บทที่ 4

การวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกในสารละลายมาตรฐานโดยวิธีสเปคโตรโฟโตเมตรี โดยมีฟีนิลฟลูโอโรนเป็น complexing agent

4.1 การวิเคราะห์โดยมีฟีนิลฟลูโอโรนเป็น complexing agent

4.1.1 ประวัติการวิเคราะห์

ในปี ค.ศ.1956 Luke และ Campbell[57] ได้ค้นพบว่าฟีนิลฟลูโอโรน เป็น reagent ที่สามารถใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณดีบุก และได้มีการพัฒนาต่อมาตามลำดับ ในการวิเคราะห์ดีบุกในตัวอย่างต่าง ๆ [58] เช่น ดิน หิน แร่ โลหะผสม น้ำ ฯลฯ มีอิออนต่าง ๆ เป็นจำนวนมากที่มีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์ เช่น Ge, Ti, Zn, Sb, Fe, Bi, Mo, Te, Pb, Cu, U, Na, Ta, Al, Th, F^-, PO_4^{3-} ฯลฯ จึงจำเป็นต้องกำจัดอิออนที่รบกวนโดยวิธีการต่าง ๆ โดย masking agent เช่น H_2O_2[52], tartaric acid[59], ascorbic-acid[60], EDTA[58], oxalate[52] ฯลฯ หรือการตกตะกอนร่วมของดีบุกออกจากอิออนที่รบกวน เช่น MnO_2 และ $Be(OH)_2$[61], $Fe(OH)_4$[62] ฯลฯ หรือการกลั่น[63] หรือการสกัด เช่น สกัดดีบุก (IV) อิออนในรูปดีบุก (IV) ไอโอไดด์เข้าไปในชั้นเบนซีน, สารประกอบเชิงซ้อน Sn - 8 hydroxyquinoline เข้าไปในชั้นคลอโรฟอร์ม[64] หรือการใช้คอลัมน์ เช่น Dowex 1 - x1 resin[51], Amberlite IR - 400 resin[26], AV - 17 anionite[65] ฯลฯ หรือการทำให้เกิด SnH_4[66] แล้วจึงทำการวิเคราะห์โดยการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone ในสารละลายน้ำโดยใช้ gum acacia[14], gelatin[59] หรือ ethanol[67] เป็น protective colloid หรือในสารละลายที่มี organic solvent[68] ที่สารละลาย pH ต่าง ๆ เช่น 5.0[69], 3.5[70], 1.0[26] ฯลฯ ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่เวลาต่าง ๆ เช่น วัดทันทีเก็บไว้หลังทำปฏิกิริยา 10[70], 60 นาที[71] ฯลฯ ที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ เช่น 500[68], 525[26], 530[71] นาโนเมตร ฯลฯ ส่วนการเพิ่ม sensitivity ทำได้โดยเติม reagent เช่น antipyrine[68], cetyltrimetylammonium bromide[71] (CTAB)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตัวอย่างการวิเคราะห์ เช่น ในปี ค.ศ.1956 Luke[69] ศึกษาความเป็นไปได้ของวิธีการในสารละลายน้ำ pH 5.0 โดยมี gum acacia เป็น protective colloid H_2O_2 เป็น masking agent เติมฟีนิลฟลูโอโรน วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510 nm ในปี ค.ศ.1971 Smith[26] วิเคราะห์ดีบุกใน silicate, limestone, ferromanganese โดยย่อย silicate ด้วย HF - HCl, limestone และ ferromanganese ด้วย HCl(6N) ถ้ามีสารอินทรีย์ใช้ H_2O_2 ร่วมด้วย กำจัดอิออนที่รบกวนโดยใช้คอลัมน์ Amberlite IR - 400 แล้วสกัดดีบุก(IV)อิออน ในรูปดีบุก (IV) ไอโอไดด์ ไปในชั้นโทลูอีน สกัดกลับมาในชั้นน้ำปรับ pH 1.0 โดยมีเอทธานอลเป็น protective colloid เติมฟีนิลฟลูโอโรนวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 525 nm ได้กราฟมาตรฐานมีช่วงเส้นตรง 0.3 - 3.0 $\mu g/cm^3$ ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์ 0.1 ppm ในปี ค.ศ.1975 Olenovich และ Savenko[68] วิเคราะห์ดีบุกใน bronze และ metallic antimony เพิ่มsensityvityของวิธีการโดยใช้ antipyrine โดยสกัดสารประกอบเชิงซ้อน 1 Sn(IV): 1 Phenylfluorone: 2 Antipyrine: $1I^-$ เข้าไปในชั้นคลอโรฟอร์ม จากสารละลาย pH 2.4-2.5 วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 500 nm molar absorptivity ของสารประกอบเชิงซ้อนนี้เป็น 5.9×10^4 กราฟมาตรฐานมีช่วงเส้นตรง 0.54 - 2.02 $\mu g/cm^3$

4.1.2 รายละเอียดเกี่ยวกับฟีนิลฟลูโอโรน[45]

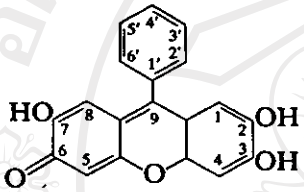
ฟีนิลฟลูโอโรน เป็น complexing agent ในการวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกโดยวิธีสเปคโทรโฟโตเมตรี โดยทำปฏิกิริยากับดีบุก(IV) อิออนเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone.

2, 3, 7, - trihydroxy - 9 - phenyl - 6-fluorone

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

(2, 6, 7, - tirhydroxy - 9 - phenylisoxanthene - 3 - one)
มีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูป

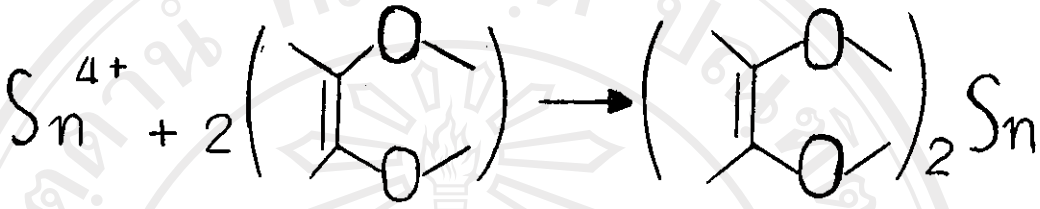
มี empirical formula $C_{19}H_{11}O_5$
มี น้ำหนักโมเลกุลเป็น 320.3



