิ่มสารละลายเจลาตินปริมาณมากเกินไปอาจมีผลทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างคีนุก (IV) อีออนกับกาเลอีนซัลฟ คือ ที่เวลา 1 ชั่วโมง ไม่เพียงพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ หรือค่อนข้างคงที่ระหว่างคีนุก (IV) อีออนกับกาเลอีน มีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ลดลง ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกเพิ่มปริมาณสารละลายเจลาติน (1 %) ปริมาณ 1.00 cm³

3.4.5 การศึกษาผลของ masking agent ต่อคีนุก (IV) อีออน

เนื่องจากกาเลอีนซึ่งใช้ทำปฏิกิริยากับคีนุก (IV) อีออนก่อให้เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein อาจทำปฏิกิริยากับโลหะอีออนตัว

อื่น ๆ ที่ปะปนอยู่ในตัวอย่างที่วิเคราะห์ เป็นเหตุผลให้การวิเคราะห์ผิดพลาดจากความเป็นจริง จึงจำเป็นต้องกำจัดรบกวนของโลหะอื่น ๆ โดยการเติม masking agent ที่เหมาะสมจำนวนหนึ่งลงไปเพื่อป้องกันโลหะอื่นเหล่านั้นที่รบกวนก่อนที่จะเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein masking agent ที่เติมลงไปนี้จะต้องมีปริมาณพอเหมาะ ถ้ามีปริมาณมากเกินไปหรือจะน้อยไปอาจจะมีผลกระทบต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ได้ โดยจะมีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเปลี่ยนแปลงไป masking agent ที่ใช้ในการทดลองนี้คือ สารละลายกรดแอสคอบิก (5 %) และสารละลายกรดทาร์ทาริก (5 %)

ก) ผลของสารละลายกรดแอสคอบิก สารละลายกรดแอสคอบิก (20, 35, 42) เป็น (masking agent) ที่รู้จักกันดี และนิยมใช้กันมากโดยเป็นตัวรีดิวซ์ที่ดี (reducing agent) สามารถกำจัดรบกวนจากโลหะอื่นของโลหะเหล่านี้เช่น Fe, Ce, Cr, Hg, Se, Te, Ti และ V รวมทั้งกำจัดรบกวนจาก I_2 โมเลกุลโดยการลดค่าออกซิเดชันนับเบอร์ของสาร จึงจำเป็นต้องทดลองหาปริมาณสารละลายกรดแอสคอบิกที่เหมาะสมที่เติมลงไปโดยไม่กระทบต่อปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

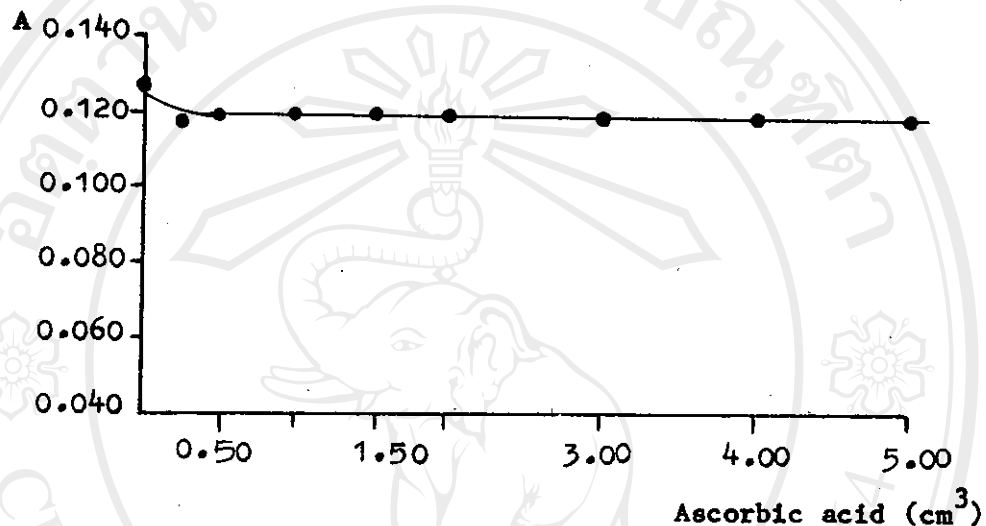
การศึกษาค้นคว้าของปริมาณสารละลายกรดแอสคอบิกที่มีต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดยเตรียมสารละลายที่บอก (IV) อีออนเข้มข้น $30.0 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสม ดังกล่าวโดยเติมสารละลายกรดแอสคอบิก (5 %) จำนวน 0.00, 0.25, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 3.00, 4.00 และ 5.00 cm^3 ใ้ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 15 และรูปที่ 7

ตารางที่ 15 การศึกษาผลของสารละลาย masking agent กรดแอสคอร์บิก (5 %) ต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน

Sn(IV)-Gallein

Ascorbic acid (cm ³)	0.00	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00	3.00	4.00	5.00
$\Lambda^* \times 10^2$ (Sn(IV) 30.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$)	12.9	11.8	12.0	12.0	11.9	12.0	11.9	11.9	11.9

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 7 กราฟผลของสารละลาย masking agent กรดแอสคอร์บิก (5 %) ปริมาณต่าง ๆ ต่อค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

จากตารางที่ 15 และรูปที่ 7 พบว่าเมื่อเพิ่มสารละลาย

masking agent กรดแอสคอร์บิก (5 %) ลงไปค่าการดูดกลืนแสงจะลดลง แต่เมื่อเพิ่มลงไปอีกค่าการดูดกลืนแสงจะคงที่ จาก 0.50-5.00 cm³ ทั้งนี้อาจเนื่องจากว่า masking agent ที่ใช้ไปขจัดไอออนที่รบกวนที่ปะปนอยู่ในสารละลายคลอโรอาซิเตทบัฟเฟอร์ที่ใช้ ซึ่งเตรียมจากสารเคมีที่ไม่ใช่ AR grade หรืออาจทำให้คิวบิก (IV) ไอออนเปลี่ยนไปเป็นคิวบิก (II) ไอออนจนถึงจุดสมดุลที่ความเข้มข้นหนึ่ง ดังนั้นในการทดลองจึงเลือกเพิ่มปริมาณสารละลาย masking agent กรดแอสคอร์บิก (5%) ปริมาณ 1.00 cm³

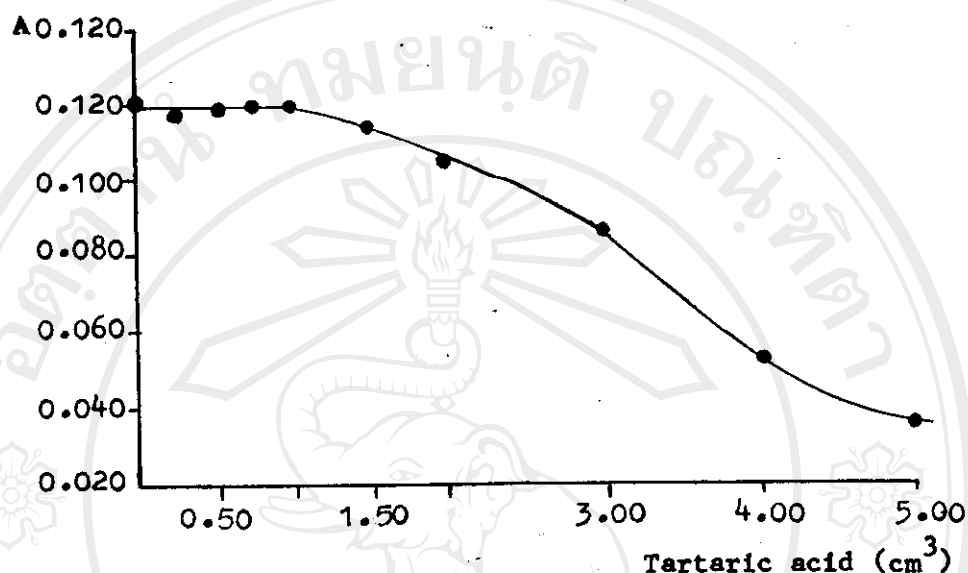
ข. ผลของสารละลายกรดทาร์ทาริก สารละลายกรดทาร์ทาริก (20, 35) เป็น masking agent ที่สามารถ mask โลหะอื่นต่าง ๆ ได้มากมาย เช่น W(IV) , Ta(V) , Ti(IV) , Sb(V) ฯลฯ ซึ่งเป็นโลหะอื่นที่พบได้ในตัวอย่างที่เราวิเคราะห์ จึงจำเป็นต้องทำการทดลองหาปริมาณสารละลายกรดทาร์ทาริกที่เหมาะสมที่จะเติมลงไป โดยไม่มีผลกระทบต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

การศึกษาค้นคว้าของปริมาณสารละลายกรดทาร์ทาริกที่มีต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดยเตรียมสารละลายกัลเลอิก (IV) อีออนเข้มข้น $30.0 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสม ดังกล่าว โดยเติมสารละลายกรดทาร์ทาริก (5 %) จำนวน 0.00, 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.50, 2.00, 3.00, 4.00 และ 5.00 cm^3 ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 16 และรูปที่ 8

ตารางที่ 16 การศึกษาผลของสารละลาย masking agent กรดทาร์ทาริก (5 %) ต่อการเกิดสารประกอบ
เชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

Tartaric acid (cm ³)	0.00	0.25	0.50	0.75	1.00	1.50	2.00	3.00	4.00	5.00
$A \times 10^2$ (Sn(IV) 30.0 µg/25 cm ³)	12.1	11.8	12.0	12.0	12.0	11.5	10.8	8.8	5.2	3.5

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 8 กราฟผลของสารละลาย masking agent กรดทาร์ทาริก (5 %) ปริมาณต่าง ๆ ต่อค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

จากตารางที่ 16 และรูปที่ 8 พบว่าเมื่อเพิ่มสารละลาย masking agent กรดทาร์ทาริก (5 %) ลงไปปริมาณ 0.00-1.00 cm³ ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ค่อนข้างคงที่ แต่ถ้าวัดลงไปที่ปริมาณมากกว่า 2.00 cm³ ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein จะลดลง แสดงว่าการใส่สารละลาย masking agent กรดทาร์ทาริก (5 %) ปริมาณเกิน 1.00 cm³ อาจมีผลไปยังยังการเกิดปฏิกิริยาระหว่างคีมูกอออนและกาเลอีน มีผลทำให้การดูดกลืนแสงลดลง ดังนั้นในการทดลองจึงเลือกเพิ่มปริมาณสารละลาย masking agent กรดทาร์ทาริก (5 %) ปริมาณ 0.50 cm³

3.4.6 การศึกษานวลของสารละลายกาเลอิน

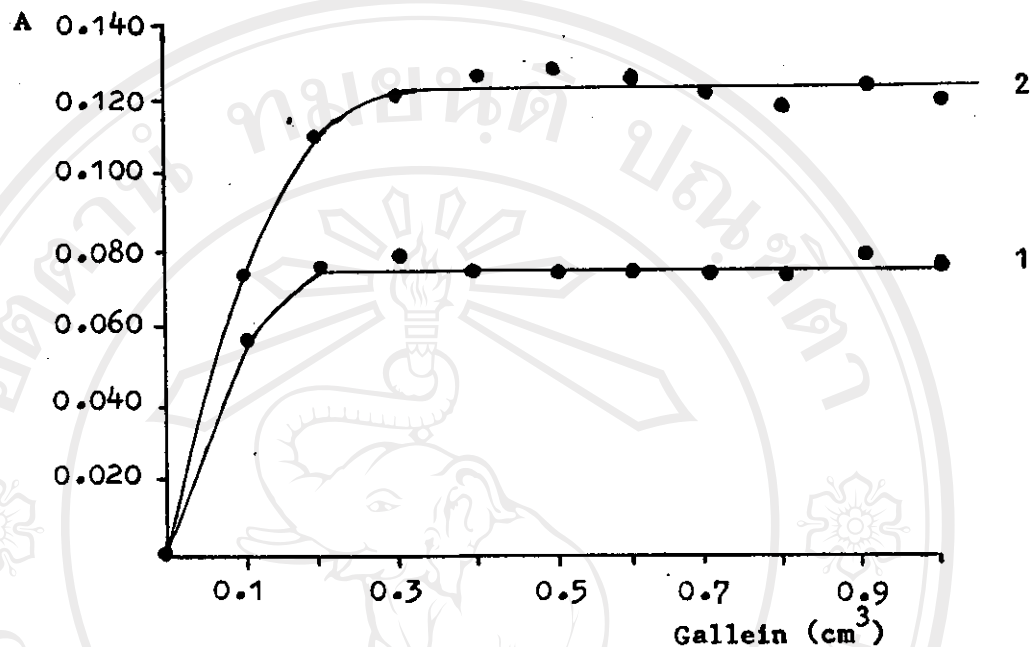
ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein จะขึ้นกับทั้งความเข้มข้นหรือปริมาณทิงกู (IV) อีออนและปริมาณกาเลอินที่เติมลงไปในการทำปฏิกิริยาเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ดังนั้น จึงต้องศึกษาความเข้มข้นหรือปริมาณที่เหมาะสมของสารละลายกาเลอินในการที่จะทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ได้ดีที่สุด

การศึกษานวลของปริมาณสารละลายกาเลอินที่มีต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดยเตรียมสารละลายทิงกู (IV) อีออนเข้มข้น 20.0, 30.0 $\mu\text{g}/25\text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสม ดังกล่าว โดยเติมสารละลายกาเลอิน (0.05 %) จำนวน 0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9 และ 1.0 cm^3 ใต้น้ำ การทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 17 และรูปที่ 9

ตารางที่ 17 การศึกษาของสารละลายกาเลอีน (0.05 %) ทดสอบการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

Gallein (cm ³)	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
$A \times 10^2$ (Sn(IV) 20.0 µg/25 cm ³)	0.0	5.9	7.8	7.8	7.5	7.5	7.4	7.5	7.3	8.0	7.8
$A \times 10^2$ (Sn(IV) 30.0 µg/25 cm ³)	0.0	7.5	11.4	12.1	12.6	12.9	12.5	12.2	11.9	12.3	12.0

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 9 กราฟผลของสารละลายกาเลอิน (0.05 %) ปริมาณต่าง ๆ ต่อค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein
 (1) ที่ปริมาตร (IV) อีออนเข้มข้น 20.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$
 (2) ที่ปริมาตร (IV) อีออนเข้มข้น 30.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$

จากตารางที่ 17 และรูปที่ 9 พบว่าเมื่อเติมสารละลายกาเลอิน (0.05 %) จากปริมาณ 0.0-0.1 ลงในสารละลายที่ปริมาตร (IV) อีออน 20.0 และ 30.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ตามลำดับ ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วแล้วอัตราการเพิ่มจะค่อยลดลงเมื่อปริมาณอยู่ระหว่าง 0.1-0.2 และ 0.2-0.3 cm^3 ตามลำดับ และจะมีค่าสูงสุดเมื่อมีปริมาณ 0.2 และ 0.3 cm^3 ตามลำดับ เมื่อเินค่านี้ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ค่อนข้างคงที่

