

ยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีสำหรับตรวจวัดไอออนโลหะประจุ +2 โดยใช้คัพเฟอร์รอน

UV-VISIBLE SPECTROPHOTOMETRY FOR DETERMINATION OF 2 CHARGED METAL IONS USING CUPFERRON

อลงกรณ์ อยู่สำราญ* อรทัย ศรีพันธ์ อารাত্রี โคสะ
Alongkorn Yoosamran*, Orathai Sripan, Arratri Kosa

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ
Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Krungthep.

*Corresponding author, e-mail: alongkorn.y@mail.rmutk.ac.th

Received: June 8, 2018; Revised: September 7, 2018; Accepted: September 11, 2018

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการวิเคราะห์ไอออนโลหะประจุ +2 ด้วยเทคนิคยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี โดยอาศัยการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Cupferron กับไอออนโลหะประกอบด้วย ไอออนทองแดง ไอออนตะกั่ว ไอออนสังกะสี และไอออนแคดเมียม จากการศึกษาพบว่า สภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ คือ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างลิแกนด์กับไอออนโลหะที่ 1:1 pH ที่ 4.0 ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ ระยะเวลาในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน 10 นาที ช่วงความยาวคลื่น 200-500 นาโนเมตร ที่สภาวะดังกล่าวไม่สามารถตรวจวิเคราะห์ไอออนแคดเมียมได้ ขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัด (LOD) ของไอออนทองแดง ไอออนตะกั่ว และไอออนสังกะสี เท่ากับ 0.03, 0.02 และ 0.01 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ตามลำดับ ค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ปริมาณได้ (LOQ) เท่ากับ 0.12, 0.10 และ 0.07 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ตามลำดับ ร้อยละการคืนกลับ เท่ากับร้อยละ 100.31, 98.09 และ 103.43 ตามลำดับ และความแม่นยำ (%RSD) เท่ากับร้อยละ 8.54, 6.78 และ 8.25 ตามลำดับ

คำสำคัญ: ไอออนโลหะ ยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี คัพเฟอร์รอน

Abstract

The indirect determinations of metal ions with +2 charge using UV-Vis spectrophotometric method were studied via the chelating with cupferron. The complexation between metals ions (Cu^{2+} , Pb^{2+} , Zn^{2+} and Cd^{2+}) and cupferron were formed in this work. The mole ratio between ligand and metal ions for 1:1 was found to be optimal at pH 4.4 of phosphate buffer. The duration time of complexation as 10 min was suitable to form a chelating compound. The wavelength between 200-500 nm was used for determination of metal ions except for Cd^{2+} that could not be detected. The limit of detection (LOD) were found as 0.03, 0.02 and 0.01 mg/L for Cu^{2+} , Pb^{2+} and Zn^{2+} , respectively. The limit of quantitation (LOQ)

for Cu^{2+} , Pb^{2+} and Zn^{2+} were presented serially in 0.12, 0.10 and 0.07 mg/L. The recovery of Cu^{2+} , Pb^{2+} and Zn^{2+} were 100.31, 98.09 and 103.43%, respectively. The precision in term of %RSD were found respectively as 8.54, 6.78 and 8.25 for Cu^{2+} , Pb^{2+} and Zn^{2+} .