โดยทั่วไปนิยมเรียกว่า ฟีนิลฟลูโอโรน มีลักษณะเป็นผงสีส้ม สามารถตกผลึกจากสารละลายอัลกอฮอล์ในสภาพกรดโดยเติมแอมโมเนีย อาจมีสารแปลกปลอมผสมอยู่ด้วยคือ 4 benzylidene - 2, 5 - dihydroxycyclohexa - 2,5 - diene-1-one ซึ่งสามารถขจัดได้ด้วยการสกัดด้วยเอทธานอลใน soxhlet เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ละลายน้ำได้เล็กน้อย (3×10^{-7} M ในเอทธานอล 20% ที่ 25°C) เป็น ampholyte ใน เอทธานอล (20%) มีค่าการแตกตัว pK_1 (H_4Pf^+) เท่ากับ 2.3 pK_2(H_3Pf) เท่ากับ 7.0 ทำปฏิกิริยากับดีบุก (IV) อิออน 1Sn(IV): - 2 Phenylfluorone โครงสร้างที่แน่นอนยังไม่ทราบ ในสารละลาย pH 8 เอทธานอล(20%) เกิด greenish fluorescence และในสภาพเบสที่รุนแรงจะเกิด HPf^{2-} ซึ่งสารนี้จะถูกทำลายอย่างช้า ๆ ในสารละลายเบสที่รุนแรงนี้

ฟีนิลฟลูโอโรน มีประโยชน์ในการวิเคราะห์ Ge และธาตุ Oxphilic ที่มีวาเลนซี่สูง เช่น Mo(VI), Sn(IV), Ti(IV), Zr, Nb และ Ta รวมถึง Al และ Bi ทำปฏิกิริยากับดีบุก (IV) อิออน ได้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีละลายน้ำได้น้อย จึงอยู่ในสภาพแขวนลอย (supension-colloid) หรือละลายได้ในสารละลายเอทธานอล (40%) [26,27] ปฏิกิริยาที่เกิดคือ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



4.2 การทดลอง

4.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1 ในบทที่ 3

4.2.2 สารเคมี

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.2 ในบทที่ 3 มีเพิ่มเติม

- Phenylfluorone, purum ผลิตโดยบริษัท Fluka, Switzerland

4.2.3 การเตรียมสารละลาย

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.3 ในบทที่ 3 มีเพิ่มเติม

- สารละลายฟีนิลฟลูโอโรน (0.004 %) w/v ในเอทธานอล 100 cm^3
  เติมสารละลายกรดซัลฟูริก (9N) 5 หยด

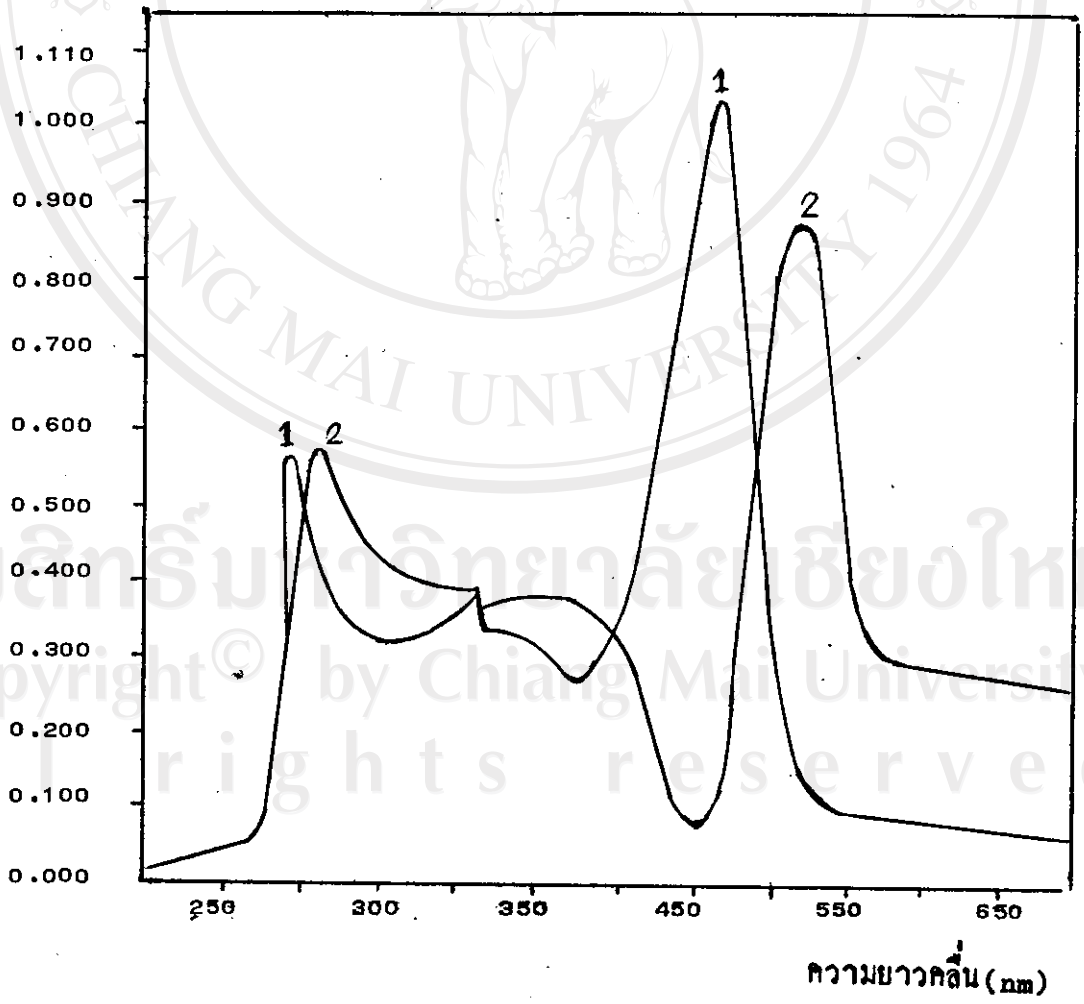
4.3 วิธีการทดลองผลการทดลองและวิจารณ์

4.3.1 การศึกษาความยาวคลื่นที่เหมาะสม

ทำได้โดยเตรียมสารละลายดีบุก (IV) อิออนเข้มข้น 25.0 $\mu g/25cm^3$ ทำการทดลองโดยปิเปตสารละลายดีบุกมาตรฐาน 100.0 $\mu g/cm^3$ จำนวน 0.25cm^3