จากผลการทดลองสารละลายคีนุกิออน 20.0 และ 30.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ นี้ ทำให้ทราบปริมาณสารละลายกาเลอิน (0.05 %) ที่จะใช้ในการทดลองเพื่อหาปริมาณคีนุกิออน (IV) อีออนสูงสุด 40.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ว่าควรมีปริมาณมากกว่า 0.4 cm^3 ดังนั้น ในการทดลองนี้จึงเลือกเติมปริมาณสารละลายกาเลอิน (0.05%) ปริมาณ 0.5 cm^3

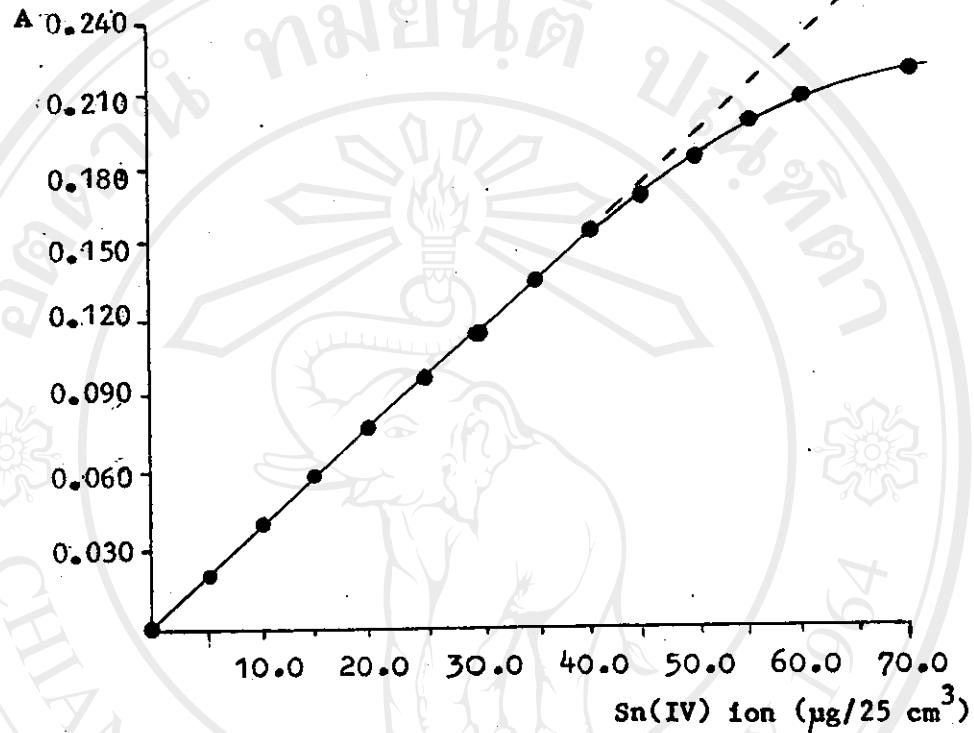
3.4.7 การศึกษาช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

กราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสาร เมื่อใช้ cell ที่มีความหนาคงที่จะเป็นไปตามกฎของเบียร์ (Beer's law) ได้กราฟมีช่วงเส้นตรง (linear range) ในช่วงความเข้มข้นต่ำ แต่เมื่อมีความเข้มข้นสูงขึ้นถึงความเข้มข้นหนึ่งจะมีการเบี่ยงเบนไปจากกฎของเบียร์ ทั้งนี้เนื่องจากข้อจำกัดของเครื่องมือ สมดุล ในปฏิกิริยาเคมี หรือดัชนีการหักเหของแสง⁽⁴⁸⁾ ดังนั้น จึงจำเป็นต้องศึกษาช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ที่จะให้ค่าการดูดกลืนแสงเป็นไปตามกฎของเบียร์ เพื่อประโยชน์ในการเลือกช่วงความเข้มข้นในการทำกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) เพื่อที่จะได้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง

การศึกษาช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน สารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดยเตรียมสารละลายคีนุกิออน (IV) อีออนเข้มข้น 0.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0, 40.0, 45.0, 50.0, 55.0, 60.0 และ 70.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 18 และรูปที่ 10

ตารางที่ 18 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณคิวก (IV) อีออนต่าง ๆ ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein เมื่อมี masking agent

Sn(IV) ion ($\mu\text{g}/25\text{ cm}^3$)	Absorbance		
	Exp.1	Exp.2	Average
5.0	0.020	0.022	0.021
10.0	0.040	0.040	0.040
15.0	0.060	0.060	0.060
20.0	0.082	0.078	0.080
25.0	0.102	0.100	0.101
30.0	0.118	0.120	0.119
35.0	0.140	0.140	0.140
40.0	0.158	0.158	0.158
45.0	0.175	0.170	0.172
50.0	0.185	0.190	0.188
55.0	0.200	0.200	0.200
60.0	0.210	0.210	0.210
70.0	0.220	0.220	0.220



รูปที่ 10 กราฟมาตรฐาน คีบูก (IV) อีออน ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein เมื่อมี masking agent

จากตารางที่ 18 และรูปที่ 10 พบว่าความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณคีบูก (IV) อีออนและค่าการดูดกลืนแสงจะมีช่วงที่เป็นเส้นตรง ระหว่าง 0.0-40.0 µg/25 cm³ หรือ 0.0-1.6 ppm คีบูกอีออนที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 40.0 µg/25 cm³ ขึ้นไปจะเริ่มเบี่ยงเบนไปจากกฎของเบียร์ ดังนั้น ในการทดลองจะเตรียมความเข้มข้นของสารละลายคีบูกอีออนอยู่ใน ช่วง 0.0-40.0 µg/25 cm³ เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณคีบูก

3.4.8 การศึกษาปริมาณต่ำสุดของวิธีการวิเคราะห์⁽⁴⁹⁾

เป็นการหาปริมาณต่ำสุด (detection limit) ของวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณต่ำสุดของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ที่ให้ความมั่นใจ 95 % ซึ่งจะเป็นปริมาณต่ำสุด (IV) อีออน เมื่อเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein แล้วให้ค่าการดูดกลืนแสงเป็น 2 เท่าของความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, S.D.) ของค่าการดูดกลืนแสงของ reagent blank จากผลการทดลองจำนวน 10 ครั้ง

การศึกษหาปริมาณต่ำสุดของวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณต่ำสุดของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดย

ก) การสร้างกราฟมาตรฐาน ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 18 และรูปที่ 10

ข) การหาค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน ของค่าความดูดกลืนแสงของ reagent blank ทำได้โดยเตรียมสารละลายที่ (IV) อีออนเข้มข้น $0.0 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ จำนวน 10 ครั้ง ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว ได้ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 19

ตารางที่ 19 ผลการวัดค่าการดูดกลืนแสงของ reagent blank ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

การทดลอง (ครั้งที่)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$A \times 10^2$ (reagent blank)	6.2	6.0	6.0	6.2	6.2	6.2	6.2	6.0	6.0	6.0

$$\bar{x} = 6.1 \times 10^{-2}$$

$$S.D. = 1.05 \times 10^{-3}$$

การหาปริมาณต่ำสุดของวิธีการวิเคราะห์หาได้ดังนี้คือ จากรูปที่ 10

$$\begin{aligned} \text{ความชัน (slope) ของเส้นกราฟ} &= \frac{\text{Absorbance}}{\text{Concentration}} \\ &= \frac{0.159 - 0.000}{40.0 - 0.0} \\ &= \frac{0.159}{\frac{40.0}{118.70} \times 10^{-6} \times 40} \\ &= 1.18 \times 10^4 \text{ dm}^3/\text{mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จากความชัน (} b = 1 \text{ cm}^3 \text{)} &= \text{molar absorptivity } (\epsilon) \\ &= 1.18 \times 10^4 \text{ dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จากกฎของเบียร์} &A = \epsilon bc \\ \text{เมื่อ} &A = \text{ค่าการดูดกลืนแสง} \\ &\quad (\text{absorbance}) \end{aligned}$$

$$\epsilon = \text{molar absorptivity}$$

$$b = \text{ความหนาของเซลล์ (cm)}$$

$$c = \text{ความเข้มข้นของสารละลาย} \\ (\text{mol} / \text{dm}^3)$$

$$\text{จากนิยาม} \quad \epsilon = \frac{A}{bc}$$

$$c = \frac{A}{\epsilon b}$$

$$= \frac{2 \times 1.05 \times 10^{-3}}{1.18 \times 10^4 \times 1}$$

$$= 1.78 \times 10^{-7} \text{ mol} / \text{dm}^3$$

$$c = 1.78 \times 10^{-7} \times 118.70 \times 10^3$$

$$= 2.1 \times 10^{-2} \text{ ppm}$$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright by Chiang Mai University

All rights reserved

ดังนั้น ปริมาณต่ำสุดของวิธีการนี้เป็น 2.1×10^{-2} ppm และค่า molar absorptivity ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein เป็น $1.18 \times 10^4 \text{ dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ณ ความยาวคลื่น 520 nm

3.4.9 การศึกษาความแม่นยำและค่าร้อยละการกลับคืนของวิธีวิเคราะห์

(50)

ความแม่นยำ (precision or reproducibility) มีความจำเป็นที่ใช้ในการนำเสนอข้อมูลในการหาปริมาณวิเคราะห์โดยวิธีใด ๆ ซึ่งจะทำให้ข้อมูลที่ได้อาจจากการวิเคราะห์น่าเชื่อถือยิ่งขึ้น โดยสามารถแสดงว่าวิธีการทดลองที่ให้ความแม่นยำสูงคือ ในการทดลองซ้ำกันหลาย ๆ ครั้ง จะให้ผลที่ใกล้เคียงกันมาก แสดงว่าวิธีการทดลองนั้นให้ผลแม่นยำไม่คลาดเคลื่อน

ส่วนค่าร้อยละการกลับคืน (% recovery) ของวิธีวิเคราะห์ เป็นวิธีที่แสดงความถูกต้องของการวิเคราะห์ ว่าวิธีวิเคราะห์จะให้ผลการวิเคราะห์ถูกต้องเพียงไร โดยเทียบผลการวิเคราะห์ที่ได้กับปริมาณสารที่มีอยู่จริง โดยคิดเป็นค่าร้อยละ

$$\text{การร้อยละการกลับคืน} = \frac{\text{ปริมาณสารที่หาได้}}{\text{ปริมาณสารที่มีอยู่จริง}} \times 100$$

การศึกษาความแม่นยำและค่าร้อยละการกลับคืนของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณที่บอกของการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดยเตรียมสารละลายที่บอก (IV) อีออนเข้มข้น $300 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ จำนวน 10 ครั้ง ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว คำนวณปริมาณที่บอกที่พบจากรูปที่ 10 และคำนวณค่าร้อยละการกลับคืน ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 20

ตารางที่ 20 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณทีนิก (IV) อีออน 30.0 $\mu\text{g}/25\text{ cm}^3$ ของสารประกอบ
เงินซอม Sn(IV)-Gallein

สารละลายที่	Absorbance ทีนิก (IV) อีออน 30.0 $\mu\text{g}/25\text{ cm}^3$	ปริมาณทีนิก (IV) อีออน ที่พบ	ร้อยละการกลับคืน ทีนิก (IV) อีออน
1	0.120	30.2	100.7
2	0.118	29.7	99.0
3	0.118	29.7	99.0
4	0.120	30.2	100.7
5	0.120	30.2	100.7
6	0.118	29.7	99.0
7	0.120	30.2	100.7
8	0.118	29.7	99.0
9	0.118	29.7	99.0
10	0.118	29.7	99.0
Average	0.119	29.9	99.7
S.D.	1.03×10^{-3}	0.26	0.88
% R.S.D.	0.86	0.87	0.88

จากตารางที่ 20 ได้ค่าเฉลี่ยปริมาณคีนุก (Average, $\bar{X}$) เท่ากับ $29.9 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S.D.) เท่ากับ 0.26 และเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน สัมพัทธ์ (% R.S.D.) เท่ากับ 0.87 จากการศึกษาความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์สามารถวิเคราะห์หาปริมาณคีนุกได้เท่ากับ $29.9 \pm 0.26 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ และได้ค่าเฉลี่ยร้อยละการกลับคืนเท่ากับ 99.7 ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 0.88 และเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน สัมพัทธ์เท่ากับ 0.88 จากการศึกษาการร้อยละการกลับคืนของวิธีวิเคราะห์หาค่าร้อยละการกลับคืน 99.7 ± 0.88 แสดงให้เห็นว่าวิธีการนี้ให้ผลการทดลองทั้งความแม่นยำและความถูกต้องสูง

3.4.10 การศึกษาผลของอิออนอื่นซึ่งอาจมีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์คีนุก

การวิเคราะห์อิออนบวกและอิออนลบที่มีผลต่อการ เกิดสารประกอบเชิงซ้อน จำเป็นที่จะต้องกระทำก่อนการวิเคราะห์อิออนที่สนใจ เพื่อให้ทราบอิทธิพลของอิออนอื่นที่มีผลต่อการวิเคราะห์อิออนที่สนใจมากน้อยเพียงใด โดยแสดงออกมาด้วยค่า relative error เพื่อเป็นแนวทางต่อไปในการหาวิธีแก้ปัญหาค้นหาจากอิออนอื่นที่มีผลต่อการวิเคราะห์เพื่อให้ได้ข้อมูลที่มีความถูกต้องในการวิเคราะห์หาปริมาณคีนุก โดยวิธีเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำมีอิออนต่าง ๆ ปะปนอยู่หลายชนิด (ตารางที่ 5 และ 6) โดยเฉพาะตัวอย่างดิน อิออนต่าง ๆ เหล่านี้อาจมีผลต่อปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein แต่จะมีผลกระทบอย่างไร มากหรือน้อยเท่าไรขึ้นอยู่กับธรรมชาติและปริมาณของ interfering ion นั้น ๆ ซึ่งส่งผลทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาดได้ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องศึกษานิสัยและปริมาณมากน้อยของ interfering ion ที่มีต่อปฏิกิริยาซึ่งส่งผลถึงผลการวิเคราะห์

การศึกษานวลของอิออนอื่นซึ่งอาจมีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์ตะกั่ว โดยการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดยเตรียมสารละลายตะกั่ว (IV) อิออนเข้มข้น $30.0 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าวโดยเพิ่มสารละลาย interfering ion ที่ศึกษา จำนวนปริมาณต่าง ๆ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 21 คำนวณปริมาณตะกั่วที่พบจากรูปที่ 10 และ relative error (%) ของการวิเคราะห์ ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 21

relative error (%)

$$= \frac{(\text{ปริมาณตะกั่วที่พบ} - \text{ปริมาณตะกั่วที่แท้จริง})}{\text{ปริมาณตะกั่วที่แท้จริง}} \times 100$$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