Keywords: Metal Ions, UV-Visible Spectrophotometry, Cupferron

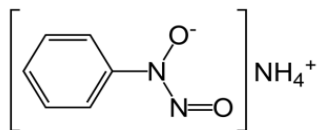
บทนำ

โลหะหนัก คือโลหะที่มีความหนาแน่นเกินกว่า 5 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร มีอัตราการสลายตัวค่อนข้างช้า ทำให้สะสมอยู่ในสิ่งแวดล้อมได้นาน เป็นมลพิษทางน้ำ มนุษย์รับโลหะหนักเข้าสู่ร่างกายทางน้ำ พิษน้ำ เช่น สหรัยสัตว์น้ำ จากการกินตามห่วงโซ่อาหาร ความเป็นพิษของโลหะหนักเกิดจากร่างกายได้รับสารโลหะหนัก ซึ่งสารโลหะหนักนั้นจะไปรบกวนการทำงานของเอ็นไซม์ของเซลล์และยึดกับเยื่อหุ้มเซลล์ ทำให้การควบคุมการลำเลียงของสารต่างๆ ของเยื่อหุ้มเซลล์ผิดปกติไป ความเป็นพิษของโลหะหนักขึ้นอยู่กับรูปแบบทางเคมีของสารประกอบของโลหะหนักแต่ละชนิด และเส้นทางที่ร่างกายได้รับเข้าไป เช่น ทางระบบหายใจ ระบบทางเดินอาหาร ผิวหนัง เป็นต้น ซึ่งสารพิษเหล่านี้เมื่อสะสมอยู่ในร่างกายจนถึงระดับหนึ่งก็จะแสดงอาการออกมาให้เห็น ผลของความเป็นพิษของโลหะหนักต่อกลไกระดับเซลล์ ธาตุที่เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิตที่เป็นโลหะหนักมีทั้งหมด 22 ชนิด ได้แก่ ทองแดง เงิน ทองคำ ทองคำขาว สังกะสี ตะกั่ว ดีบุก โครเมียม ทังสแตน พลวง แคดเมียม ปรัต ไททาเนียม แทนทาลัม โคบอลต์ ยูเรเนียม นิกเกิล แมงกานีส โมลิบดีนัม บิสมัท สารหนู และเบอริลล์และโพแทสเซียม ซึ่งเป็นธาตุที่นิยมนำใช้ในอุตสาหกรรมหลายประเภท

เทคนิคการตรวจวัดไอออนโลหะที่นิยมมีหลายวิธี เช่น การตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี [1-3] เทคนิคอินดักทีฟคัปปลิงพลาสมา (ICP) [2] และเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า [4] วิธีดังกล่าวนี้

สามารถตรวจวัดไอออนโลหะได้โดยตรงซึ่งมีความแตกต่างไปจากเทคนิคยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีที่ไม่สามารถตรวจวิเคราะห์ไอออนโลหะบางชนิดได้ เนื่องจากไม่สามารถวัดค่าการดูดกลืนแสง (Abs) ช่วงความยาวคลื่นรังสียูวี วิสิเบิลของไอออนโลหะได้ จึงมีการพัฒนาการตรวจวิเคราะห์ไอออนโลหะด้วยเทคนิคยูวีวิสิเบิลโดยการทำให้เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน เช่น การตรวจวิเคราะห์ไอออนทองแดงโดยใช้ Salophen (N,N'-disalicylidene-2,3-diaminopyridine) เป็นลิแกนด์ [5]

การตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า ในรูปแบบแอดซอร์พทีฟสตริปปิงโวลแทมเมทรี (Adsorptive Stripping Voltammetry, AdSV) ลิแกนด์หนึ่งที่ได้รับ ความสนใจในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของไอออนโลหะ คือ เกลือแอมโมเนียมของ N-nitroso-N-phenylhydroxylamine หรือ Cupferron ($\text{NH}_4[\text{C}_6\text{H}_5\text{N}(\text{O})\text{NO}]$) (ภาพที่ 1) เป็นตัวทำปฏิกิริยาร่วมสำหรับการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของไอออนโลหะ [6-7]



ภาพที่ 1 สูตรโครงสร้าง Cupferron

โลหะทรานซิชันสามารถรวมกับไอออนลบหรือโมเลกุลที่มีประจุลบหรืออิเล็กตรอนคู่ว่างอยู่เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนหรือไอออนเชิงซ้อนโดยทั่วไป สารประกอบเชิงซ้อนประกอบด้วยไอออนที่อยู่ตรงกลางซึ่งส่วนใหญ่เป็นโลหะเรียกว่านิวเคลียสอะตอม และมีกลุ่มของไอออนหรือโมเลกุลล้อมรอบอยู่ เรียกว่า ลิแกนด์ (Ligand) พันธะระหว่างไอออนตรงกลางกับลิแกนด์เป็นพันธะโคออร์ดิเนตโคเวเลนต์ ดังนั้นจึงเรียกละสารประกอบเชิงซ้อนเหล่านี้อีกชื่อหนึ่งว่า สารประกอบโคออดิเนชัน เช่น $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ ไอออนเหล็กเป็นอะตอมกลาง และมีไอออนไซยาไนด์ล้อมรอบ โลหะทรานซิชันส่วนใหญ่เกิดสารประกอบเชิงซ้อนหรือไอออนเชิงซ้อนที่มีสีต่างๆ กัน เช่น $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ มีสีส้ม K_2CrO_4 มีสีเหลือง เป็นต้น การเกิดสีของสารประกอบทรานซิชันนั้นนอกจากขึ้นอยู่กับเลขออกซิเดชันของโลหะทรานซิชันแล้วยังขึ้นอยู่กับชนิดลิแกนด์ที่มาล้อมรอบด้วย

งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ Cupferron เป็นลิแกนด์ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไอออนโลหะ ได้แก่ ไอออนทองแดง ไอออนตะกั่ว ไอออนสังกะสี และไอออนแคดเมียม ในการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคยูวีวิสิเบิลสเปกโทรเมทรี

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดไอออนโลหะหนักที่มีประจุ +2 โดยเทคนิคยูวีวิสิเบิลสเปกโทรเมทรี ด้วย Cupferron
2. เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของการตรวจวัดไอออนโลหะโดยเทคนิคยูวีวิสิเบิลสเปกโทรเมทรี ด้วย Cupferron

วิธีดำเนินการวิจัย

1. สารเคมีและอุปกรณ์

สารละลายมาตรฐานสังกะสี ทองแดง ตะกั่ว และแคดเมียม ความเข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร (Ajax Finechem) Cupferron (เกรด AR, Loba Chemie) ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Jaswco รุ่น V-650) และเครื่องวัด pH (Suntex รุ่น SP-2300)

2. วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดไอออนของโลหะ

1. การศึกษาสเปกตรัมการดูดกลืนแสง

1.1 วัดค่าความยาวคลื่นสูงสุดของ Cupferron

ชั่ง Cupferron 0.0776 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ละลายด้วยเอทานอล : น้ำ อัตราส่วน 50:50 แล้วปรับปริมาตรด้วยเอทานอล : น้ำ อัตราส่วน 50:50 จนครบ 10 มิลลิลิตร แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

1.2 วัดค่าความยาวคลื่นสูงสุดสารประกอบเชิงซ้อน Cupferron กับไอออนของโลหะ

ปิเปต Cupferron 128.90 ไมโครลิตร แล้วปิเปต Cu^{2+} 10.00 ไมโครลิตรแล้วปรับปริมาตรด้วยเอทานอล : น้ำ อัตราส่วน 50:50 จนครบ 10.00 มิลลิลิตร เพื่อนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ วัดค่าความยาวคลื่นสูงสุดของสารประกอบเชิงซ้อน Cupferron กับ Pb^{2+} , Cupferron กับ Zn^{2+} และ Cupferron

กับ Cd^{2+} ทำเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนจาก Cu^{2+} เป็น Pb^{2+} , Zn^{2+} และ Cd^{2+} ตามลำดับ

2. หาอัตราส่วนของ Cupferron กับไอออนของโลหะที่เหมาะสม

เตรียมสารประกอบเชิงซ้อนของ Cupferron ต่อไอออนของโลหะในอัตราส่วนโดยโมล 0.125: 1, 0.25:1, 0.5:1, 1:1, 2:1 และ 3:1 แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3. หาค่า pH ที่เหมาะสม

ปีเปตสารละลาย Cupferron 128.90 ไมโครลิตร ลงในสารละลายมาตรฐาน Cu^{2+} 10.00 ไมโครลิตรแล้วปรับปริมาตรด้วยเอทานอล : น้ำ อัตราส่วน 50 : 50 จนครบ 10.00 มิลลิลิตร ปรับค่า pH ตั้งแต่ 1 ถึง 13 ด้วย NaOH ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ และ HCl ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ และเติมสารละลายบัฟเฟอร์ แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ สำหรับสารประกอบเชิงซ้อน Cupferron กับ Pb^{2+} , Cupferron กับ Zn^{2+} และ Cupferron กับ Cd^{2+} ทำเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนจาก Cu^{2+} เป็น Pb^{2+} , Zn^{2+} และ Cd^{2+} ตามลำดับ

4. ศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน

ปีเปตสารละลาย Cupferron 137.78 ไมโครลิตร ลงในสารละลายมาตรฐาน Cu^{2+} 10.00 ไมโครลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยเอทานอล : น้ำ อัตราส่วน 50 : 50 จนครบ 10.00 มิลลิลิตร ปรับค่า pH ที่เหมาะสม แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์เวลาต่างๆ คือ 10, 20, 30 และ 40 นาที สำหรับสารประกอบเชิงซ้อน Cupferron กับ Pb^{2+} , Cupferron กับ Zn^{2+} และ Cupferron กับ Cd^{2+} ทำเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนจาก Cu^{2+} เป็น Pb^{2+} , Zn^{2+} และ Cd^{2+} ตามลำดับ

ตอนที่ 2 ศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจวัดไอออนของโลหะ

เตรียมสารละลายมาตรฐานไอออนของโลหะทองแดง ตะกั่ว สังกะสี และแคดเมียม ที่ช่วงความเข้มข้น 0.1 - 3.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ที่ผสมรวมกับ Cupferron ในอัตราส่วนโดยโมล 1 : 1 ค่า pH 4.0 วัดค่าการดูดกลืนแสงในช่วง 200-500 นาโนเมตร ระยะเวลาในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน 10 นาที เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างอัตราส่วนโดยโมลของสารประกอบเชิงซ้อนกับค่าการดูดกลืนแสง ที่ตำแหน่งความยาวคลื่นดูดกลืนแสงสูงสุด เพื่อศึกษาความเป็นเส้นตรงของความสัมพันธ์ดังกล่าว พร้อมทั้งหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัด (LOD) และค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ปริมาณได้ (LOQ) ที่ได้จากการวัดสารละลาย Blank จำนวน 30 ครั้ง ค่าร้อยละการคืนกลับ และค่าความแม่นยำ (%RSD) ใช้เทคนิคการ Spike โดยการเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย Blank ที่มีการเติมสารมาตรฐานลงไป

ผลการวิจัย

ตอนที่ 1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดไอออนของโลหะ

1. การศึกษาสเปกตรัมการดูดกลืนแสง

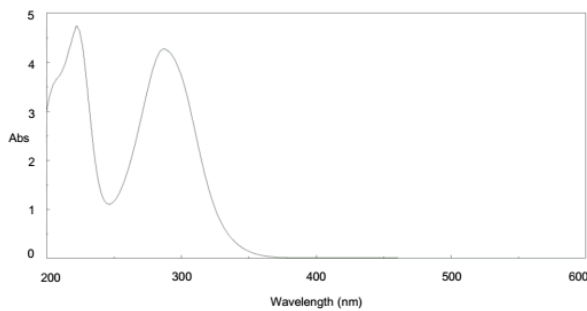
1.1 วัดค่าความยาวคลื่นสูงสุด Cupferron

การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในสารละลายโลหะจะต้องให้ความยาวคลื่นสูงสุด และต้องปราศจากการรบกวนจากลิแกนด์หรือสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ ซึ่งสามารถดูดกลืนแสงได้ โดยความยาวคลื่นสูงสุดของ Cupferron อยู่ที่ 287.4 นาโนเมตร ดังแสดงในภาพที่ 2

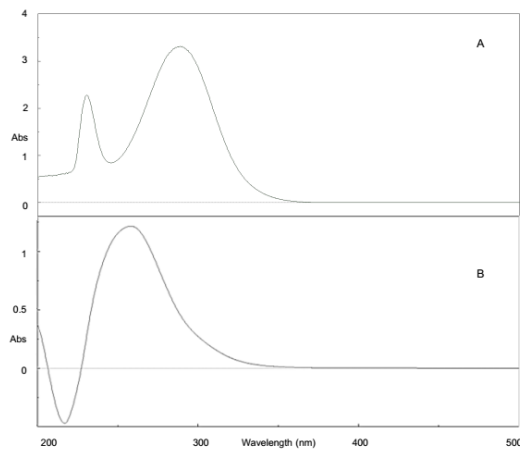
1.2 วัดค่าความยาวคลื่นสูงสุดสารประกอบเชิงซ้อน Cupferron กับไอออนของโลหะ