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ลงในขวดปริมาตรขนาด 25 cm^3 เติมสารละลายเจลลาติน (1%) 2 cm^3 ปรับ pH ของสารละลายให้ได้ 1.0 - 1.5 โดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริก เติมสารละลายฟีนิลฟลูโอโรน (0.004%) 10 cm^3 แล้วเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรครบ 25cm^3 เขย่าสารละลายให้เข้ากัน เก็บสารละลายไว้ 90 นาที ใช้ cell ที่มี path length 1 cm นำไป scan สเปคตรัมด้วยเครื่อง sp 8000 spectrophotometer เทียบกับ reagent blank และวัดค่าการดูดกลืนแสงของ reagent blank เทียบกับน้ำกลั่น ได้สเปคตรัมดังแสดงในรูปที่ 19



รูปที่ 19 สเปคตรัมของ (1) สารละลาย reagent blank
(2) สารละลายสารประกอบเชิงซ้อน
Sn(IV) - Phenylfluorone

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากรูปที่ 19 แสดงให้เห็นว่าสารละลายฟีนิลฟลูโอโรนเมื่อเทียบกับน้ำกลั่น และสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone เมื่อเทียบกับ reagent blank มีค่าการดูดกลืนแสงมากที่สุดที่ ความยาวคลื่น 465 และ 525 nm ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองของ Smith[26] ดังนั้น ความยาวคลื่นที่เหมาะสมในการทดลองนี้จะใช้ความยาวคลื่น 525 nm

4.3.2 การศึกษาผลของ pH

ทำได้โดยเตรียมสารละลายดีบุก (IV) อิออนเข้มข้น 40.0 $\mu g/25\ cm^3$ ทำการทดลองภายใต้สภาวะที่เหมาะสมดังกล่าว โดยเติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 0.5, 1.0, 1.5, 2.5, 3.0, 4.0, 5.0, 7.0, 8.0, 9.0 และ 10.0 จำนวน 10 cm^3 วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 525 nm ด้วยเครื่อง Sp6 spectrophotometer ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 33 และรูปที่ 20

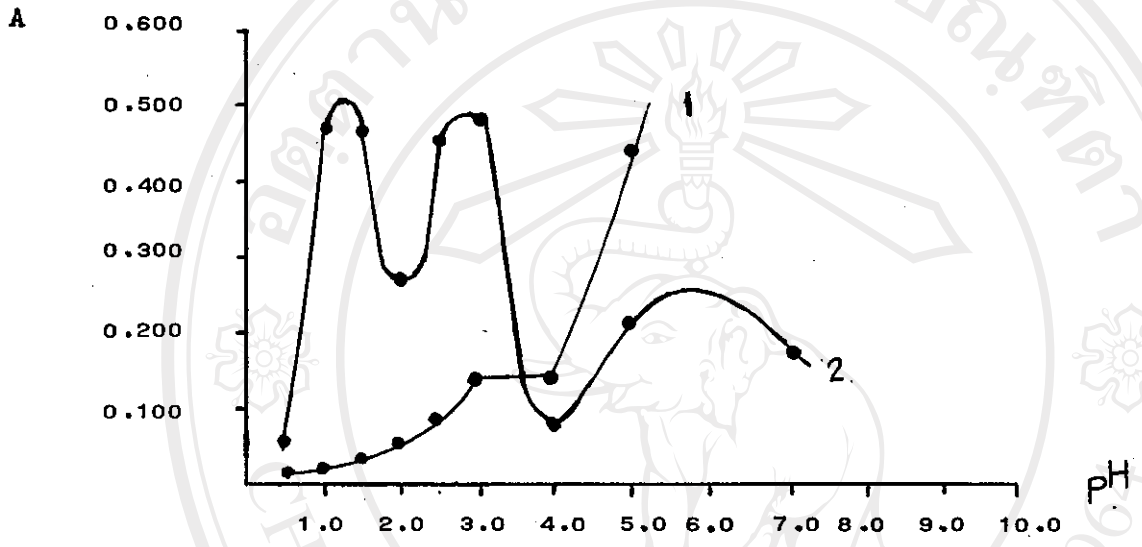
ตารางที่ 33 ความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone.

pH	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	4.0	5.0	7.0	8.0	9.0	10.5
$A^* \times 10^2$ (reagent blank)	1.4	2.2	4.2	6.0	9.5	14.5	16.8	44.4	76.5	122.0	128.0	123.5
$A^* \times 10^2$ (Sn(IV) 40.0µg/25cm^3	5.8	46.9	46.6	26.8	46.2	48.6	8.5	22.0	18.0	-	-	-

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง

\- วัดค่าการดูดกลืนแสงดีบุก (IV) อิออนไม่ได้ เนื่องจากการปรับ reagent blank

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 20 กราฟผลของ pH ที่มีต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone

(1) สารละลาย reagent blank

(2) สารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากตารางที่ 33 และรูปที่ 20 แสดงให้เห็นช่วง pH 1.0 - 1.5 เป็นช่วง pH ที่เหมาะสมในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone กล่าวคือให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดเมื่อเทียบกับ reagent blank และ reagent blank เมื่อเทียบกับน้ำกลั่นมีค่าต่ำ ดังนั้น ในการทดลองนี้จะควบคุม pH ของสารละลายให้มี pH 1.0 - 1.5 โดยการปรับ pH ด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก

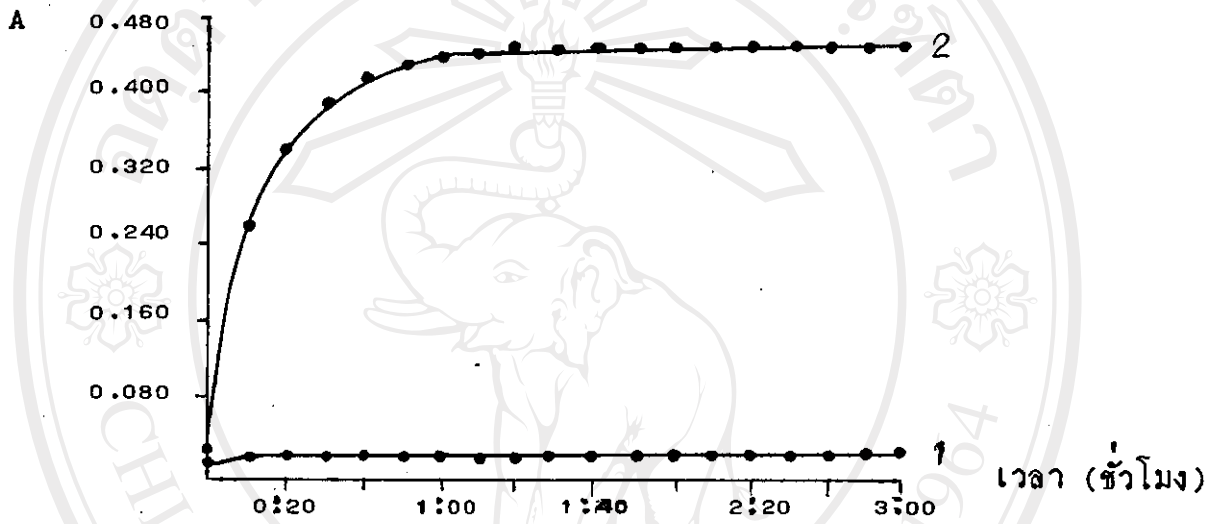
4.3.3 การศึกษาเสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อน