ตารางที่ 21 การศึกษาผลของไอออนอื่นที่มีต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

ไอออนบวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Ag(I)	0.000	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.005	0.2	0.125	31.3	+ 4.2
	0.010	0.3	0.128	32.0	+ 6.7
	0.020	0.7	0.130	32.5	+ 8.3
	0.030	1.0	0.132	33.0	+10.0
	0.040	1.3	0.135	33.8	+12.5
	0.050	1.7	0.140	35.0	+16.7
	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.115	28.8	-4.2
Al(III)	2.0	66.7	0.108	27.0	-10.0
	5.0	100.0	0.100	25.0	-16.7
	4.0	133.3	0.092	23.0	-23.3

ไอออนบวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+}:Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
As(V)	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.118	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.118	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.120	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.110	27.5	-8.3
	20.0	666.7	0.070	17.5	-41.7
	0.0	0.0	0.122	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
Ba(II)	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.122	30.5	+ 1.7
	10.0	333.3	0.125	31.3	+ 4.2
	20.0	666.7	0.135	33.7	+12.5

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ไอออนบวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Bi(III)	0.000	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.005	0.2	0.132	33.0	+10.0
	0.010	0.3	0.142	35.5	+18.3
	0.020	0.7	0.148	37.0	+23.3
	0.030	1.0	0.162	40.5	+35.0
	0.040	1.3	0.165	41.3	+37.5
	0.050	1.7	0.170	42.5	+41.7
Ca(II)	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.122	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.120	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.128	32.0	+ 6.7
	20.0	666.7	0.138	34.5	+15.0

ชื่ออนวาก (M^{n+})	ปริมาณที่เติม (mg)	$M^{n+} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Cd(II)	0.0	0.0	0.118	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.120	30.0	-0.0
	5.0	166.7	0.125	31.3	+ 4.2
	10.0	333.3	0.130	32.5	+ 8.3
	20.0	666.7	0.142	33.0	+10.0
	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
Ce(III)	2.0	66.7	0.122	30.5	+ 1.7
	5.0	166.7	0.125	31.5	+ 4.2
	10.0	333.3	0.132	33.0	+10.0
	20.0	666.7	0.138	34.5	+15.0

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่อออบวาก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+}:Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Co(II)	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.125	31.5	+ 4.2
	2.0	66.7	0.132	33.0	+10.0
	5.0	166.7	0.148	37.0	+23.3
	10.0	333.3	0.168	42.0	+40.0
	20.0	666.7	0.210	52.5	+75.0
	0.0	0.0	0.118	30.0	0.0
	0.25	8.3	0.120	30.0	0.0
	0.50	16.7	0.122	30.5	+ 1.7
Cr(III)	1.00	33.3	0.125	31.3	+ 4.2
	2.50	83.3	0.140	34.0	+16.7
	5.00	166.7	0.155	38.8	+29.2
	10.00	333.3	0.195	48.8	+62.5

ตารางที่ ๔ (ต่อ)

ชื่อเบวัก (M^{n+})	ปริมาณออกซันที่เคม (mg)	M^{n+} :Sn(IV)	A	ปริมาณเคมที่พบ (μg)	relative error (%)
Cr(IV)	0.00	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.120	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.120	30.0	0.0
	0.20	6.7	0.132	33.0	+10.0
	0.50	16.7	0.140	35.0	+16.7
	1.00	66.7	0.145	36.3	+20.8
	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.118	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.125	31.3	+ 4.2
Cu(II)	5.0	166.7	0.130	32.5	+ 8.3
	10.0	333.3	0.132	33.0	+10.0
	20.0	666.7	0.150	37.5	+25.0

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่ออณู (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+}:Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Fe(III)	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.118	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.130	32.5	+ 8.3
	10.0	333.3	0.135	33.8	+12.5
	20.0	666.7	0.148	37.0	+23.3
Hg(II)	0.000	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.005	0.2	0.125	31.3	+ 4.2
	0.010	0.3	0.130	32.5	+ 8.3
	0.020	0.7	0.140	35.0	+16.7
	0.050	1.7	0.145	36.3	+20.8
	0.100	3.3	0.152	38.0	+26.7
	0.200	6.7	0.158	39.5	+31.7

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่ออณูมวล (M^{n+})	ปริมาณออกไซด์ที่เติม (mg)	$M^{n+} : Sn(IV)$	Δ	ปริมาณที่ถูกต้อง (μg)	relative error (%)
K(I)	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.118	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.125	31.3	+ 4.2
	10.0	333.3	0.130	33.3	+10.8
	20.0	666.7	0.135	33.8	+12.5
	0.0	0.0	0.118	30.0	0.0
	0.5	10.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.118	30.0	0.0
Li(I)	2.0	66.7	0.122	30.5	+ 1.7
	5.0	166.7	0.128	32.0	+ 6.7
	10.0	333.3	0.138	34.5	+15.0

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ไอออนบวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Mg(II)	0.0	0.0	0.118	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.125	31.3	+ 4.2
	10.0	333.3	0.128	32.0	+ 6.7
	20.0	666.7	0.138	34.5	+15.0
	0.0	0.0	0.118	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
Mn(II)	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.122	30.5	+ 1.7
	10.0	333.3	0.130	32.5	+ 8.3
	20.0	666.7	0.138	34.5	+15.0

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่ออนบก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+}:Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Mo(VI)	0.000	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.005	0.2	0.125	31.3	+ 4.2
	0.010	0.3	0.128	32.0	+ 6.7
	0.020	0.7	0.130	32.5	+ 8.3
	0.030	1.7	0.135	33.8	+12.5
	0.040	3.3	0.140	35.0	+16.7
	0.050	6.7	0.150	37.5	+25.0
	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.122	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
Ni(II)	2.0	66.7	0.122	30.5	+ 1.7
	5.0	166.7	0.125	31.3	+ 4.2
	10.0	333.3	0.128	32.0	+ 6.7
	20.0	666.7	0.142	35.5	+18.3

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่ออเนก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Na(I)	0.0	0.0	0.118	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.118	30.0	0.0
	2.0	166.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.120	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.122	30.5	+ 1.7
	20.0	666.7	0.135	33.8	+12.5
	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
Pb(II)	2.0	66.7	0.118	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.125	31.3	+ 4.2
	10.0	333.3	0.128	32.0	+ 6.7
	20.0	666.7	0.142	35.5	+18.3

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่ออนเมก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Sr(II)	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.128	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.122	30.5	+ 1.7
	10.0	333.3	0.125	31.3	+ 4.2
	20.0	666.7	0.142	35.5	+18.3
	0.000	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.005	0.2	0.128	32.0	+ 6.7
	0.010	0.3	0.135	33.8	+12.5
Sb(III)	0.020	0.7	0.140	35.0	+16.7
	0.030	1.0	0.142	35.5	+18.3
	0.040	1.3	0.148	37.0	+23.3
	0.050	1.7	0.225	56.3	+87.5

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่อแยก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Ti(III)	0.0	0.0	0.122	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.122	30.5	+1.7
	5.0	166.7	0.125	31.3	+4.2
	10.0	333.3	0.132	33.0	+10.0
	20.0	666.7	0.150	37.5	+25.0
	0.00	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.118	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.120	30.0	0.0
U(IV)	0.20	6.7	0.118	30.0	0.0
	0.50	16.7	0.122	30.5	+1.7
	1.00	33.3	0.130	32.5	+8.3
	2.00	66.7	0.140	35.0	+16.7

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่ออณวกร (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+}:Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
V(V)	0.00	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.128	32.0	+ 6.7
	0.10	3.3	0.132	33.0	+10.0
	0.20	6.7	0.138	34.5	+15.0
	0.50	16.7	0.148	37.0	+23.3
	1.00	33.3	0.155	38.8	+29.2
	2.00	66.7	0.160	40.0	+33.3
	0.00	0.0	0.118	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.120	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.118	30.0	0.0
	0.20	6.7	0.125	31.3	+ 4.2
	0.30	10.0	0.140	35.0	+16.7
W(VI)	0.40	13.3	0.152	38.0	+26.7
	0.50	16.7	0.175	43.8	+45.8

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่ออนิวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+} : Sn(IV)$	Δ	ปริมาณที่ถูกต้อง (μg)	relative error (%)
Zn(II)	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.118	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.125	31.3	+ 4.2
	5.0	166.7	0.128	32.0	+ 6.7
	10.0	333.3	0.132	33.0	+10.0
	20.0	666.7	0.148	37.0	+23.3

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่ออนวน (M^{n-})	ปริมาณไอออนที่เพิ่ม (mg)	$M^{n-} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่ถูกต้อง (μg)	relative error (%)
CO_3^{2-}	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.118	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.118	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.120	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.120	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.120	30.0	0.0

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ไอออนลบ (M^{n-})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n-} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
$C_2O_4^{2-}$	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.118	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.118	29.5	-1.7
	2.0	66.7	0.115	28.8	-4.2
	5.0	166.7	0.112	28.0	-6.7
	10.0	333.3	0.095	23.8	-20.8
	20.0	666.7	0.080	20.0	-33.3
	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.122	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
F^-	2.0	66.7	0.070	17.5	-41.7
	5.0	166.7	0.010	2.5	-91.7
	10.0	333.3	0.000	0.0	-
	20.0	666.7	0.000	0.0	-

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ไอออนลบ (M^{n-})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n-} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่ถูกต้อง (μg)	relative error (%)
I^-	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.120	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.118	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.118	29.5	-1.7
	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.120	30.0	0.0
NO_3^-	2.0	66.7	0.122	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.122	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.120	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.120	30.0	0.0

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ไอออนลบ (M^{n-})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n-} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
PO_4^{3-}	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.122	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.118	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.120	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.118	29.5	-1.7
SO_4^{2-}	20.0	666.7	0.115	28.3	-4.2
	0.0	0.0	0.118	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.120	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.118	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.120	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.118	29.5	-1.7
	20.0	666.7	0.115	28.3	-4.2

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ชื่ออนุม (M^{n-})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n-} : Sn(IV)$	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
SiO_3^{2-}	0.00	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.118	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.120	30.0	0.0
	0.20	6.7	0.120	30.0	0.0
	0.50	16.7	0.118	30.0	0.0
	1.00	33.3	0.120	30.0	0.0
	2.00	66.7	0.122	30.0	0.0
	0.0	0.0	0.120	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.118	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.118	30.0	0.0
Citrate ²⁻	2.0	66.7	0.120	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.120	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.120	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.120	30.0	0.0

จากตารางที่ 21 พบว่ามีไอออนเป็นจำนวนมากมีผลรบกวนค่าการดูดกลืนแสงโดยทำให้ค่าการดูดกลืนแสงที่ได้เปลี่ยนแปลง

ก) ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้น relative error (%) เป็นบวก ส่งผลให้ปริมาณที่บอก (IV) ไอออนที่ได้จากการวิเคราะห์สูงกว่าที่ใช้ในการทดลอง ทั้งนี้อาจเนื่องจากว่าโลหะไอออนเหล่านี้สามารถทำปฏิกิริยากับกาเลอิน ได้สารประกอบเชิงซ้อนที่ดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นเดียวกัน หรือใกล้เคียงกับความยาวคลื่นแสงที่สารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ดูดกลืน ซึ่งสามารถจกัอันดับผลการรบกวนของไอออนอื่น ๆ ได้ดังนี้

Bi(III), Sb(III), Mo(VI) >> W(VI) > V(V), Cr(IV)
> U(IV), Cr(III), Co(II) > Tl(III), Cu(II), Fe(III), Zn(II),
Pb(II), Ni(II), Sr(II) > Ce(III), Mn(II), Mg(II), Ca(II),
Ba(II), K(I), Li(I), Na(I)

หรือเกิดการตกตะกอนของสาร เนื่องจากสภาวะไม่เหมาะสมแชนลงอยอยู่ในสารละลาย ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ไม่ใช่เป็นเฉพาะการดูดกลืนแสงเพียงอย่างเดียวซึ่งสามารถจกัอันดับ ผลการรบกวนของไอออนอื่น ๆ ได้ดังนี้

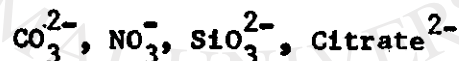
Hg(II) > Ag(I)

ข) ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงลดลง relative error (%) เป็นลบ ส่งผลทำให้ปริมาณที่บอก (IV) ไอออนที่ได้จากการวิเคราะห์ต่ำกว่าที่ใช้ในการทดลอง ทั้งนี้อาจเนื่องจากว่าไอออนเหล่านี้ไปชักขวางปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein โดยทำปฏิกิริยากับกาเลอินทำให้ปริมาณ

กาเลอินในสารละลายลดลง เป็นผลทำให้ปริมาณไม่เพียงพอกับปริมาณที่มูก
 อีออนที่มีอยู่ในสารละลาย หรือเกิดจากอีออนเหล่านี้ทำปฏิกิริยากับที่มูก (IV)
 อีออนเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนขึ้น ซึ่งสามารถจับกับผลของการรบกวน
 ของอีออนอื่น ๆ ได้ดังนี้



ค) ไม่ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเปลี่ยนแปลง relative error
 (%) เป็นศูนย์ ส่งผลทำให้ปริมาณที่มูก (IV) อีออนที่ได้จากการวิเคราะห์
 เท่ากับที่ใช้ในการทดลอง ทั้งนี้เนื่องจากว่าอีออนนั้นไม่มีผลต่อการเกิด
 ปฏิกิริยาระหว่างที่มูก (IV) อีออนกับกาเลอิน หรือยังไม่มีปริมาณเพียงพอที่
 จะทำให้เกิดผลรบกวนต่อการเกิดปฏิกิริยา มีดังนี้