เมื่อผสมสารละลายไอออนของโลหะทองแดง ตะกั่ว สังกะสี และแคดเมียมกับลิแกนด์ Cupferron ที่ค่า pH 4.0 จะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนขึ้น โดยสารประกอบเชิงซ้อนนี้จะสามารถดูดกลืนแสงในช่วงยูวีวิสิเบิลจากภาพที่ 3 จะพบว่าสารประกอบเชิงซ้อนของไอออนโลหะทองแดง ตะกั่ว และสังกะสี (ภาพ A) จะมีค่าความยาวคลื่นสูงสุดอยู่ที่ 230.4 นาโนเมตร (ที่ตำแหน่งความยาวคลื่นเดียวกัน) ส่วนค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของ Cupferron อยู่ที่ 280

นาโนเมตร ซึ่งสัญญาณค่าการดูดกลืนแสงของสารทั้งสองชนิดไม่รบกวนซึ่งกันและกันตรงกันข้ามกับในกรณีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารประกอบเชิงซ้อนไอออนแคดเมียมกับลิแกนด์ Cupferron (ภาพ B) ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของ Cupferron เกิดการเลื่อนไปในทิศทางที่มีความยาวคลื่นน้อย ทำให้เกิดการซ้อนทับกับสัญญาณค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารประกอบเชิงซ้อนของไอออนแคดเมียม จึงทำให้ไม่สามารถตรวจวัดไอออนโลหะแคดเมียมได้



ภาพที่ 2 การดูดกลืนแสงของ Cupferron ช่วงความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร

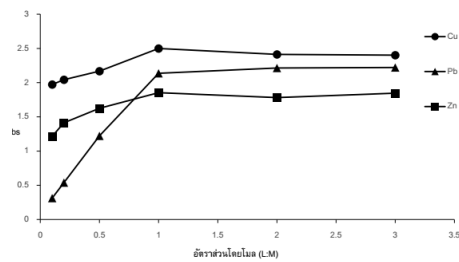


ภาพที่ 3 การดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Cupferron กับไอออนของโลหะ (A) ไอออนทองแดง ไอออนตะกั่ว และไอออนสังกะสี (B) ไอออนแคดเมียม ที่ช่วงความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร อัตราส่วนโดยโมล 1:1 pH 4.0 เวลาในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน 30 นาที

2. หาอัตราส่วนของ Cupferron กับไอออนของโลหะที่เหมาะสม

ความเข้มข้นของ Cupferron มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา หากใช้ความเข้มข้นน้อยเกินไป สารละลายที่ได้ จะ ดูดกลืนแสงได้น้อย อันเนื่องจากการไอออนของโลหะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนและทำให้ผลการตรวจวัดไม่สมบูรณ์ แต่หากมีอัตราส่วนของลิแกนด์มากเกินไปความต้องการสัญญาณของลิแกนด์อาจรบกวนสัญญาณของสารประกอบเชิงซ้อนได้ ฉะนั้นในการทดลองนี้จึงทำการศึกษาความเข้มข้นของ Cupferron

ที่เหมาะสม เพื่อให้ได้สภาพในการวิเคราะห์ที่ดีนั้น ในการทดลองครั้งนี้ได้ทำการศึกษาความเข้มข้นของ Cupferron ในช่วงอัตราส่วนโดยโมล (L : M) เท่ากับ 0.125 : 1 ถึง 3.0 : 1 จากภาพที่ 4 จะพบว่า อัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดคือให้ค่าสัญญาณการดูดกลืนแสงมากที่สุด อยู่ที่อัตราส่วนโดยโมล 1 : 1 โดยเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของโลหะไอออนมากขึ้นกว่า 1 : 1 พบว่าสัญญาณการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนไม่เพิ่มขึ้น เนื่องจากลิแกนด์ไม่เพียงพอที่จะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไอออนโลหะทั้งหมด

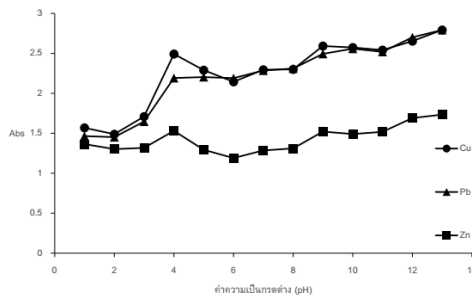


ภาพที่ 4 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาโดยใช้ Cupferron กับไอออนของโลหะ (L : M) ที่ช่วงอัตราส่วนโดยโมลต่างๆ ความยาวคลื่น 230.4 นาโนเมตร pH 3.0 เวลาที่ใช้ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน 30 นาที