ทำได้โดยเตรียมสารละลายดีบุก (IV) อิออนเข้มข้น 400.0 $\mu g/250cm^3$ ทำการทดลองภายใต้สภาวะที่เหมาะสม ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงทันทีและที่เวลาต่าง ๆ ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 34 และรูปที่ 21

ตารางที่ 34 ค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone ที่เวลาต่าง ๆ

เวลา (ชั่วโมง)	A x 10^2		เวลา (ชั่วโมง)	A x 10^2	
	reagent blank	Sn(IV) 400.0 $\mu g/250cm^3$		reagent blank	Sn(IV) 400.0 $\mu g/250cm^3$
0:00	1.6	2.9	1:40	2.2	45.5
0:10	2.2	26.8	1:50	2.2	45.6
0:20	2.1	34.8	2:00	2.2	45.6
0:30	2.2	40.1	2:10	2.4	45.8
0:40	2.2	42.5	2:20	2.4	46.0
0:50	2.2	43.6	2:30	2.4	46.0
1:00	2.4	44.0	2:40	2.5	46.0
1:10	2.4	44.8	2:50	2.7	45.8
1:20	2.5	45.2	3:00	2.7	46.0
1:30	2.2	45.2	8:00	3.4	45.8

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 21 กราฟค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone ที่เวลาต่าง ๆ

(1) สารละลาย reagent blank

(2) สารละลาย สารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone

จากตารางที่34 และรูปที่ 21 แสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาระหว่างดีบุก (IV) ออออนกับฟีนิลฟลูโอโรนจะเกิดสมบูรณ์เมื่อเวลาผ่านไป 90 นาที เสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone ค่อนข้างสูงสังเกตุจากค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้มีค่าค่อนข้างคงที่โดยมีค่าการเปลี่ยนแปลงน้อยมากหรือไม่เปลี่ยนแปลงเลยนานกว่า 8 ชั่วโมง ดังนั้น ในการทดลองนี้จะเก็บสารละลายไว้เป็นเวลา 90 นาที หลังจากเขย่าสารละลายให้เข้ากันเพื่อทำให้ปฏิกิริยาสมบูรณ์แล้วจึงทำการวัดค่าการดูดกลืนแสง เพื่อจะได้ข้อมูลที่มีความถูกต้องและมีความแม่นยำสูง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

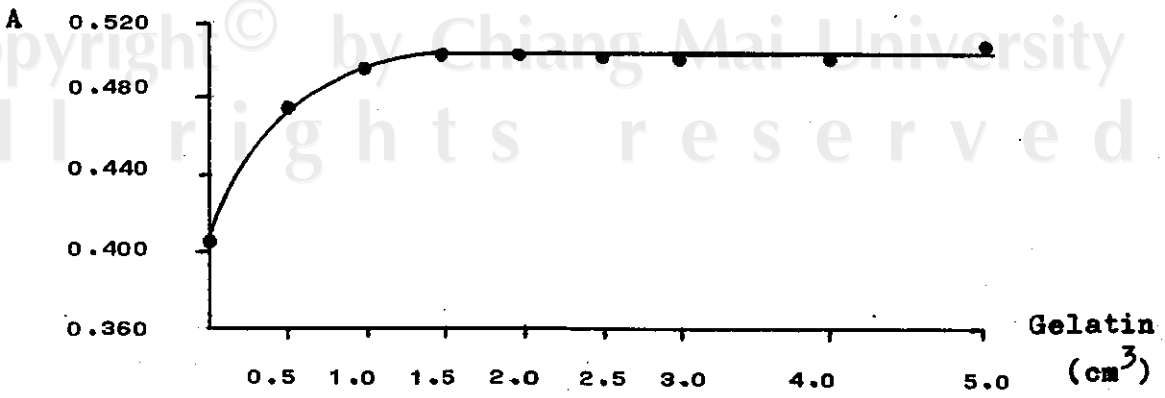
4.3.4 การศึกษาผลของสารละลายเจลลาติน

ทำได้โดยเตรียมสารละลายดีบุก (IV) ไอออนเข้มข้น 40.0 $\mu g/25cm^3$ ทำการทดลองภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยเติมสารละลายเจลลาติน (1%) จำนวน 0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0 และ 5.0 cm^3 ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่35 และรูปที่ 22

ตารางที่35 การศึกษาผลของสารละลายเจลลาตินต่อเสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone

Gelatin (cm^3)	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	4.0	5.0
$A^* \times 10^2$ (Sn(IV) 40.0 $\mu g/25cm^3$)	38.4	43.8	45.6	46.2	46.2	45.9	46.0	46.0	46.7

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 22 กราฟผลของสารละลายเจลลาตินปริมาณต่าง ๆ ต่อค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากตารางที่35 และรูปที่ 22 พบว่าเมื่อเติมสารละลายเจลลาติน(1%) ลงไปค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone จะเพิ่มขึ้นจาก 0.0 - 1.5 cm^3 และมีค่าคงที่ตั้งแต่ 1.5 - 5.0 cm^3 แสดงให้เห็นว่าสารละลายเจลลาตินมีผลต่อเสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อนนี้ ดังนั้นในการทดลองนี้จะเติมสารละลายเจลลาติน (1%) ปริมาณ 2 cm^3