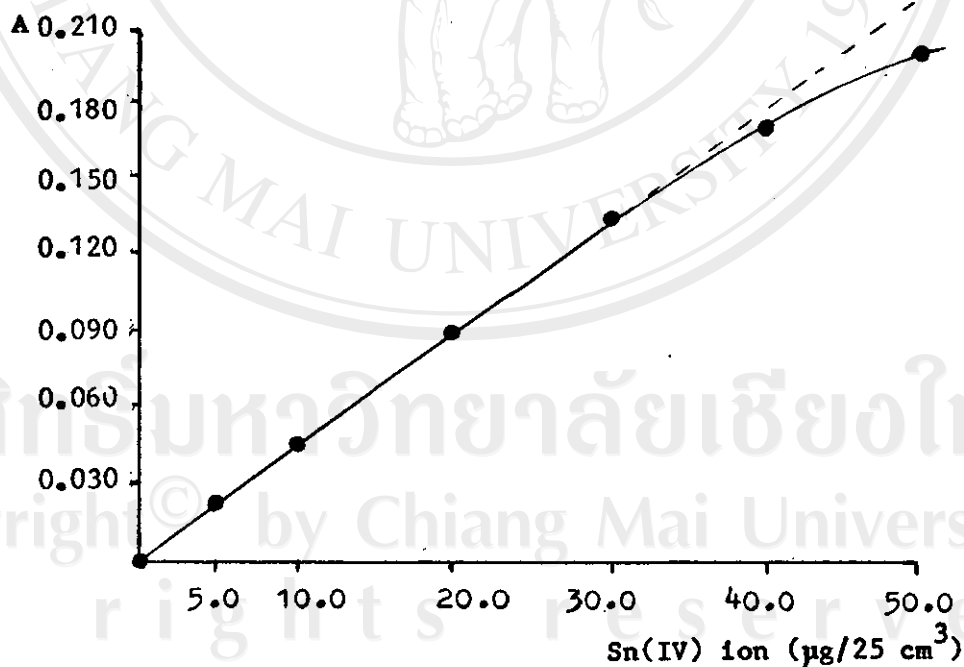


3.4.11 การศึกษาผลของ masking agent ต่ออีออนอื่น

masking agent เป็นสารที่ใช้ในการกำจัดการรบกวนของ
 อีออนอื่นจากอีออนที่เราสนใจในการเกิดปฏิกิริยาเกิดสารประกอบเชิงซ้อน
 ซึ่งอาจมีผลรบกวนอีออนที่เราสนใจด้วยทั้งรายละเอียดในหัวข้อ 3.4.5 การ
 ศึกษาผลของ masking agent ต่ออีออนอื่นเพื่อให้ทราบถึงผลของ masking
 agent ที่มีต่ออีออนอื่นว่ามีความจำเพาะเจาะจงเพียงใด เหมาะสมแค่ไหน
 โดยเฉพาะอีออนที่มีสมบัติคล้ายกับอีออนที่สนใจคือ อยู่ในหมู่เดียวกันหรือใกล้
 กันในตารางธาตุ

การศึกษานวลของ masking agent ต่ออิออนอื่น ในการเกิด
สารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ทำได้โดย

ก) การสร้างกราฟมาตรฐาน ของสารประกอบเชิงซ้อน
Sn(IV)-Gallein เมื่อไม่มี masking agent ทำได้โดยเตรียมสารละลาย
คัมภี (IV) อิออนเข้มข้น 0.0, 5.0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0 และ
50.0 $\mu\text{g}/25\text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว โดยไม่มี
การเติม masking agent ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 22 และ
รูปที่ 11



รูปที่ 11 กราฟมาตรฐาน คัมภี (IV) อิออน ของสารประกอบเชิงซ้อน
Sn(IV)-Gallein เมื่อไม่มี masking agent

ข) การวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายคิวบิก (IV) อีออน
เมื่อมีอีออนอื่น เมื่อมีและไม่มี **masking agent** ทำได้โดยเตรียมสารละลาย
คิวบิก (IV) อีออนเข้มข้น $20.0 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสม
โดยมีและไม่มี **masking agent** และเพิ่มสารละลาย **interfering ion**
ที่ศึกษา จำนวนปริมาณต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 23 คำนวณหาปริมาณคิวบิกที่
พบจากรูปที่ 10 และ 11 และ **relative error (%)** ของการวิเคราะห์
โดยการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 23

ตารางที่ 22 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณคิวบิก (IV) อีออน
ต่างๆของสารประกอบเชิงซ้อน **Sn(IV)-Gallein** เมื่อไม่มี
masking agent

Sn(IV) ion ($\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$)	Absorbance		
	Exp.1	Exp.2	Average
0.0	0.000	0.000	0.000
5.0	0.020	0.028	0.024
10.0	0.048	0.050	0.049
20.0	0.092	0.090	0.091
30.0	0.132	0.138	0.135
40.0	0.175	0.182	0.178
50.0	0.190	0.212	0.201

ตารางที่ 23 การศึกษาของ masking agent ที่มีต่อไอออนต่าง ๆ ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

ไอออนบวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+} : \text{Sn(IV)}$	ไม่มี masking agent		มี masking agent			
			A	ปริมาณที่เติมที่พบ (μg)	relative error (%)	A	ปริมาณที่เติมที่พบ (μg)	relative error (%)
As(V)	0.0	0.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	0.5	25.0	0.082	18.0	- 9.9	0.078	20.0	0.0
	1.0	50.0	0.065	14.3	-28.6	0.078	20.0	0.0
	2.0	100.0	0.050	13.2	-34.1	0.078	20.0	0.0
	5.0	250.0	0.048	10.5	-47.2	0.080	20.0	0.0
	10.0	500.0	0.040	8.8	-56.1	0.080	20.0	0.0
	20.0	1000.0	0.020	4.4	-78.0	0.065	16.2	-18.75
Bi(III)	0.000	0.0	0.092	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	0.005	0.25	0.098	21.5	+ 7.7	0.092	23.0	+15.0
	0.010	0.5	0.102	22.4	+12.1	0.098	24.5	+22.5
	0.020	1.0	0.115	25.3	+26.4	0.110	27.5	+37.5
	0.030	1.5	0.128	28.1	+40.6	0.115	28.8	+43.8
	0.040	2.0	0.142	31.2	+56.0	0.125	31.2	+56.2
	0.050	2.5	0.165	36.3	+81.3	0.135	33.8	+68.8

ตารางที่ 23 (ต่อ)

ไอออนบวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+}:Sn(IV)$	ไม่มี masking agent			มี masking agent		
			A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
Cd(II)	0.0	0.0	0.092	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	0.5	25.0	0.092	20.0	0.0	0.078	20.0	0.0
	1.0	50.0	0.092	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	2.0	100.0	0.090	20.0	0.0	0.078	20.0	0.0
	5.0	250.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	10.0	500.0	0.092	20.0	0.0	0.082	20.5	+ 2.5
	20.0	1000.0	0.092	20.0	0.0	0.095	23.8	+18.8
	0.0	0.0	0.092	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
Cu(II)	0.5	25.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	1.0	50.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	2.0	100.0	0.090	20.0	0.0	0.082	20.5	+ 2.5
	5.0	250.0	0.088	20.0	0.0	0.085	21.2	+ 6.2
	10.0	500.0	0.090	20.0	0.0	0.092	23.0	+15.0
	20.0	1000.0	0.100	21.9	+9.9	0.112	28.0	+40.0
	0.0	0.0	0.092	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	0.5	25.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0

ตารางที่ 23 (ต่อ)

ชื่ออนบวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n+}:Sn(IV)$	ไม่มี masking agent		มี masking agent			
			A	ปริมาณที่ถูกต้องพบ (μg)	relative error (%)	A	ปริมาณที่ถูกต้องพบ (μg)	relative error (%)
Hg(II)	0.0	0.0	0.090	20.0	0.0	0.078	20.0	0.0
	0.005	0.25	0.098	21.5	+ 9.9	0.085	21.2	+ 6.2
	0.01	0.50	0.105	23.1	+15.4	0.090	22.5	+12.5
	0.02	1.00	0.115	25.3	+26.4	0.100	25.0	+25.0
	0.05	2.50	0.122	26.8	+34.1	0.105	26.2	+31.2
	0.10	5.00	0.135	29.7	+48.4	0.115	28.8	+43.8
	0.20	10.00	0.140	30.7	+53.8	0.122	30.5	+52.5
Pb(II)	0.0	0.0	0.092	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	0.5	25.0	0.095	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	1.0	50.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	2.0	100.0	0.095	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	5.0	250.0	0.092	20.0	0.0	0.082	20.0	0.0
	10.0	500.0	0.095	20.9	+4.4	0.085	21.2	+ 6.2
	20.0	1000.0	0.098	21.5	+7.7	0.090	22.5	+12.5

ตารางที่ 23 (ต่อ)

ชื่ออนิวก (M ⁿ⁺)	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	M ⁿ⁺ :Sn(IV)	ไม่มี masking agent		มี masking agent			
			A	ปริมาณที่พบ (µg)	relative error (%)	A	ปริมาณที่พบ (µg)	relative error (%)
Sb(VI)	0.0	0.0	0.090	20.0	0.0	0.078	20.0	0.0
	0.0005	0.025	0.092	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	0.001	0.050	0.095	20.9	+ 4.4	0.082	20.5	+ 2.5
	0.002	0.100	0.100	22.0	+ 9.9	0.085	21.2	+ 6.2
	0.003	0.150	0.105	23.1	+15.4	0.088	22.0	+10.0
	0.004	0.200	0.108	23.7	+18.7	0.090	22.5	+12.5
	0.005	0.250	0.110	24.2	+20.9	0.092	23.0	+15.0

ตารางที่ 23 (ต่อ)

ไอออนลบ (M^{n-})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n-} : Sn(IV)$	ไม่มี masking agent			มี masking agent		
			A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)	A	ปริมาณที่พบ (μg)	relative error (%)
CO_3^{2-}	0.0	0.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	0.5	25.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	1.0	50.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	2.0	100.0	0.090	20.0	0.0	0.078	20.0	0.0
	5.0	250.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	10.0	500.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
F^-	20.0	1000.0	0.088	20.0	0.0	0.078	20.0	0.0
	0.0	0.0	0.090	20.0	0.0	0.078	20.0	0.0
	0.5	25.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	1.0	50.0	0.088	19.3	- 3.3	0.078	19.5	- 2.5
	2.0	100.0	0.070	15.4	-23.1	0.055	13.8	-31.2
	5.0	250.0	0.000	0.0	-	0.000	0.0	-
	10.0	500.0	0.000	0.0	-	0.000	0.0	-
	20.0	1000.0	0.000	0.0	-	0.000	0.0	-

ตารางที่ 23 (ต่อ)

ไอออนลบ (M^{n-})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$M^{n-} : Sn(IV)$	ไม่มี masking agent		มี masking agent	
			A	ปริมาณที่ถูกต้อง (μg) relative error (%)	A	ปริมาณที่ถูกต้อง (μg) relative error (%)
I^-	0.0	0.0	0.092	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	0.5	25.0	0.092	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	1.0	50.0	0.090	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	2.0	100.0	0.092	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	5.0	250.0	0.090	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	10.0	500.0	0.088	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	20.0	1000.0	0.088	19.3 -3.3	0.080	20.0 0.0
NO_3^-	0.0	0.0	0.090	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	0.5	25.0	0.090	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	1.0	50.0	0.090	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	2.0	100.0	0.088	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	5.0	250.0	0.088	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	10.0	500.0	0.088	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0
	20.0	1000.0	0.090	20.0 0.0	0.080	20.0 0.0

ตารางที่ 23 (ต่อ)

ไอออนลบ (M^{n-})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	$Mn^{2+}:Sn(IV)$	ไม่มี masking agent			มี masking agent		
			A	ปริมาณที่เติมที่พบ (μg)	relative error (%)	A	ปริมาณที่เติมที่พบ (μg)	relative error (%)
PO_4^{3-}	0.0	0.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	0.5	25.0	0.075	16.5	-17.6	0.080	20.0	0.0
	1.0	50.0	0.050	11.0	-45.0	0.080	20.0	0.0
	2.0	100.0	0.035	7.7	-61.5	0.078	20.0	0.0
	5.0	250.0	0.025	5.5	-72.5	0.078	20.0	0.0
	10.0	500.0	0.020	4.4	-78.0	0.080	20.0	0.0
SO_4^{2-}	20.0	1000.0	0.020	4.4	-78.0	0.078	19.5	-2.5
	0.0	0.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	0.5	25.0	0.088	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	1.0	50.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	2.0	100.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	5.0	250.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	10.0	500.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0
	20.0	1000.0	0.090	20.0	0.0	0.080	20.0	0.0

จากการวางที่ 18, 22 และรูปที่ 10, 11 พบความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณคิวบิก (IV) อีออนกับการดูดกลืนแสงจะมีช่วงเส้นตรงแตกต่างกัน กรณีเมื่อมีและไม่มีสารละลาย masking agent คือ 0.0-40.0 และ 0.0-30.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ หรือ 0.0-1.6 และ 0.0-1.2 ppm ทั้งนี้เนื่องจากว่า ความชันของกราฟที่ปริมาณที่แตกต่างกัน คือ 1.18×10^4 และ $1.35 \times 10^4 \text{ dm}^3/\text{mol}$ ตามลำดับ โดยมีค่าน้อยกว่ากัน 14.24 % ทำให้เกิดการเบี่ยงเบนไปจากเส้นตรงที่แตกต่างกัน ซึ่งเป็นผลสืบเนื่องมาจากการใช้สารละลาย masking agent กำจัดสิ่งรบกวนของอีออนต่าง ๆ ที่เราไม่สนใจ มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาระหว่างคิวบิก (IV) อีออนกับกาเลอิน โดยเฉพาะเมื่อมีปริมาณมาก ๆ ของสารละลาย masking agent (ตารางที่ 15, 16 และรูปที่ 7, 8)

จากการวางที่ 23 พบว่าสารละลาย masking agent กรดแอสคอบิก (5 %) และกรดทาร์ทาริก (5 %) สามารถขจัดผลรบกวนของอีออนที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับคิวบิก (IV) อีออนได้ โดยเฉพาะพวกที่มีเลขออกซิเดชันสูงเช่นเดียวกับคิวบิก (IV) อีออน เช่น As(V), Sb(III), Bi(III) แต่ไม่สามารถกำจัดผลรบกวนของอีออนที่อยู่ในกลุ่มเดียวกันกับคิวบิก เช่น Cu(II), Zn(II), Cd(II), Hg(II) รวมถึงขจัดผลรบกวนของอีออนอื่นใดด้วยเช่น F^- , I^- , PO_4^{3-}

3.4.12 การศึกษาวิธีการขจัดอิออนอื่นที่รบกวน โดยการสกัด

จากการศึกษาผลของอิออนอื่นต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein (ตารางที่ 21) พบว่าถึงแม้จะใช้ masking agent และการควบคุม pH ของสารละลายเพื่อทำให้ปฏิกิริยาระหว่างคิวบุก (IV) อีออนกับกาเลอีน มีความจำเพาะเจาะจง (selectivity) แล้วก็ตาม แต่ยังคงมีการรบกวนจากอิออนบางตัวที่มีปริมาณมากพอ รบกวนนี้อาจทำให้ลดลงหรือแก้ไขได้โดยการทำ standard addition แต่ในกรณีนี้ตัวอย่างที่จะวิเคราะห์มี interfering ion ต่าง ๆ เป็นจำนวนและปริมาณมาก ๆ วิธี การใช้ masking agent จะไม่เหมาะสม อีกวิธีหนึ่งที่ยอมรับกันคือ การแยกคิวบุก (IV) อีออนออกจากสิ่งรบกวนกระทำได้หลายวิธีการเช่น การแลกเปลี่ยนอิออน^(26, 51) และการสกัดด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ^(26, 52) การศึกษาต่อไปนี้จะศึกษาเพื่อหาวิธีการขจัดสิ่งรบกวนออกจากสารละลาย เมื่อขจัด interfering ion แล้วจึงนำสารละลายคิวบุก (IV) อีออนที่ใสมาทำการวิเคราะห์หาปริมาณคิวบุก โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยมีกาเลอีนเป็น complexing agent โดยเลือกศึกษาวิธีการสกัดในการขจัดสิ่งรบกวนออกจากสารละลาย ทำได้โดย