3. ค่า pH ที่เหมาะสม

พิจารณาภาพที่ 5 จากการทดลองเมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงของลิแกนด์ Cupferron กับทองแดงไอออน ตะกั่วไอออน และ สังกะสีไอออน ในช่วงค่า pH ที่ 1.0-13.0 พบว่าค่า pH ที่เหมาะสม คือ pH 13.0 แต่ในการทดลองเลือกใช้

ที่ pH 4.0 เนื่องจากค่า pH ของสารละลายเมื่อตอนเริ่มต้น มีค่า pH ประมาณ 3.4-3.7 ดังนั้นในการปรับค่า pH ที่ pH 13.0 และควบคุม pH ด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ pH 13.0 จะมีผลทำให้สารละลายมีปริมาณมากขึ้น จนทำให้ความเข้มข้นของสารละลายเกิดการเปลี่ยนแปลง



ภาพที่ 5 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาโดยใช้ Cupferron กับไอออนของโลหะ อัตราส่วนโดยโมล 1:1 ที่ช่วง pH 1.0-13.0 ความยาวคลื่น 230.4 นาโนเมตร เวลาที่ใช้ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน 30 นาที

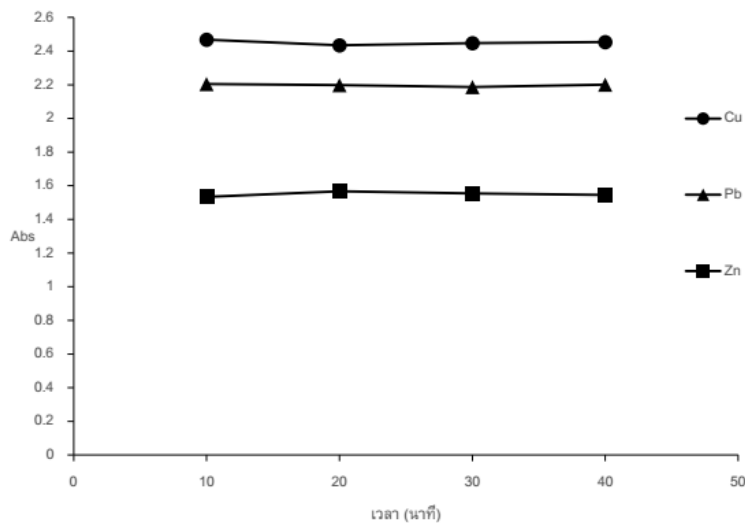
4. ศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน

สารประกอบเชิงซ้อนแต่ละชนิด มีระยะเวลาในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนไม่เท่ากัน ขึ้นอยู่กับธรรมชาติของไอออนของโลหะ และชนิดของลิแกนด์ ดังนั้นเพื่อการตรวจวัดที่สมบูรณ์ สารประกอบเชิงซ้อนนั้นๆ จะต้องมียุ่ระยะเวลาในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่เพียงพอ ดังภาพที่ 6 พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนเหล่านี้ มีระยะเวลาในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่สั้น ซึ่งสังเกตได้จากสัญญาณค่าการดูดกลืนแสง ดังนั้นเพื่อความเหมาะสมด้วยระยะเวลาในการเตรียมสารละลาย ผู้ทำการวิจัยจึงเลือกช่วงเวลาที่ 10 นาที