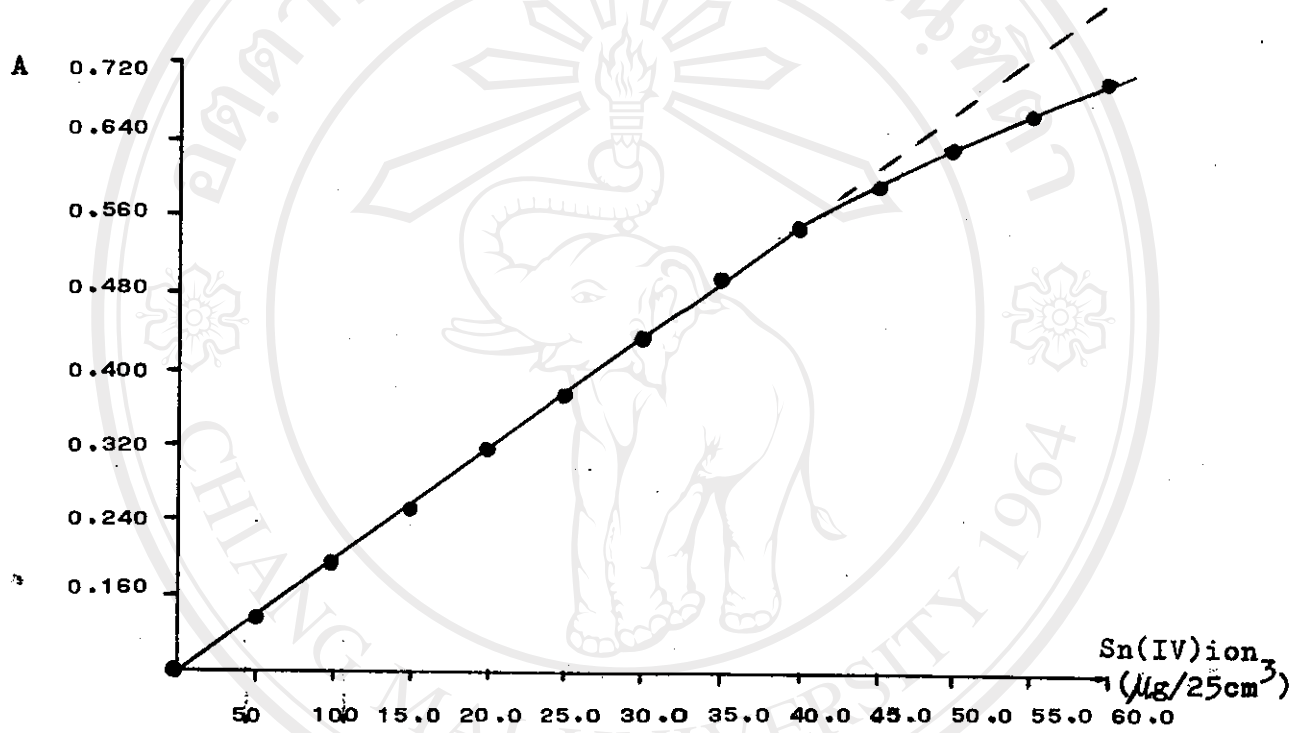
4.3.5 การศึกษาช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

ทำได้โดยเตรียมสารละลายดีบุก (IV) อิออนเข้มข้น 0.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0, 35.0, 40.0, 45.0, 50.0,,50.0, 55.0 และ 60.0 $\mu g/25\ cm^3$ ทำการทดลองภายใต้สภาวะที่เหมาะสม ได้ผลการทดลอง ดังแสดงไว้ในตารางที่36 และรูปที่ 23

ตารางที่36 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณดีบุก (IV) อิออนต่าง ๆ ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone

Sn(IV)ion ($\mu g/25\ cm^3$)	Absorbance		
	Exp.1	Exp.2	Average
0.0	0.000	0.000	0.000
5.0	0.058	0.059	0.059
10.0	0.120	0.120	0.120
15.0	0.175	0.178	0.176
20.0	0.240	0.238	0.239
25.0	0.302	0.300	0.301
30.0	0.358	0.360	0.359
35.0	0.415	0.412	0.414
40.0	0.465	0.465	0.465
45.0	0.518	0.510	0.514
50.0	0.550	0.562	0.556
55.0	0.592	0.592	0.592
60.0	0.632	0.630	0.631

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 23 กราฟมาตรฐานของดีบุก (IV) อิออน ของสารประกอบเชิงซ้อน
Sn(IV) - Phenylfluorone

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากตารางที่36 และรูปที่ 23 พบความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณดีบุก (IV) อิออนและค่าการดูดกลืนแสงมีช่วงเส้นตรง 0.0 - 35.0 $\mu g/25\ cm^3$ หรือ 0.0 - 1.4 ppm ดีบุก (IV) อิออนที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 35.0 $\mu g/25\ cm^3$ ขึ้นไปจะเริ่มเบี่ยงเบนไปจากกฎของเบียร์ โดยที่กราฟจะโค้งเข้าหาแกน ดังนั้นในการทดลองนี้ จะเตรียมความเข้มข้นสารละลายดีบุก (IV) อิออนอยู่ในช่วง 0.0 - 35.0 $\mu g/25cm^3$ เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณดีบุก

4.3.6 <u>การศึกษาปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์</u>[49]

ทำได้โดยเตรียมกราฟมาตรฐานของดีบุก (IV) อิออน (รูปที่ 23) แล้วหาความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S.D.) ค่าการดูดกลืนแสงของ reagent blank ทำได้โดยเตรียมสารละลายที่ประกอบด้วย reagent เหมือนการวิเคราะห์ดีบุกแต่ไม่ต้องเติมดีบุก (IV) อิออน ทำการทดลองซ้ำกันจำนวน 10 ครั้ง ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 37

ตารางที่37 ผลการวัดค่าการดูดกลืนแสงของ reagent blank ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone

การทดลอง (ครั้งที่)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A x 10^2 (reagent blank)	1.5	1.8	1.5	1.5	1.8	1.5	1.2	1.2	1.5	1.2

$\overline{X}$ = 1.5

S.D. = 2.21×10^{-3}

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

การหาปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์หาได้ดังนี้คือ จากรูปที่ 23 จะได้ความชัน (slope) ของเส้นกราฟมาตรฐานของคีบุก (IV) ไอออน

$$= \frac{\text{Absorbance}}{\text{Concentration}}$$

$$= \frac{0.360 - 0.000}{30.0 - 0.0}$$

$$= \frac{0.360}{\left(\frac{30}{118.70}\right) \times 10^{-6} \times 40}$$

$$= 3.56 \times 10^{4} \ dm^3/mol$$

จากกฎของเบียร์ $A = \varepsilon bc$

เมื่อ A = ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance)

ε = molar absorptivty

b = ความหนาของเซล (cm)

c = ความเข้มข้นของสารละลาย (mol/dm^3)

slope = $\frac{A}{c} = \varepsilon b$

ถ้า b=1cm slope = ε

molar absorptivity = $3.56 \times 10^{4} \ dm^3 \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$