ก. การศึกษาการสกัดคิวบุก (IV) ไอโอโคค้เข้าไปในชั้นโทลูอีน (45, 53)

คิวบุก (IV) อีออนสามารถสกัดเข้าไปในชั้นของ inert solvent เช่น เบนซีน (Benzene) โทลูอีน (Toluene) ฯลฯ โดยการสกัดเข้าไปในรูปของเฮไลด์ (Halide extraction) เช่น คลอไรด์ ไอโอโคค้ในการทดลองนี้จะสกัดคิวบุก (IV) อีออนในรูปของไอโอโคค้ โดยคิวบุก (IV)

อีลอนจะอยู่ในรูปของทึบ (IV) ไอโอไดค์ (SnI_4) โดยสกัดจากสารละลาย กรดซัลฟูริก (H_2SO_4) เข้าไปในชั้นโทลูอีน ซึ่งทึบ (IV) ไอโอไดค์จะถูก สกัดไปถึงจุดสมดุล ได้อย่างรวดเร็ว หลังจากเขย่า 1 นาที โดยการสกัดทึบ (IV) ไอโอไดค์เข้าไปในชั้นโทลูอีนนี้ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของไอโอไดค์และ สารละลายกรดซัลฟูริก โดยส่งผลในการเพิ่มปริมาณไอโอไดค์ในสารละลาย และทำให้เกิดทึบ (IV) ไอโอไดค์ ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณนิยมใช้สารละลายกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้นสูง และใช้สารละลายโพตัสเซียมไอโอไดค์ ความเข้มข้นต่ำ โดยวิธีการสกัดนี้สามารถขจัด interfering ion ของ Au, Br, Cd, Cu, Ga, Zn, Mo และ พังยังสามารถลดผลกระทบของ interfering ion ของ In, Pb และ Bi เนื่องจาก interfering ion ทั้ง 3 ตัวนี้ ไม่ถูกสกัดอย่างสมบูรณ์ในชั้นโทลูอีน แต่ยังคงมีผลกระทบ ของ interfering ion ของ Ge, As, Sb, Te และ Hg เนื่องจาก interfering ion เหล่านี้สามารถสกัดเข้าไปในชั้นโทลูอีนได้สมบูรณ์เช่นเดียวกับ Sn

การศึกษาการสกัดทึบ (IV) ไอโอไดค์เข้าไปในชั้นโทลูอีน เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัด อันได้แก่ ปริมาณสารละลายโพตัสเซียม ไอโอไดค์ (5N) ปริมาณโทลูอีน และจำนวนครั้งของการสกัด ทำการทดลอง ได้โดย

1) การศึกษาลดของสารละลายโพตัสเซียมไอโอไดค์

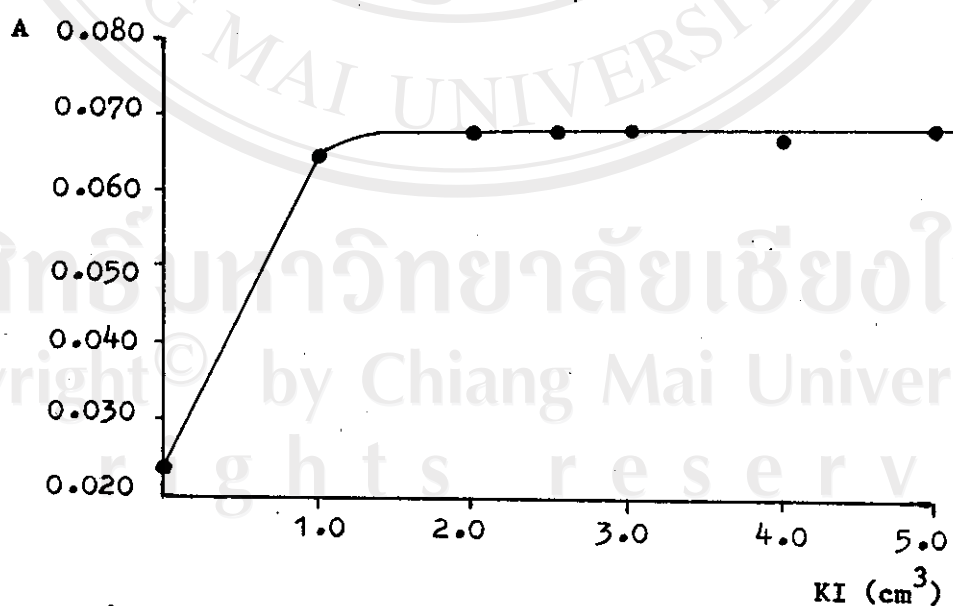
ทำการทดลองโดย⁽⁵⁴⁾ ทวงสารละลายกรดซัลฟูริก (9N) 25 cm^3 ลงใน separatory funnel ขนาด 125 cm^3 เติมสารละลาย แอมโมเนียไอโอไดค์ (20 %) 2 cm^3 สารละลายทึบมาตรฐาน $100.0 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ 0.4 cm^3 สารละลายโพตัสเซียมไอโอไดค์ (5N) จำนวน 0.0,

1.0, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0 และ 5.0 cm^3 เติมโพลูอิน 10 cm^3 ทำการสกัดเป็นเวลา 5 นาที หึ่งให้แยกชั้น โซลสารละลายส่วนที่เป็นน้ำทิ้งไป ล้างโพลูอินด้วยสารละลายผสมระหว่างสารละลายกรกซิลฟริก (9N) 25 cm^3 กับสารละลายโปคัสเซียมไอโอไดค์ 2.5 cm^3 จำนวน 5 cm^3 โซลสารละลายที่ล้างทิ้งไป เติมน้ำกลั่น 5 cm^3 หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (5N) พร้อมสกัด จนกระทั่งไอโอไดค์ในชั้นโพลูอินหมดไปโดยสังเกตจากสีสารละลายในชั้นโพลูอินเปลี่ยนจากสีชมพูเป็นไม่มีสี ใส่ 2 หยดจากเกินพอของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (5N) (ปริมาตรทั้งหมดประมาณ 10-12 หยด) ทำการสกัดเป็นเวลา 5 นาที หึ่งให้แยกชั้นเก็บสารละลายส่วนที่เป็นน้ำลงในขวดปริมาตรขนาด 50 cm^3 สกัดต่อด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (0.1 N) 3 cm^3 เป็นเวลา 5 นาที หึ่งให้แยกชั้นเก็บสารละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ สกัดต่อด้วยสารละลายโซเดียมอะซิเตท 5 cm^3 เป็นเวลา 5 นาที หึ่งให้แยกชั้นเก็บสารละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ ล้างโพลูอินด้วยน้ำกลั่น 5 cm^3 โซลน้ำกลั่นที่ล้างนี้รวมกับสารละลายน้ำทั้งหมดที่เก็บไว้ในขวดปริมาตร 50 cm^3 เติมสารละลายกรกซิลฟริก (5N) 0.7 cm^3 แล้วนำไปวิเคราะห์โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยมีกาเลอินเป็น complexing agent โดยสภาวะที่เหมาะสม ได้ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 24 และรูปที่ 12 (ความเข้มข้นสารละลายคอปเปอร์ (IV) อีออน 40.0 $\mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$)

ตารางที่ 24 การศึกษาของสารละลายโปตัสเซียมไอโอไดต์ (5N) ต่อ
การสกัดคีนุก (IV) อีออนเข้าไปในชั้นโทลูอีน

KI (cm ³)	0.0	1.0	2.0	2.5	3.0	4.0	5.0
$A^* \times 10^2$ (Sn(IV) 40.0 µg/50 cm ³)	2.4	6.5	6.8	6.9	6.9	6.6	6.9

*ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 12 กราฟผลของสารละลายโปตัสเซียมไอโอไดต์ (5 N) ปริมาณต่าง ๆ
ต่อค่าการดูดกลืนแสงในการสกัดคีนุก (IV) อีออน เข้าไปในชั้น
โทลูอีน

จากการวางที่ 24 และรูปที่ 12 แสดงให้เห็นว่าปริมาณของสารละลายโปตัสเซียมไอโอไดค์ (5N) มีผลต่อการสกัดกัม (IV) อีออนเข้าไปในชั้นโหลอื่น โดยมีผลอย่างมากเมื่อมีปริมาณ 0.0-2.0 cm³ และจะมีค่าค่อนข้างคงที่เมื่อปริมาณตั้งแต่ 2.0 cm³ ขึ้นไป ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากว่าปริมาณสารละลายโปตัสเซียมไอโอไดค์ (5N) ตั้งแต่ 2.0 cm³ ขึ้นไปเพียงพอที่จะทำให้กัม (IV) อีออนถูกเปลี่ยนไปอยู่ในรูปกัม (IV) ไอโอไดค์อย่างสมบูรณ์ แล้วจึงถูกสกัดเข้าไปในชั้นโหลอื่น ดังนั้น ในการทดลองต่อไปจะใช้ปริมาณสารละลายโปตัสเซียมไอโอไดค์ 2.5 cm³ ซึ่งมีปริมาณมากเกินไป ซึ่งสภาวะนี้ในสารละลายมีความเข้มข้นของโปตัสเซียมไอโอไดค์ 0.45 N และกรดซัลฟูริก 8 N มีรายงานเกี่ยวกับการใช้สภาวะดังกล่าวนี้ในการสกัด⁽⁵³⁾ Ge, As, Sb, Sn และ Hg มีเพียง As และ Sn เท่านั้นที่ถูกสกัดอย่างสมบูรณ์ ส่วน Sb ถูกสกัดได้เพียงบางส่วน และ Ge กับ Hg แทบไม่ถูกสกัดเลย

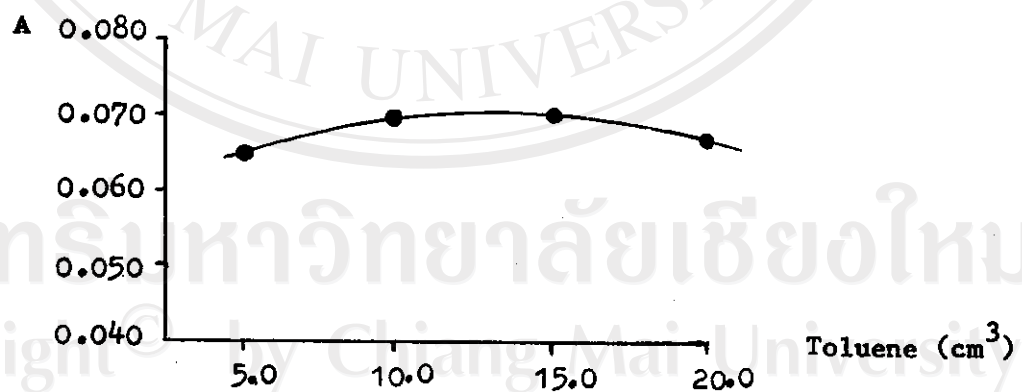
2) การศึกษาปริมาณที่เหมาะสมของโหลอื่น

ทำการศึกษาโดยใช้กัม (IV) อีออน 40.0 µg ทำการทดลองโดยสภาวะดังกล่าว โดยใช้โหลอื่น จำนวน 5.0, 10.0, 15.0 และ 20.0 cm³ ในการสกัดกัม (IV) ไอโอไดค์ ก่อนที่จะเตรียมสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein โดยผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 25 และรูปที่ 13

ตารางที่ 25 การศึกษาผลของโทลูอีนต่อการสกัดตะกั่ว (IV) ไอโอดีน
เข้าไปในชั้นโทลูอีน

Toluene (cm ³)	5.0	10.0	15.0	20.0
A* x 10 ² (Sn(IV) 40.0 µg/50 cm ³)	6.5	6.9	6.9	6.6

*ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 13 กราฟผลของโทลูอีนปริมาณต่าง ๆ ต่อค่าการดูดกลืนแสงโดยการสกัด
ตะกั่ว (IV) ไอโอดีนเข้าไปในชั้นโทลูอีน

จากตารางที่ 25 และรูปที่ 13 แสดงให้เห็นว่าปริมาณโทลูอีนมีผลต่อการสกัดคีมุก (IV) ไอโอโคค ถ้าปริมาณน้อยหรือมากเกินไปคีมุก (IV) ไอโอโคคจะถูกสกัดไม่สมบูรณ์ (ปริมาณ 5 และ 20 cm^3) ทั้งนี้อาจเนื่องจากว่าที่ปริมาณน้อยเกินไป คีมุก (IV) ไอโอโคคถูกสกัดเข้าไปในชั้นโทลูอีนไม่สมบูรณ์ และที่ปริมาณมากเกินไปการสกัดคีมุก (IV) ไอโอโคคกลับจากชั้นโทลูอีนไม่สมบูรณ์ ดังนั้น ปริมาณที่เหมาะสมคือ 10 - 15 cm^3 ในการทดลองต่อไปนี้จะใช้ปริมาณโทลูอีน 10 cm^3

3) การศึกษาจำนวนครั้งของการสกัด

ทำการศึกษาโดยใช้คีมุก (IV) อีออน 40.0 μg ทำการทดลองโดยสภาวะคงที่ โดยใช้จำนวนครั้งการสกัด 1-3 ครั้ง กล่าวคือ สกัด 1 ครั้ง ใช้โทลูอีนครั้งละ 10 cm^3 สกัด 2 ครั้ง ใช้โทลูอีนครั้งละ 5 cm^3 สกัด 3 ครั้ง ใช้โทลูอีน 4 cm^3 2 ครั้ง 2 cm^3 1 ครั้ง ในการสกัดคีมุก (IV) ไอโอโคค ก่อนที่จะเตรียมสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein โดยผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 26 และรูปที่ 14

ตารางที่ 26 การศึกษาผลของจำนวนครั้งของการสกัดต่อการสกัดคีมุก (IV) ไอโอโคคเข้าไปในชั้นโทลูอีน

จำนวนครั้งการสกัด (ครั้ง)	1	2	3
$A^* \times 10^2$ ($\text{Sn(IV)40.0}\mu\text{g}/50\text{ cm}^3$)	7.0	7.1	7.0