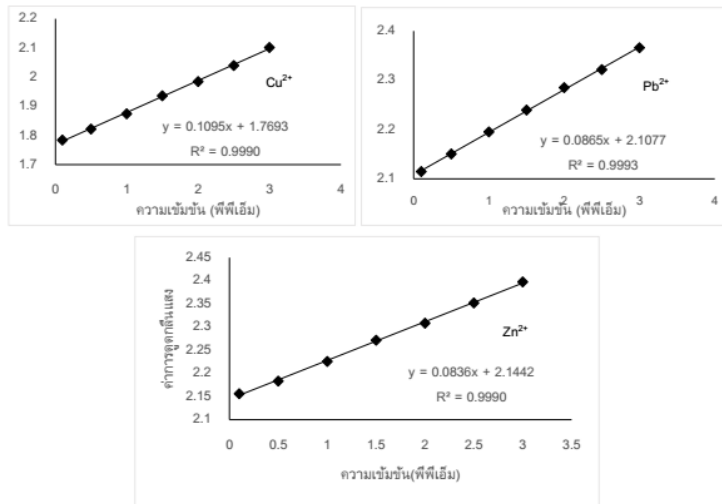
ตอนที่ 2 ศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจวัดไอออนของโลหะ

เมื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดไอออนของโลหะแล้วนั้น จึงนำสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าวมาศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจวัด

จากภาพที่ 7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างช่วงอัตราส่วนโดยโมลกับค่าสัญญาณการดูดกลืนแสง ในการตรวจวัดไอออนของโลหะทองแดง มีสมการเชิงเส้นตรง $Y = 0.1095X + 1.7693$ ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ $R^2 = 0.9990$ และมีค่า LOD = 0.03 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร LOQ = 0.12 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ไอออนของโลหะตะกั่ว มีสมการเชิงเส้นตรง $Y = 0.0865X + 2.1077$ ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ $R^2 = 0.9993$ และมีค่า LOD = 0.02 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร LOQ = 0.10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร และไอออนของโลหะสังกะสีมีสมการเชิงเส้นตรง $Y = 0.0836X + 2.1442$ ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ $R^2 = 0.9990$ และมีค่า LOD = 0.01 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร LOQ = 0.07 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร



ภาพที่ 6 ความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยากับค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยา อัตราส่วนโดยโมล 1:1 ความยาวคลื่น 230.4 นาโนเมตร pH 4.0



ภาพที่ 7 ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงระหว่างค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนกับความเข้มข้น อัตราส่วนโดยโมล 1:1 ความยาวคลื่น 230.4 นาโนเมตร pH 4.0 เวลาที่ใช้ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน 10 นาที

ตารางที่ 1 ประสิทธิภาพของการวิเคราะห์ความเข้มข้นสารละลายไอออนโลหะด้วย Cupferron อัตราส่วนโดยโมล 1:1 ความยาวคลื่น 230.4 นาโนเมตร pH 4 เวลาที่ใช้ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน 10 นาที

	ไอออนทองแดง	ไอออนตะกั่ว	ไอออนสังกะสี
LOD (ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร)	0.03	0.02	0.01
LOQ (ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร)	0.12	0.10	0.07
ร้อยละการคืนกลับ (ร้อยละ)	100.31	98.09	103.43
ความแม่นยำ (%RSD)	8.54	6.78	8.25

ร้อยละการคืนกลับทดสอบโดยเทคนิค Spike (ตารางที่ 1) พบว่าสารละลายไอออนโลหะทองแดง เท่ากับร้อยละ 100.31 สารละลายไอออนโลหะตะกั่วเท่ากับร้อยละ 98.09 และสารละลายไอออนโลหะสังกะสีเท่ากับ 103.43 และเมื่อคำนวณค่าความแม่นยำ (%RSD) มีค่าเท่ากับ 8.54, 6.78 และ 8.25 ตามลำดับ แสดงว่าวิธีการวิเคราะห์ไอออนโลหะสังกะสีมีความสามารถในการวิเคราะห์

ได้ความเข้มข้นต่ำกว่าไอออนโลหะชนิดอื่น โดยมีความแม่นยำในการวิเคราะห์ใกล้เคียงกันกับการวิเคราะห์ไอออนโลหะทองแดง

สรุปและอภิปรายผล

การตรวจวัดไอออนของโลหะด้วยเทคนิคยูวีวิสิเบิลสเปกโทรเมทรี โดยอาศัยการดูดกลืนแสงช่วงยูวีวิสิเบิลของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง

ไอออนของโลหะกับลิแกนด์ที่เหมาะสมนั้น ลิแกนด์ชนิดหนึ่งที่เหมาะสมคือ Cupferron ซึ่งสามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนได้กับไอออนโลหะได้หลายชนิด โดยเฉพาะไอออนโลหะชนิดประจุ +2 เช่น ไอออนโลหะทองแดง ไอออนโลหะตะกั่ว และไอออนโลหะสังกะสี เป็นต้น ความยาวคลื่นที่ดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ 230.4 นาโนเมตร ส่วนค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของ Cupferron อยู่ที่ 280 นาโนเมตร ซึ่งสัญญาณค่าการดูดกลืนแสงของสารทั้งสองชนิดไม่รบกวนซึ่งกันและกัน แต่ตรงข้ามกับในกรณีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารประกอบเชิงซ้อนไอออนโลหะแคดเมียมกับลิแกนด์ Cupferron ที่มีการซ้อนทับกันของค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดระหว่างสารประกอบเชิงซ้อนกับลิแกนด์ อัตราส่วนโดยโมลที่เหมาะสมอยู่ที่ 1:1 ค่าความ pH ที่ 4.0 ระยะเวลาในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน 10 นาที ความสามารถในการตรวจวิเคราะห์ด้วยวิธีดังกล่าวพบว่า ไอออนโลหะทองแดง LOD =

0.03 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร LOQ = 0.12 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ร้อยละการคืนกลับ = 100.31% และ %RSD = 8.54% ไอออนโลหะตะกั่ว LOD = 0.02 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร LOQ = 0.10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ร้อยละการคืนกลับ = 98.09% และ %RSD = 6.78% ไอออนโลหะสังกะสี LOD = 0.01 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร LOQ = 0.07 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ร้อยละการคืนกลับ = 103.43% และ %RSD = 8.25% จากผลการวิจัยลิแกนด์ Cupferron สามารถตรวจวิเคราะห์ไอออนโลหะหนักได้หลายชนิดนั้นแสดงว่าในการตรวจวิเคราะห์ไอออนของโลหะประจุ +2 ชนิดใด ต้องไม่มีไอออนของโลหะชนิดอื่นปนเป็นอยู่ในสารละลายตัวอย่างในการตรวจวิเคราะห์กับตัวอย่างจริงจึงต้องเพิ่มขั้นตอนการทำตัวอย่างให้บริสุทธิ์ก่อนหรือเลือกชนิดของลิแกนด์ที่มีความเฉพาะเจาะจงมากยิ่งขึ้น

เอกสารอ้างอิง

- [1] Tatiane Milão de Oliveira, Jayme Augusto Peres, Maria Lurdes Felsner, Karin Cristiane Justi. (2017). Direct determination of Pb in raw milk by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GF AAS) with electrothermal atomization sampling from slurries. *Food Chemistry*. 229, 721-725.
- [2] João B. Pereira Junior, Kelly G.F. Dantas. (2016). Evaluation of inorganic elements in cat's claw teas using ICP OES and GF AAS. *Food Chemistry*. 196, 331-337.
- [3] Alicia Mollo, Alexandra Sixto, Lucia Falchi, Mariela Medina, Moisés Knochen. (2017). Zinc determination in Tannat wine by direct injection onto graphite tube: Electrothermal AAS as an alternative to flame AAS. *Microchemical Journal*. 135, 239-244.
- [4] Iwona Gęca, Mieczyslaw Korolczuk. (2017). Anodic stripping voltammetry following double deposition and stripping steps: Application of a new approach in the course of lead ion determination. *Talanta*. 171, 321-326.
- [5] KÖnül Babayeva, Serkan Demir, Müberra Andac. (2017). A novel spectrophotometric method for the determination of copper ion by using a salophen ligand, N,N'-disalicylidene-2,3-diaminopyridine. *Journal of Taibah University for Science*. 11, 808-814.

- [6] Georgia Kefala, Anastasios Economou, Michael Sofoniou. (2006). Determination of trace aluminium by adsorptive stripping voltammetry on a preplated bismuth-film electrode in the presence of cupferron. *Talanta*. 68, 1013-1019.
- [7] Anna Koper, Malgorzata Grabarczyk. (2012). Simultaneous voltammetric determination of trace bismuth(III) and cadmium(II) in water samples by adsorptive stripping voltammetry in the presence of cupferron. *Journal of Electroanalytical Chemistry*. 681, 1-5.