จากนิยาม 2σ = $A = \varepsilon bc$

σ = ความเบี่ยงเบนมาตรฐานของ reagent blank

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

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

$$= \frac{2 \times 2.21 \times 10^{-3}}{3.56 \times 10^{4} \times 1}$$

$$= 1.24 \times 10^{-7} \text{ mol./dm}^3$$

$$= 1.24 \times 10^{-7} \times 118.70 \times 10^{3}$$

$$= 1.5 \times 10^{-2} \text{ ppm.}$$

ดังนั้น ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณดีบุก โดยการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone มีค่าเท่ากับ 1.5×10^{-2} ppm และค่า molar absorptivity มีค่าเท่ากับ 3.56×10^{4} ณ ความยาวคลื่น 525 nm

4.3.7 <u>การศึกษาความแม่นยำและค่าร้อยละการกลับคืนของวิธีวิเคราะห์</u>(50)

ทำได้โดยเตรียมสารละลายดีบุก (IV) อิออนเข้มข้น 30.0 $\mu g/25cm^3$ จำนวน 10 ครั้ง ทำการทดลองภายใต้สภาวะที่เหมาะสม คำนวณหาปริมาณดีบุกที่พบจากรูปที่ 23 และค่าร้อยละการกลับคืน ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 38

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 38 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณดีบุก (IV) อิออน 30.0 $\mu g/25cm^3$ ของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Phenylfluorone

สารละลายที่	Absorbance (Sn(IV) 30.0 $\mu g/25cm^3$)	Sn(IV)ion found ($\mu g/25cm^3$)	ค่าร้อยละการกลับคืน Sn(IV)ion
1	0.360	30.0	100.0
2	0.358	29.8	99.3
3	0.360	30.0	100.0
4	0.360	30.0	100.0
5	0.360	30.0	100.0
6	0.362	30.2	100.7
7	0.368	30.7	102.3
8	0.360	30.0	100.0
9	0.358	29.8	99.3
10	0.362	30.2	100.7
$\bar{X}$	0.361	30.1	100.2
S.D.	2.86×10^{-3}	0.26	0.86
%R.S.D.	0.79	0.86	0.86

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

จากตารางที่38 ผลการวิเคราะห์จำนวน 10 ครั้ง ปริมาณดีบุก (IV) อิออนที่ใช้ 30.0$\mu g/25\ cm^3$ ได้ค่าเฉลี่ยปริมาณดีบุกเท่ากับ 30.1$\mu g/25\ cm^3$ ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S.D.)เท่ากับ 0.26 และเปอร์เซนต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%R.S.D.) เท่ากับ 0.86 จากการศึกษาความแม่นยำ ของวิธีวิเคราะห์นี้สามารถหาปริมาณดีบุก (IV) อิออนได้เท่ากับ 30.0 $\pm$ 0.26 $\mu g/25\ cm^3$ ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละการกลับคืน เท่ากับ 100.2 ความเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 0.86 และเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.86 จากการศึกษาค่าร้อยละการกลับคืนของวิธีการวิเคราะห์นี้ได้ค่าร้อยละการกลับคืนเป็น 100.2 $\pm$ 0.86

4.3.8 <u>การศึกษาผลของอิออนอื่นซึ่งอาจมีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์ดีบุก</u>

ทำได้โดยเตรียมสารละลายดีบุก (IV) อิออนเข้มข้น 30.0$\mu g/25 cm^3$ ทำการทดลองภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยเติมสารละลาย interfering ion ที่ศึกษาจำนวนปริมาณต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่39 คำนวณหาปริมาณดีบุกที่พบจากกราฟรูปที่ 23 และ relative error (%) ของการวิเคราะห์ ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 39

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 การศึกษาผลของอิออนอื่นที่มีต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone (เตรียมจากดีบุก (IV) อิออน 30.0 ug)

อิออนบวก (M^{n+})	ปริมาณอิออนที่เติม (mg)	M^{n+}:Sn(IV)	A	ปริมาณดีบุก (IV) อิออนที่พบ (μg)	relative error(%)
Ag(I)	0.00	0.00	0.360	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.375	31.3	+4.2
	0.10	3.3	0.398	33.2	+10.5
	0.20	6.7	0.415	34.6	+15.3
	0.30	10.0	0.468	39.0	+30.0
	0.40	13.3	0.515	42.9	+43.1
	0.50	16.7	0.558	46.5	+55.0
Al(III)	0.00	0.00	0.358	30.0	0.0
	0.50	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.00	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.00	66.7	0.355	29.6	-1.4
	5.00	166.7	0.345	28.8	-4.2
	10.0	333.3	0.318	26.5	-11.7

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

ไอออนบวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	M^{n+}:Sn(IV)	A	ปริมาณตีบุก(IV)ไอออนที่พบ (μg)	relative error(%)
As(V)	0.0	0.0	0.362	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.352	29.3	-2.2
	1.0	33.3	0.345	28.8	-4.2
	2.0	66.7	0.338	28.2	-6.1
	3.0	100.0	0.328	27.3	-8.9
	4.0	133.3	0.287	23.9	-20.3
	5.0	166.7	0.230	19.2	-36.1
Ba(II)	0.00	0.0	0.362	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.358	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.360	30.0	0.0
	0.20	6.7	0.355	29.8	-1.4
	0.50	16.7	0.350	29.2	-2.8
	1.00	33.3	0.345	28.8	-4.2
	2.00	66.7	ppt	ppt	ppt
Bi(III)	0.00	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.365	30.4	+1.4
	0.10	3.3	0.372	31.0	+3.3
	0.20	6.7	0.382	31.8	+6.1
	0.30	10.0	0.388	32.3	+7.8
	0.40	13.3	ppt	ppt	ppt

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

ไอออนบวก (M^{n+})	ปริมาณไอออนที่เติม (mg)	M^{n+}:sn(IV)	A	ปริมาณตีบุก (IV) ไอออนที่พบ (µg)	relative error (%)
Ca(II)	0.00	0.0	0.358	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.360	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.360	30.0	0.0
	0.20	6.7	0.360	30.0	0.0
	0.50	16.7	0.340	28.3	-5.5
	1.00	33.3	0.310	25.8	-13.9
	2.00	66.7	ppt	ppt	ppt
Cd(II)	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.358	29.8	-0.5
	5.0	166.7	0.352	29.3	-2.2
	10.0	333.3	0.332	27.7	-7.8
	20.0	666.7	0.252	21.0	-30.0
Ce(III)	0.00	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.358	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.400	33.3	+11.1
	0.20	6.7	0.415	34.6	+15.3
	0.50	16.7	0.438	36.5	+21.7
	1.00	33.3	ppt	ppt	ppt