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง

รูปที่ 14 กราฟผลของจำนวนครั้งการสัปดาห์ต่อการดูดกลืนแสงโดยการสัปดาห์
ที่บวก (iv) ไอโอไดค์เข้าไปในชั้นโทลูอีน

จากตารางที่ 26 และรูปที่ 14 แสดงให้เห็นว่าจำนวนครั้งของการสกัดไม่ค่อยมีผลต่อการสกัดคีมุก (IV) ไอโอโคค้เข้าไปในชั้นโทลูอิน โดยมีผลการทดลองต่างกัน 1.4 % ทั้งนี้อาจเนื่องจากการสกัดคีมุก (IV) ไอโอโคค้เข้าไปในชั้นโทลูอินเกิดได้อย่างรวดเร็วและสมบูรณ์โดยการสกัดด้วยโทลูอิน 2 ครั้ง ให้ผลที่ดีกว่าการสกัดด้วยโทลูอิน 1 และ 3 ครั้ง ทั้งนี้อาจเนื่องจากการผสมปฏิบัติการสกัดมากครั้งจะให้ผลที่ดีกว่าการสกัดน้อยครั้ง แต่ในการทดลองการสกัดมากครั้งมีโอกาสน้อยเสียของคีมุก (IV) ไอโอโคค้ไปจากวิธีการไค้มากกว่า โดยการศึกษางานขณะที่ทำการวิเคราะห์และสูญเสียในระหว่างการทดลอง ดังนั้น ในการทดลองต่อไปจะทำการสกัดด้วยโทลูอินจำนวน 1 ครั้ง ๆ ละ 10 cm^3

ข) การศึกษาการสกัดคีมุก (IV) ไอโอโคค้ออกจากชั้นโทลูอิน (45, 54, 55)

คีมุก (IV) ไอโอโคค้สามารถถูกสกัดเข้าไปในชั้น inert solvent เช่น เบนซีน หรือโทลูอิน แล้วทำการสกัดกลับเข้ามาอยู่ในชั้นของน้ำได้ โดยปรับสภาวะในชั้นน้ำให้เหมาะสมทำให้การละลายในชั้นน้ำดีกว่าชั้น inert solvent การสกัดกลับนี้ขึ้นอยู่กับชนิด ความเข้มข้นและปริมาณสารละลายที่ใช้ ตลอดจนปริมาณคีมุก (IV) ไอโอโคค้ เวลา และจำนวนครั้งของการสกัด ในการทดลองนี้จะสกัดคีมุก (IV) ไอโอโคค้ที่อยู่ในชั้นโทลูอินออกมาในชั้นน้ำ โดยใช้สมบัติการละลายของคีมุก (IV) ไอโอโคค้ที่ pH สูง ซึ่งละลายในน้ำได้ดีกว่าในโทลูอิน ดังนั้นการสกัดคีมุก (IV) ไอโอโคค้ที่อยู่ในชั้นโทลูอินกลับเข้ามาอยู่ในชั้นของน้ำสามารถทำได้โดยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจาง ในการปรับ pH ให้สูงขึ้นหรือ

อาศัยสมบัติการละลายของคิงุก (IV) เฮไลต์ต่างชนิดกันในน้ำและโพลูอิน กล่าวคือ เปลี่ยนคิงุก (IV) ไอโอโคคให้เป็นคิงุก (IV) คลอไรด์ ซึ่ง จะละลายในชั้นน้ำได้ดีกว่าโพลูอิน ในกรณีนี้สามารถสกัดคิงุก (IV) ไอโอโคค มาอยู่ในชั้นน้ำโดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อสกัดคิงุก (IV) ไอโอโคคในชั้นโพลูอินกลับสู่ชั้นน้ำ โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เจือจาง หรือสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง และยังสามารถช่วยสาร ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจางตามด้วยกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง

1) การสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์⁽⁵⁴⁾

ทำไอโคโยเพิ่มสารละลายคิงุก (IV) อีออน 0.0, 10.0, 20.0, 40.0, 50.0, 60.0, 70.0, 80.0 และ 100.0 μg ทำการ ทดลองโดยสภาวะดังกล่าว โดยสกัดคิงุก (IV) ไอโอโคคออกจากชั้นโพลูอิน โดยเข้มน้ำกลั่น จนกระทั่งไอโอโคคในชั้นโพลูอินหมดไปโดยสังเกตจากสีสาร ละลายในชั้นโพลูอินเปลี่ยนจากสีชมพูเป็นไม่มีสี ใส่ 2 หยด (มากเกินพอ) ของ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (5N) (ปริมาตรทั้งหมดประมาณ 10-12 หยด) ทำการสกัดเป็นเวลา 5 นาที หึ่งให้แยกชั้นเก็บสารละลายส่วนที่เป็น น้ำลงในขวดปริมาตรขนาด 50 cm^3 สกัดต่อด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอก- ไซด์ (0.1 N) 3 cm^3 เป็นเวลา 5 นาที หึ่งให้แยกชั้นเก็บสารละลายส่วนที่ เป็นน้ำไว้ สกัดต่อด้วยสารละลายโซเดียมอาซิเทท 5 cm^3 เป็นเวลา 5 นาที หึ่งให้แยกชั้นเก็บสารละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ ล้างโพลูอินด้วยน้ำกลั่น 5 cm^3 ในน้ำกลั่นที่ล้างนี้รวมกับสารละลายน้ำทั้งหมดที่เก็บไว้ในขวดปริมาตร 50 cm^3 เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (5 N) 0.7 cm^3 ใ้ผลการทดลองดังแสดง ในตารางที่ 27 และรูปที่ 15

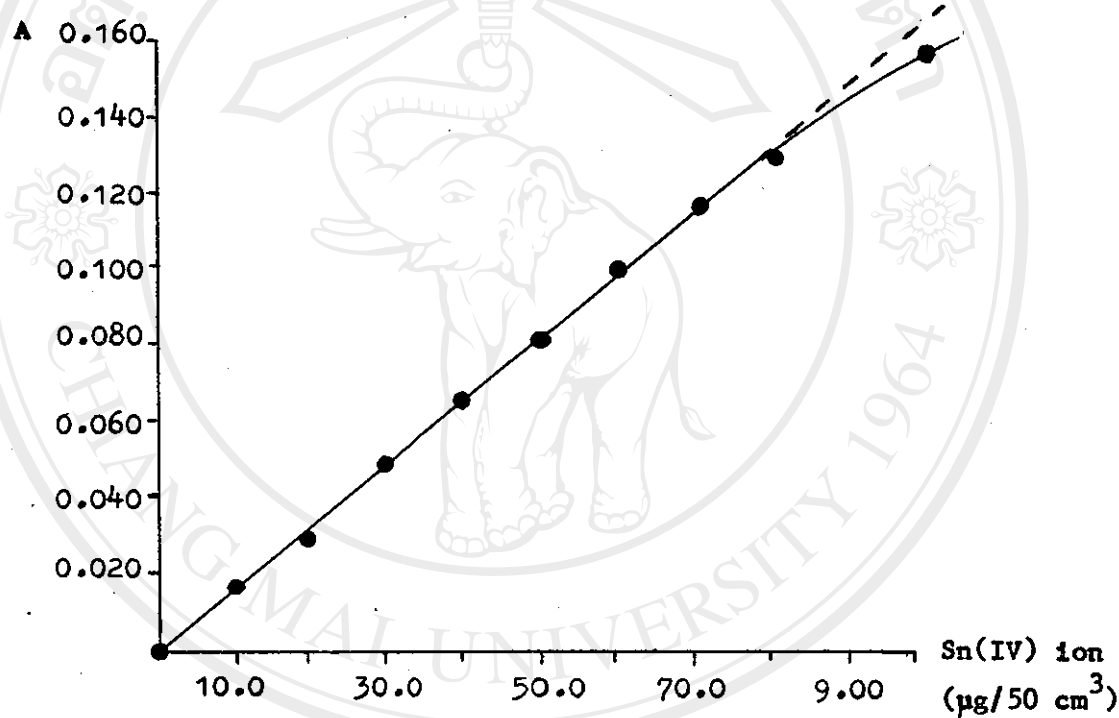
ตารางที่ 27 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณตะกั่ว (IV) ที่ได้ออกมาจากการสกัดตะกั่ว (IV) อีออนต่าง ๆ ที่ได้ออกมาจากการสกัดตะกั่ว (IV) ไอออนต่าง ๆ ที่ได้ออกมาจากการสกัดตะกั่ว (IV) โดยสารละลายไฮดรอกไซด์ของ

ไอโอโคเคเข้าไปในชั้นโพลีเอทิลีนแอสกติกกลัมมาในชั้นน้ำ โดยสารละลายไฮดรอกไซด์ของ

สารประกอบเบ็งซอ Sn(IV)-Gallein

Sn(IV) ion ($\mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$)	0.0	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0	60.0	70.0	80.0	100.0
$A^* \times 10^2$	0.0	1.6	2.9	5.2	6.6	8.1	10.2	11.6	13.0	15.9

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 15 กราฟมาตรฐาน ของดีบุก (IV) อีออน ที่ได้จากการสกัดดีบุก (IV) ไอโอโคตเข้าไปในชั้นโทลูอิน แล้วสกัดมาในชั้นน้ำโดยสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

จากการวางที่ 27 และรูปที่ 15 ยังคงพบความสัมพันธ์เชิงเส้น
 ตรงระหว่างปริมาณตะกั่ว (IV) อีออนและการดูดกลืนแสง มีช่วงเส้นตรง
 ระหว่าง 0.0-80.0 $\mu\text{g}/50\text{ cm}^3$ หรือ 0.0-1.6 ppm และเมื่อความ
 เข้มข้นตั้งแต่ 80.0 $\mu\text{g}/50\text{ cm}^3$ ขึ้นไปจะเริ่มเบี่ยงเบนไปจากกฎของ
 เบียร์ เช่นเดียวกับวิธีการไม่ผ่านการสกัด แต่ความชันของกราฟหรือ
 molar absorptivity (เมื่อ $b = 1\text{ cm}$) ของสารประกอบเชิงซ้อน
 Sn(IV)-Gallein เท่ากับ $9.89 \times 10^3\text{ dm}^3/\text{mol}$ ซึ่งน้อยกว่าวิธีการ
 ไม่ผ่านการสกัด รวมถึงค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่าง ๆ โดยที่สาร
 ละลายตะกั่ว (IV) อีออน 0.8 ppm จะมีค่าการดูดกลืนแสงน้อยกว่าเท่ากับ
 17.5 และมีค่าร้อยละการกลับคืน 82.5 เมื่อเทียบกับวิธีการไม่ผ่านการสกัด
 ทั้งนี้เนื่องจากว่าการสกัดตะกั่ว (IV) ไอโอไดด์เข้าไปและออกจากชั้น
 โทลูอินไม่สมบูรณ์ หรืออาจมีตะกั่ว (IV) ไอโอไดด์สูญเสียไปในระหว่างชั้น
 ตอนการทดลอง จากการศึกษากการสกัดตะกั่ว (IV) ไอโอไดด์ออกจากชั้นโทลูอิน
 โดยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ได้ค่าร้อยละการกลับคืนน้อยกว่า 90.0
 ดังนั้นจึงต้องทำการทดลองหาวิธีการที่เหมาะสมต่อไป

2) การสกัดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก⁽⁵⁵⁾

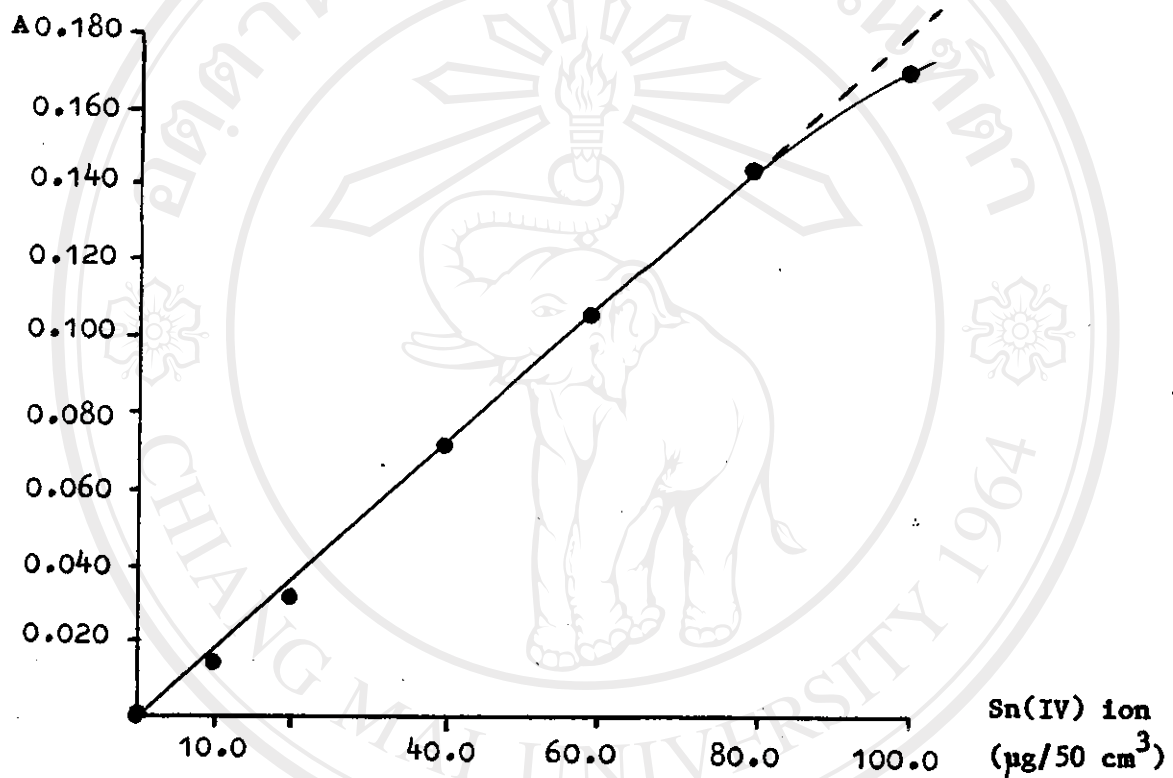
ทำไตโดยเติมสารละลายตะกั่ว (IV) อีออน 0.0, 10.0,
 20.0, 40.0, 60.0, 80.0 และ 100.0 μg ทำการทดลองโดยสภาวะ
 ดังกล่าว โดยสกัดตะกั่ว (IV) ไอโอไดด์ออกจากชั้นโทลูอินโดยเติมสารละลาย
 กรดไฮโดรคลอริก (1 N) 5 cm^3 สกัดเป็นเวลา 5 นาที หึ่งให้แยกชั้น
 เก็บสารละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ในขวดปริมาตร 50 cm^3 สกัดด้วยสารละลาย
 กรดไฮโดรคลอริก (0.1 N) 3 cm^3 เป็นเวลา 5 นาที หึ่งให้แยกชั้น เก็บ

สารละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ ล้างชั้นโทลูอีนด้วยน้ำกลั่น 5 cm³ โซลสารละลายส่วนที่เป็นน้ำรวมกับสารละลายที่เก็บไว้ในขวดปริมาตร 50 cm³ เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1 N) 4.3 cm³ ใ้ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 28 และรูปที่ 16

ตารางที่ 28 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณดีบุก (IV) ทางๆ ที่ไ้จากการสกัดดีบุก (IV) ไอโอโคค้เข้าไปในชั้นโทลูอีนแล้วสกัดกลับมาในชั้นน้ำโดยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

Sn(IV) 1on (µg/50 cm ³)	0.0	10.0	20.0	40.0	60.0	80.0	100.0
A* x 10 ²	0.0	1.6	3.2	7.2	10.7	14.4	17.0

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 16 กราฟมาตรฐาน ของดีบุก (IV) อีออน ที่ได้จากการสกัดดีบุก (IV) ไอโอโคค้เข้าไปในชั้นโทลูอินแล้วสกัดมาในชั้นน้ำโดยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

จากตารางที่ 28 และรูปที่ 16 ยังคงพบความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงระหว่างปริมาณทินุก (IV) อีออนและค่าการดูดกลืนแสง มีช่วงเส้นตรง 0.0-80.0 $\mu\text{g}/50\text{ cm}^3$ หรือ 0.1-1.6 ppm และเมื่อมีความเข้มข้นตั้งแต่ 80.0 $\mu\text{g}/50\text{ cm}^3$ ขึ้นไปจะเริ่มเบี่ยงเบนไปจากกฎของเบียร์ มีความชันของกราฟ หรือ molar absorptivity (เมื่อ $b = 1\text{ cm}$) ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein เท่ากับ $1.07 \times 10^4\text{ dm}^3/\text{mol}$ ซึ่งน้อยกว่าวิธีการไม่ผ่านการสกัด รวมถึงค่าการดูดกลืนที่ความเข้มข้นต่าง ๆ โดยที่สารละลายทินุก (IV) อีออน 0.8 ppm จะมีค่าการดูดกลืนแสงน้อยกว่าอยู่ 10.0 % และค่าร้อยละการกลับคืน 90.0 เมื่อเทียบกับวิธีการไม่ผ่านการสกัด ทั้งนี้อาจเนื่องจากการสกัดทินุก (IV) ไอโอไดค์เข้าไปและออกจากชั้นโหลอื่นไม่สมบูรณ์ หรือมีทินุก (IV) ไอโอไดค์สูญเสียไประหว่างขั้นตอนการทดลอง จากการศึกษาการสกัดทินุก (IV) ไอโอไดค์ออกจากชั้นโหลอื่นโดยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก มีประสิทธิภาพการสกัดและวิธีการสกัดดีกว่าการสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ แต่วิธีการสกัดทั้ง 2 วิธียังไม่สามารถให้ค่าร้อยละการกลับคืนมากกว่า 90.0 ดังนั้น จึงต้องทำการทดลองหาวิธีที่เหมาะสมต่อไป

3) การสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

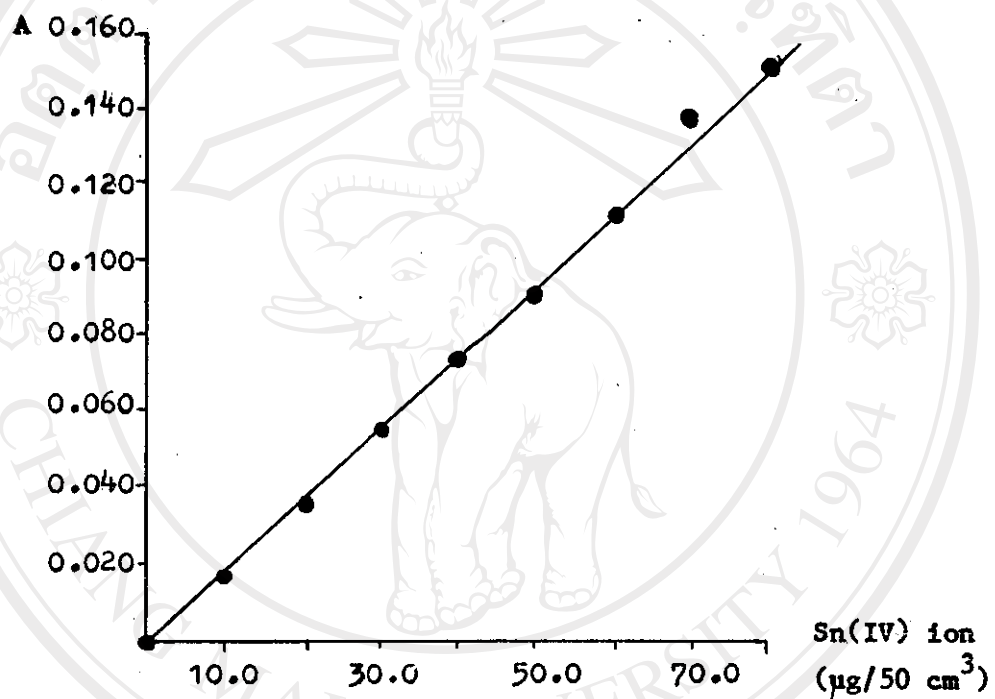
หาค่าไทเทรตของสารละลายทินุก (IV) อีออน 0.0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50.0, 60.0, 70.0, 80.0 μg ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว โดยสกัดทินุก (IV) ไอโอไดค์ออกจากโหลอื่นโดยเพิ่มสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1 N) 4 cm^3 สกัดเป็นเวลา 5 นาที หัก

ให้แยกชั้น เก็บสารละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ในขวดปริมาตร 50 cm³ สกัด
 ค่อยๆ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (0.1 N) 3 cm³ เป็นเวลา 5
 นาที ทิ้งให้แยกชั้นเก็บสารละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ ล้างโพลูอินด้วยน้ำกลั่น
 5 cm³ เก็บสารละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ สกัดค่อยๆ สารละลายกรด
 ไฮโดรคลอริก (1 N) 5 cm³ เป็นเวลา 5 นาที ทิ้งให้แยกชั้น เก็บสาร
 ละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ สกัดค่อยๆ สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (0.1 N)
 3 cm³ ทิ้งให้แยกชั้นเก็บสารละลายส่วนที่เป็นน้ำไว้ ล้างโพลูอินด้วยน้ำ
 กลั่น 5 cm³ โซลสารละลายที่ล้างน้ำรวมกับสารละลายทั้งหมดที่เก็บไว้ทั้งหมด
 ในขวดปริมาตร 50 cm³ โดยผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 29 และ
 รูปที่ 17

ตารางที่ 29 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณตะกั่ว (IV)
 ที่ทำงานได้จากการสกัดตะกั่ว (IV) ไอโอไดค์เข้าไปในชั้น
 โพลูอินแล้วสกัดกลับมาในชั้นน้ำโดยสารละลายโซเดียม
 ไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกของสาร
 ประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

Sn(IV) ion (µg/50 cm ³)	0.0	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0	60.0	70.0	80.0
A* x 10 ²	0.0	1.8	3.8	5.8	7.6	9.2	11.5	14.0	15.3

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 17 กราฟมาตรฐาน ของดีบุก (IV) อีออน ที่ได้จากการสกัดดีบุก (IV)

ไอโอโคค้เข้าไปในชั้นโทลูอินและสกัดกลับมาในชั้นน้ำ โดยสารละลาย
โซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ของสาร
ประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

จากตารางที่ 29 และรูปที่ 17 ยังคงพบความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงระหว่างปริมาณที่ดูด (IV) อีออนและค่าการดูดกลืนแสง ซึ่งมีช่วงเส้นตรงระหว่าง 0.0-80.0 $\mu\text{g}/50\text{ cm}^3$ หรือ 0.0-1.6 ppm และเมื่อมีความเข้มข้นตั้งแต่ 80.0 $\mu\text{g}/50\text{ cm}^3$ ขึ้นไปจะเริ่มเบี่ยงเบนไปจากกฎของเบียร์เช่นเดียวกันกับวิธีการไม่ผ่านการสกัด แต่ความชันของกราฟหรือ molar absorptivity (เมื่อ $b = 1\text{ cm}$) ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein เท่ากับ $1.14 \times 10^4\text{ dm}^3/\text{mol}$ ซึ่งน้อยกว่าวิธีการไม่ผ่านการสกัด รวมถึงค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่าง ๆ โดยที่สารละลายที่ดูด (IV) อีออน 0.8 ppm จะมีค่าการดูดกลืนแสงน้อยกว่าเท่ากับ 5.00 % และมีค่าร้อยละการกลับคืน 95.0 เมื่อเทียบกับวิธีการไม่ผ่านการสกัด ทั้งนี้เนื่องจากว่าการสกัดที่ดูด (IV) ไอโอโคค้เข้าไปและออกจากชั้นโหลอื่นก่อนล้างสมบูรณ์ หรือมีที่ดูด (IV) ไอโอโคค้สูญเสียระหว่างขั้นตอนการทดลองน้อย จากการศึกษากการสกัดที่ดูด (IV) ไอโอโคค้ออกจากชั้นโหลอื่นโดยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก มีประสิทธิภาพการสกัดที่ดีกว่าการสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดไฮโดรคลอริก โดยให้ค่าร้อยละการกลับคืนสูงกว่า 90.0 ดังนั้นในการทดลองต่อไปในการจัดสิ่งรบกวนก่อนการวิเคราะห์จะสกัดที่ดูด (IV) ไอโอโคค้เข้าไปในชั้นโหลอื่นแล้วสกัดกลับมาในชั้นน้ำโดยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

เมื่อเลือกใช้วิธีการสกัดที่ดูด (IV) ไอโอโคค้ออกจากชั้นโหลอื่นโดยการสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก เป็นวิธีการที่เหมาะสมในการสกัดที่ดูด (IV) ไอโอโคค้ออกจากชั้น

โหล้อื่นมาในชั้นน้ำแล้ว ก็มีความจำเป็นที่จะต้องศึกษาหาช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ปริมาณค่าสุดของการวิเคราะห์ ความแม่นยำและค่าร้อยละการกลับคืนของวิธีการวิเคราะห์ เพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องและความมั่นใจในผลการวิเคราะห์

3.1) การศึกษาช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 29 และรูปที่ 17

3.2) การศึกษาปริมาณค่าสุดของการวิเคราะห์⁽⁴⁹⁾ ทำได้โดยเตรียมสารละลายทินุก (IV) อีออนเข้มข้น $0.0 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ (reagent blank) จำนวน 10 ครั้ง ทำการทดลองโดยสภาวะที่เหมาะสมทั้งกล่าว ได้ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 30

ตารางที่ 30 ผลการวัดค่าการดูดกลืนแสงของ reagent blank ที่ได้จากการสกัดทินุก (IV) ไอโอไดค์เข้าไปในชั้นโหล้อื่นแล้วสกัดกลับมาในชั้นน้ำโดยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

การทดลอง (ครั้งที่)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$A \times 10^2$ reagent blank	7.0	7.0	6.8	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0	6.8	7.2

$$\bar{X} = 7.0 \times 10^{-2}$$

$$S.D. = 1.14 \times 10^{-3}$$

การหาปริมาณต่ำสุดของวิธีการวิเคราะห์หาได้ดังนี้คือ (จากรูปที่ 17)

ความชัน (slope) ของเส้นกราฟมาตรฐาน (IV) อีออน

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\text{Absorbance}}{\text{Concentration}} \\
 &= \frac{0.102 - 0.000}{53.3 - 0.0} \\
 &= \frac{0.102}{\left(\frac{53.3}{118.70}\right) \times 10^{-6} \times 20} \\
 &= 1.14 \times 10^4 \text{ dm}^3/\text{mol}
 \end{aligned}$$

จากกฎของเบียร์

$$A = \epsilon bc$$

เมื่อ A = ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance)

ϵ = molar absorptivity

b = ความหนาของเซลล์ (cm)

c = ความเข้มข้นของสาร (mol/dm^3)

$$\text{slope} = \frac{A}{c} = \epsilon b$$

$$\text{slope} = \epsilon \quad (b = 1 \text{ cm})$$

ดังนั้น molar absorptivity

$$= 1.14 \times 10^4 \text{ dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$$

จากนิยาม $2\sigma = A = \xi bc$

$\sigma = \text{standard deviation}$

$$c = \frac{2\sigma}{\xi b}$$

$$c = \frac{2 \times 1.14 \times 10^{-3}}{1.14 \times 10^4 \times 1}$$

$$= 2.00 \times 10^{-7} \text{ mol/dm}^3$$

$$= 2.00 \times 10^{-7} \times 118.70 \times 10^3$$

$$= 2.4 \times 10^{-2} \text{ ppm}$$

ดังนั้น ปริมาณต่ำสุดของวิธีการนี้เป็น $2.4 \times 10^{-2} \text{ ppm}$

และค่า molar absorptivity ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein เป็น $1.14 \times 10^4 \text{ dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ และความยาวคลื่น 520 nm

3.3) การศึกษาความแม่นยำและการขยายผลการวัดของวิธีการ

วิเคราะห์⁽⁵⁰⁾ ทำได้โดยเตรียมสารละลายซีบุก (IV) ชีออน 40.0 μg จำนวน 10 ครั้ง ทำการทดลองโดยหลักการที่เหมาะสมดังกล่าว คำนวณหาปริมาณซีบุก จาก รูปที่ 10 และ 17 และการขยายผลการวัดขึ้น โดยผลการทดลองดังแสดงไว้ในตาราง

ตารางที่ 31 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณตะกั่ว (IV) ไอออน $40.0 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ ที่ได้จากสารสกัดตะกั่ว (IV) ไอโอดีนเข้าไปในชั้นโพลูซินแล้วสกัดกลับมาในชั้นน้ำโดยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทดสอบด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

สารละลาย ที่	Absorbance ($\text{Sn(IV)} 40.0 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$)	Sn(IV) ion ที่พบ ($\mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$)		การย่อยและการกลับคืน Sn(IV) ion	
		จากรูปที่ 17	จากรูปที่ 10	จากรูปที่ 17	จากรูปที่ 10
1	0.075	39.2	37.7	98.0	94.2
2	0.075	39.2	37.7	98.0	94.2
3	0.080	41.8	40.2	104.5	100.5
4	0.080	41.8	40.2	104.5	100.5
5	0.082	42.9	41.3	107.2	103.2
6	0.080	41.8	40.2	104.5	100.5
7	0.075	39.2	37.7	98.0	94.2
8	0.080	41.8	40.2	104.5	100.5
9	0.072	37.6	36.2	94.0	90.5
10	0.078	40.8	39.2	102.0	98.0
$\bar{x}$	0.078	40.6	38.8	101.5	97.6
S.D.	3.23×10^{-3}	1.70	1.63	4.24	4.08
% R.S.D.	4.14	4.19	4.20	4.18	4.18