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนบวก (M^{n+})	ปริมาณอิออนที่เติม(mg)	M^{n+}:Sn(IV)	A	ปริมาณดีบุก (IV)อิออนที่พบ(µg)	relative error(%)
Co(II)	0.0	0.0	0.358	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.365	30.4	+1.4
	0.0	33.3	0.375	31.3	+4.2
	2.0	66.7	0.382	31.8	+6.1
	5.0	166.7	0.390	32.5	+8.3
	10.0	333.3	0.395	32.9	+9.7
	20.0	666.7	0.405	33.8	+12.5
Cr(III)	0.00	0.0	0.362	30.0	0.0
	0.25	8.3	0.362	30.0	0.0
	0.50	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.00	33.3	0.365	30.4	+1.4
	2.50	83.3	0.370	30.8	+2.8
	5.00	166.7	0.380	31.7	+5.6
	10.00	333.3	0.398	33.2	+10.6
Cr(IV)	0.0000	0.000	0.366	30.0	0.0
	0.0005	0.017	0.360	30.0	0.0
	0.0010	0.033	0.368	30.7	+2.2
	0.0020	0.067	0.388	32.3	+7.7
	0.0030	0.100	0.395	32.9	+9.7
	0.0040	0.130	0.412	34.3	+14.4
	0.0050	0.167	0.428	35.7	+18.9

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนบวก (M^{n+})	ปริมาณอิออนที่เติม (mg)	M^{n+}:Sn(IV)	A	ปริมาณตีบุก (IV)อิออนที่พบ (µg)	relative error(%)
Cu(II)	0.0	0.0	0.362	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.362	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.360	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.352	29.3	-2.2
	10.0	333.3	0.342	28.5	-5.0
	20.0	666.7	0.298	24.8	-17.2
Fe(III)	0.00	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.360	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.370	30.8	+2.8
	0.20	6.7	0.375	31.3	+4.2
	0.30	10.0	0.380	31.7	+5.6
	0.40	13.3	0.385	32.1	+6.9
	0.50	16.7	0.400	33.3	+11.1
Hg(II)	0.000	0.0	0.362	30.0	0.0
	0.005	0.2	0.362	30.0	0.0
	0.010	0.3	0.362	30.0	0.0
	0.020	0.7	0.362	30.0	0.0
	0.030	1.0	0.362	30.0	0.0
	0.040	1.3	0.360	30.0	0.0
	0.050	1.7	0.352	29.3	-2.2

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนบวก (M^{n+})	ปริมาณอิออนที่เติม(mg)	M^{n+}:Sn(IV)	A	ปริมาณที่พบ (IV)อิออน (µg)	relative error(%)
K(I)	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.362	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.355	29.6	-1.4
	5.0	166.7	0.350	29.2	-2.8
	10.0	333.3	0.320	26.7	-11.1
Li(I)	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.362	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.358	29.6	-0.6
	5.0	166.7	0.335	27.9	-6.9
	10.0	333.3	0.300	25.0	-16.7
Mg(II)	0.0	0.0	0.362	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.362	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.355	29.6	-1.4
	10.0	333.3	0.352	29.3	-2.2
	20.0	666.7	0.328	27.3	-8.9

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนบวก (M^{n+})	ปริมาณอิออนที่เติม (mg)	M^{n+}:Sn(IV)	A	ปริมาณที่บุก (IV) อิออนที่พบ (Mg)	relative error (%)
Mn(II)	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.350	29.2	-2.8
	5.0	166.7	0.340	28.3	-5.6
	10.0	333.3	0.230	19.2	-36.1
Mo(VI)	0.0000	0.000	0.362	30.0	0.0
	0.0005	0.017	0.360	30.0	0.0
	0.0010	0.033	0.360	30.0	0.0
	0.0020	0.067	0.362	30.2	+0.5
	0.0030	0.100	0.372	31.0	+3.3
	0.0040	0.133	0.378	31.5	+5.0
	0.0050	0.167	0.398	33.2	+10.1
	0.0100	0.333	0.438	36.5	+21.7
Ni(II)	0.0	0.0	0.362	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.358	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.365	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.360	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.358	29.8	-0.6
	10.0	333.3	0.355	29.6	-1.4
	20.0	666.7	0.320	26.7	-11.1

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนบวก (M^{n+})	ปริมาณอิออนที่เติม (mg)	M^{n+}:Sn(IV)	A	ปริมาณตัวยุก (IV) อิออนที่พบ (µg)	relative error (%)
Na(I)	0.0	0.0	0.362	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.360	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.355	29.6	-1.4
	10.0	333.3	0.335	27.9	-6.9
Pb(II)	0.00	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.360	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.375	31.2	+4.2
	0.20	6.7	0.388	32.3	+7.7
	0.30	10.0	ppt	ppt	ppt
Sr(II)	0.00	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.358	30.0	+0.0
	0.10	3.3	0.365	30.4	+1.4
	0.20	6.7	0.372	31.0	+3.3
	0.30	10.0	ppt	ppt	ppt

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนบวก (M^{n+})	ปริมาณอิออนที่เติม (mg)	M^{n+}:Sn(IV)	A	ปริมาณดีบุก (IV)อิออนที่พบ (mg)	relative error(%)
Sb(III)	0.000	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.005	0.2	0.385	32.0	+6.9
	0.010	0.3	0.395	32.9	+9.7
	0.020	0.7	0.400	33.3	+11.1
	0.030	1.0	0.405	33.7	+12.5
	0.040	1.3	0.410	34.2	+13.9
	0.050	1.7	0.415	34.6	+15.3
Tl(III)	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.360	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.362	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.360	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.365	30.4	+1.4
U(IV)	0.00	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.358	29.8	-0.5
	0.10	3.3	0.350	29.2	-2.8
	0.20	6.7	0.342	28.5	-5.0
	0.50	16.7	0.335	27.9	-6.9
	1.00	33.3	0.308	25.7	-14.4

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนบวก (M^{n+})	ปริมาณอิออนที่เติม (mg)	M^{n+}:Sn(IV)	A	ปริมาณดีบุก (IV) อิออนที่พบ (µg)	relative error(%)
V(V)	0.00	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.358	30.0	0.0
	0.10	3.3	0.360	30.0	0.0
	0.20	6.7	0.360	30.0	0.0
	0.50	16.7	0.358	30.0	0.0
	1.00	33.3	0.360	30.0	0.0
W(VI)	0.000	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.005	0.2	0.365	30.4	+1.4
	0.010	0.3	0.375	31.3	+4.2
	0.020	0.7	0.382	31.8	+6.1
	0.030	1.0	0.398	33.2	+10.5
	0.040	1.3	0.425	35.4	+18.1
	0.050	1.7	0.458	38.2	+27.2
Zn(II)	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.358	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.362	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.360	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.358	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.360	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.360	30.0	0.0