จากตารางที่ 31 พบปริมาณคีนุกในสารละลายมาตรฐาน คีนุก (IV) อีออนโดยเฉลี่ยเท่ากับ $40.6 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S.D.) เท่ากับ 1.70 และเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (% R.S.D.) เท่ากับ 4.19 จากการศึกษาความแม่นยำของสารละลายคีนุก (IV) อีออน $40.0 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ สามารถวิเคราะห์พบปริมาณคีนุก (IV) อีออน $40.6 \pm 1.70 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ ส่วนผลการคำนวณค่าร้อยละการกลับคืนโคคาเฉลี่ยเท่ากับ 101.5 ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน เท่ากับ 4.24 และเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 4.18 จากการศึกษาการร้อยละการกลับคืนของสารละลายคีนุก (IV) อีออน $40.0 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ สามารถหาค่าร้อยละการกลับคืนได้ 101.5 ± 4.24

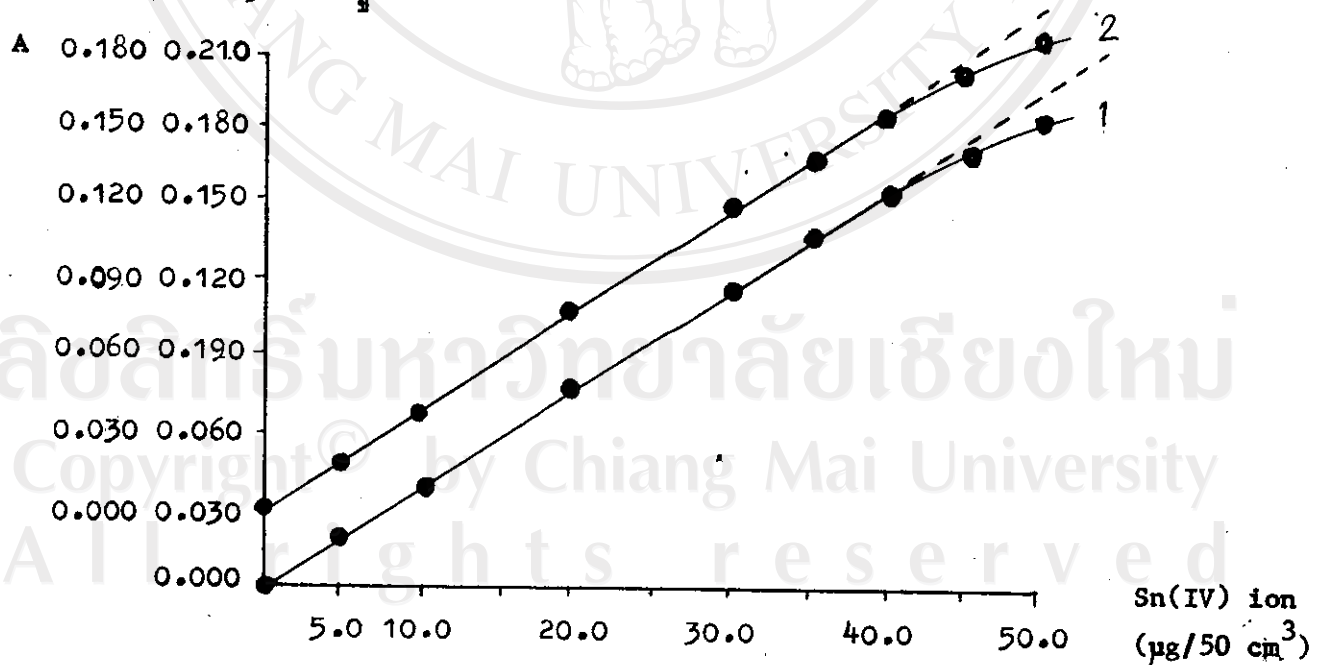
ผลการวิเคราะห์ปริมาณคีนุกและการร้อยละการกลับคืนของปริมาณคีนุกอีออน $40.0 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ โดยวิธีนี้เมื่อคิดเทียบกับกราฟมาตรฐานของคีนุก (IV) อีออนโดยปราศจากการสกัด (รูปที่ 10) พบปริมาณคีนุก (IV) อีออน $38.8 \pm 1.63 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ และการร้อยละการกลับคืนเท่ากับ $97.6 \pm 4.08 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าวิธีการสกัดนี้เหมาะสมในการใช้ทำให้คีนุก (IV) อีออนแยกออกจากสิ่งรบกวนก่อนที่จะมาดำเนินการวิเคราะห์ต่อไป โดยไม่ทำให้คีนุก (IV) อีออนสูญเสียไปจนมีผลต่อการทดลอง

3.4.13 การศึกษาผลของสารละลายเมธิลีนบลู

สารละลายเมธิลีนบลูเป็น reagent ที่อาจใช้ในการวิเคราะห์คีนุกโดยวิธีเทียบสีร่วมกับสารละลายกาเลอิน^(46, 56) เพื่อทำให้การสังเกตสีชัดเจนยิ่งขึ้น เพื่อหาปริมาณคีนุกในสารตัวอย่างโดยการเทียบสีกับสารละลาย

คีมุขมาตรฐาน โดยสารละลายเมธิลีนบลูมีสีน้ำเงินเมื่อเติมลงไป
 reagent blank สีจะเกิดการเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีเขียว และ
 สารละลายคีมุขมาตรฐาน จะมีสีเข้มขึ้นกว่าเดิม ดังนั้นจึงจำเป็นต้อง
 ศึกษาผลของสารละลายเมธิลีนบลูที่มีต่อการวิเคราะห์คีมุขโดยวิธีสเปก
 โตรโฟโตเมตรี

การศึกษาผลของสารละลาย เมธิลีนบลูที่มีต่อการวิเคราะห์
 คีมุขโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ทำได้โดยเตรียมสารละลายคีมุข (IV)
 อีออนเข้มข้น 0.0, 5.0, 10.0, 20.0, 30.0, 35.0, 45.0 และ
 50.0 $\mu\text{g}/25\text{ cm}^3$ ทำการหกลองโดยสภาวะที่เหมาะสม โดยเติม
 สารละลายเมธิลีนบลู จำนวน 2 cm^3 ได้ผลการหกลองดังแสดงไว้ใน
 ตารางที่ 32 และรูปที่ 18



รูปที่ 18 กราฟมาตรฐานของคีมุข (IV) อีออน ของสารประกอบเชิงซ้อน $\text{Sn(IV)}-\text{Gallein}$

(1) เมื่อไม่มีสารละลายเมธิลีนบลู

(2) เมื่อมีสารละลายเมธิลีนบลู

ตารางที่ 32 ความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนแสงเมื่อมีสารละลายไอซีดีกับปริมาณไอซีดี (IV) ไอออนของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein

Sn(IV) ion ($\mu\text{g}/25\text{ cm}^3$)	0.0	5.0	10.0	20.0	30.0	35.0	40.0	45.0	50.0
$A^* \times 10^2$	0.0	2.0	3.9	8.1	12.2	13.9	15.6	17.8	19.0

*ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง

จากตารางที่ 32 และรูปที่ 18 ยังคงพบความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณทินุก (IV) อีออน มีช่วงเส้นตรงระหว่าง $0.0-40.0 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ หรือ $0.0-1.6 \text{ ppm}$ และเมื่อมีความเข้มข้นตั้งแต่ $40.0 \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ ขึ้นไปจะเริ่มเบี่ยงเบนไปจากกฎของเบียร์ โดยมีความชันของเส้นกราฟ หรือ molar absorptivity (เมื่อ $b = 1 \text{ cm}$) ของสารประกอบเชิงซ้อนเป็น $1.18 \times 10^4 \text{ dm}^3/\text{mol}$ ณ ความยาวคลื่น 520 nm เท่ากับที่ไม่มีสารละลายเมธิลีนบลู แสดงให้เห็นว่าการเติมสารละลายเมธิลีนบลูในการวิเคราะห์หาปริมาณทินุกโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein ไม่มีความจำเป็นเพราะไม่มีผลต่อการเพิ่ม sensitivity ของการวิเคราะห์เป็นแต่เพียง screening agent เพื่อให้การสังเกตสีโดยวิธีเทียบสีได้ง่ายขึ้น ดังนั้นในการทดลองนี้จึงไม่ใช้สารละลายเมธิลีนบลูในการวิเคราะห์หาปริมาณทินุก

3.5 สรุปผลการทดลอง

จากผลการทดลองวิเคราะห์หาปริมาณทินุกในสารละลายมาทราบโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยมีกาเลอินเป็น complexing agent เกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Gallein สามารถหาสภาวะที่เหมาะสมในการทำการวิเคราะห์ได้ดังนี้

ในกรณีที่ทำการวิเคราะห์ในขวดปริมาตรขนาด 25 cm^3 จะต้องมีทินุก (IV) อีออนอยู่ไม่เกิน $40.0 \mu\text{g}$ และเติมสารละลายต่าง ๆ ดังนี้ ($0.0-1.6 \text{ ppm}$)

- สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (1 N)	จำนวน 1	cm ³
- สารละลายเจอรากิน (1 %)	จำนวน 1	cm ³
- สารละลายคลอโรอาซิเทปฟเฟอ	จำนวน 10	cm ³
- สารละลายกรดแอสคอบิก (5 %)	จำนวน 1	cm ³
- สารละลายกรดทาร์ทาริก (5 %)	จำนวน 0.5	cm ³
- สารละลายกาเลอีน (0.05 %)	จำนวน 0.5	cm ³

เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร 25 cm³ เขย่าสารละลายให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 520 nm เทียบกับ reagent blank ค่าการดูดกลืนแสงที่ได้นำไปหาปริมาณที่บอกจากกราฟมาตรฐาน ของคีนูก (IV) อีออนที่เตรียมขึ้นทุกครั้งสำหรับการวิเคราะห์ สารประกอบเชิงซ้อนนี้มีค่า molar absorptivity เป็น $1.18 \times 10^4 \text{ dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ มีปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์เป็น $2.1 \times 10^{-2} \text{ ppm}$ ความแม่นยำและค่าความถูกต้องของการวิเคราะห์คีนูก (IV) อีออน $30.0 \text{ } \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ จำนวน 10 ครั้ง พบปริมาณคีนูก $29.9 \pm 0.26 \text{ } \mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ และการย่อยและการกลับคืน 99.7 ± 0.88

จากสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าวได้มีการศึกษาผลรบกวนของ interfering ion อื่น ๆ พบว่ามี interfering ion เป็นจำนวนมากมีผลต่อการวิเคราะห์ จึงได้ศึกษาเพื่อหาวิธีการกำจัด interfering ion ออกจากสารละลายก่อนจะนำมาวิเคราะห์หาปริมาณคีนูกพบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดทำได้ดังนี้

- เตรียมสารละลายคีนุก (IV) ไอโอไดค์ จากสารละลายผสมระหว่างสารละลายกรดซัลฟูริก (9 N) จำนวน 25 cm^3 และสารละลายโพตัสเซียมไอโอไดค์/จำนวน 2.5 cm^3 เติมสารละลายแอมโมเนียมไอโอไดค์ (20 %) จำนวน 2 cm^3

- สกัดคีนุก (IV) ไอโอไดค์เข้าไปในชั้นโทลูอีน จำนวน 10 cm^3 ล้างโทลูอีนด้วยสารละลายผสมดังกล่าว จำนวน 5 cm^3

- สกัดคีนุก (IV) ไอโอไดค์ในชั้นโทลูอีนกลับมาในชั้นน้ำโดยทำการสกัด 2 ชั้น

สกัดชั้นที่ 1 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1 N) จำนวน 4 cm^3
 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (0.1 N) จำนวน 3 cm^3
 ล้างโทลูอีนด้วยน้ำกลั่น จำนวน 5 cm^3

สกัดชั้นที่ 2 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (1 N) จำนวน 5 cm^3
 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (0.1 N) จำนวน 3 cm^3
 ล้างโทลูอีนด้วยน้ำกลั่น จำนวน 5 cm^3

รวบรวมสารละลายน้ำที่ได้ออกจากการสกัดชั้นที่ 1 และ 2 ในขวดปริมาตร 50 cm^3 ทำการวิเคราะห์หาปริมาณคีนุกโดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว โดยเติมสารละลายต่าง ๆ เป็น 2 เท่า เนื่องจากใช้ขวดปริมาตร 50 cm^3 แทน 25 cm^3 ยกเว้นสารละลายคลอโรอาซิเทมพิฟเฟอร์ ยังคงใช้จำนวน 10 cm^3 เท่าเดิม จากการสกัดโดยวิธีนี้ กราฟมาตรฐานของคีนุก (IV) อีออน มีช่วงเส้นตรง $0.0-80.0 \text{ } \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ หรือ $0.0-1.6 \text{ cm}^3$ สารประกอบเชิงซ้อนนี้มีค่า molar absorptivity เป็น $1.14 \times 10^4 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ มีปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์เป็น $2.4 \times 10^{-2} \text{ ppm}$

ความแม่นยำและค่าความถูกต้องของการวิเคราะห์ที่บุก (IV) ซึ่ออน 40.0 $\mu\text{g}/25 \text{ cm}^3$ จำนวน 10 ครั้ง พบปริมาณที่บุก $40.6 \pm 1.70 \mu\text{g}/50 \text{ cm}^3$ ค่าร้อยละการกลับคืน 101.5 ± 4.24 และมีประสิทธิภาพการสกัดเทียบกับวิธีการที่ไม่ผ่านการสกัด มีค่าร้อยละการกลับคืน 97.6 ± 4.08

ดังนั้น ในการวิเคราะห์ตัวอย่างโดยสถานะที่เหมาะสมเมื่อมีสารละลาย masking agent อยู่ไม่สามารถขจัดผลรบกวนของ interfering ion ได้แล้ว จึงใช้วิธีการสกัดด้วยโพลูอินเพื่อแยกเอา interfering ออกก่อนทำการวิเคราะห์โดยสถานะที่เหมาะสม ซึ่งสามารถขจัดหรือลดผลรบกวนของ interfering ion ได้ ทำให้ผลการวิเคราะห์ถูกต้องยิ่งขึ้น แต่ไม่ควรใช้วิธีการสกัดในตัวอย่างที่ไม่มี interfering ion เพราะจะเพิ่มความยุ่งยาก ลด molar absorptivity ของสารประกอบเชิงซ้อน ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์ ความถูกต้องและความแม่นยำของการวิเคราะห์