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนลบ (M^{n-})	ปริมาณอิออนที่เติม (mg)	M^{n-} : Sn(IV)	A	ปริมาณดีบุก (IV) อิออนที่พบ (mg)	relative error(%)
CO_3^{2-}	0.0	0.0	0.362	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.362	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.358	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.358	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.362	30.0	0.0
$C_2O_4^{2-}$	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.345	28.8	-4.2
	1.0	33.3	0.338	28.2	-6.1
	2.0	66.7	0.324	27.0	-10.0
	5.0	166.7	0.218	18.2	-39.4
	10.0	333.3	0.045	3.8	-87.5
	20.0	666.7	0.022	1.8	-93.9
F^-	0.0	0.0	0.358	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.262	21.8	-27.2
	2.0	66.7	0.045	3.8	-87.5
	5.0	166.7	0.000	0.0	—

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนลบ (M^{n-})	ปริมาณอิออนที่เติม (mg)	M^{n-}:Sn(IV)	A	ปริมาณตีบุก (IV) อิออนที่พบ (μg)	relative error(%)
I^-	0.0	0.0	0.358	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.358	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.360	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.360	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.362	30.0	0.0
NO_3^-	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.362	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.360	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.362	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.360	30.0	0.0
PO_4^{3-}	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.355	29.6	-1.4
	1.0	33.3	0.352	29.3	-2.2
	2.0	66.7	0.340	28.3	-5.6
	5.0	166.7	0.240	20.0	-33.3
	10.0	333.3	0.130	10.8	-63.9
	20.0	666.7	0.065	5.4	-81.9

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 39 (ต่อ)

อิออนลบ (M^{n-})	ปริมาณอิออนที่เติม (mg)	M^{n-} : Sn(IV)	A	ปริมาณดีบุก(IV) อิออนที่พบ(μg)	relative error(%)
SO_4^{2-}	0.0	0.0	0.355	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.352	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.360	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.360	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.355	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.360	30.0	0.0
Si	0.0	0.0	0.360	30.0	0.0
	0.05	1.7	0.358	30.0	0.0
	0.1	3.3	0.360	30.0	0.0
	0.2	6.7	0.362	30.2	+0.5
	0.3	10.0	0.368	30.7	+2.2
	0.4	13.3	0.372	31.0	+3.3
	0.5	16.7	0.375	31.3	+4.2
Citrate $^{2-}$	0.0	0.0	0.355	30.0	0.0
	0.5	16.7	0.360	30.0	0.0
	1.0	33.3	0.360	30.0	0.0
	2.0	66.7	0.360	30.0	0.0
	5.0	166.7	0.360	30.0	0.0
	10.0	333.3	0.355	30.0	0.0
	20.0	666.7	0.362	30.0	0.0

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากตารางที่39 พบว่ามีอิออนเป็นจำนวนมากมีผลรบกวนค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงที่ได้เปลี่ยนแปลง

ก. ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้น relative error (%) เป็นบวก ส่งผลให้ปริมาณดีบุก (IV) อิออนที่พบสูงกว่าที่ใช้ในการทดลอง ซึ่งสามารถจัดอันดับผลการรบกวนของอิออนอื่น ๆ ได้ดังนี้

Cr(IV), Mo(VI) > W(VI), Sb(III), Bi(III), Fe(III) Ag(I), Sr(II), Pb(II), Ce(II), Cr(III), Tl(III), SiO_3^{2-}

ข. ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงลดลง relative error (%) เป็นลบ ส่ง ผลให้ปริมาณดีบุก (IV) ที่พบต่ำกว่าที่ใช้ในการทดลอง ซึ่งสามารถจัดอันดับผลการรบกวนของอิออนอื่น ๆ ได้ดังนี้ Hg(II) > U(IV), F^-, $C_2O_4^{2-}$, As(V), PO_4^{3-}, Ca(II), Ba(II) > Al(III), Mn(II), Cd(II), Cu(II), Mn(II) Ni(II), Li(I), K(I), Na(I)

ค. ไม่ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเปลี่ยนแปลง relative error เป็นศูนย์ส่งผลให้ปริมาณดีบุกที่พบเท่ากับที่ใช้ในการทดลอง มีทั้งอิออนบวกและลบ ดังนี้ V(V), Zn(II), CO_3^{2-}, I^-, NO_3^-, SO_4^{2-}, $Citrate^{2-}$

4.4 สรุปผลการทดลอง

จากผลการทดลองวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกในสารละลายมาตรฐาน โดยวิธีสเปคโตรโฟโตเมตรี โดยมีฟีนิลฟลูโอโรนเป็น complexing agent เกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV) - Phenylfluorone สามารถหาสภาวะที่เหมาะสมในการทดลองได้ดังนี้

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ในกรณีที่ทำการวิเคราะห์ในขวดปริมาตรขนาด 25 cm^3 จะต้องมีดีบุก (IV) อิออนอยู่ไม่เกิน 35.0 μg(0.0 - 1.4 ppm) และเติมสารละลายต่าง ๆ ดังนี้ สารละลายเจลลาติน (1%) จำนวน 2 cm^3 ปรับ pH ของสารละลายให้มี pH 1.0 - 1.5 ด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก สารละลายฟีนิลฟลูโอโรน(0.004%) จำนวน 10 cm^3 เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร 25 cm^3 เขย่าสารละลายให้เข้ากัน เก็บไว้เป็นเวลา 90 นาที แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 525 nm เทียบกับ reagent blank ค่าการดูดกลืนแสงที่ได้นำไปอ่านหาปริมาณดีบุก จากกราฟมาตรฐานของดีบุก (IV) อิออนที่เตรียมขึ้นทุกครั้งที่ทำการวิเคราะห์ สารประกอบเชิงซ้อนนี้มีค่า molar absorptivity เป็น 3.56×10^4 ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์ 1.5×10^{-2} ppm ความแม่นยำและความถูกต้องของการวิเคราะห์ดีบุก (IV) อิออน 30.0 $\mu g/25cm^3$ จำนวน 10 ครั้ง เป็น 30.1 ± 0.26 $\mu g/25$ cm^3 และค่าร้อยละการกลับคืนเป็น 100.2 ± 0.86

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved