

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์      การหาปริมาณคีนูกอินคินและตะกอนทองน้ำโดยวิธี  
สเปกโตรโฟโตเมทรี

ชื่อผู้เขียน      นายเกียรติเกล้า สีละวงศ์

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต      สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์

ผศ.ดร.สายสุนีย์	เหลี้ยวเรืองวิทย์	ประธานกรรมการ
รศ.ดร.พิมล	เวียนวิธนา	กรรมการ
ผศ.ดร.บุษยศักดิ์	วนิชสอน	กรรมการ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้วิธีการทางสเปกโตรโฟโตเมทรีสำหรับวิเคราะห์คีนูก (IV) ปริมาณน้อย ๆ 2 วิธี วิธีแรกอยู่บนพื้นฐานของการทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนสีชมพูที่อยู่ในสภาพแขวนลอยของคีนูก (IV) กับกาเลอินในสารละลายกรดโดยใช้เจลาตินรักษาสภาพของคอลลอยด์ และทำการวัดที่ 520 นาโนเมตร ได้ทำการตรวจสอบหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์สารละลายคีนูก (IV) สารประกอบเชิงซ้อนคีนูก (IV) กาเลอินมีความเสถียรมากกว่า 6 ชั่วโมง และมีค่าโมลาร์แอบซอร์ปทิวิตีเท่ากับ  $1.18 \times 10^4 \text{ cm}^2 \text{ mol}^{-1}$  ช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐานอยู่ในช่วง 0.0-1.6 พีพีเอ็ม ของคีนูก (IV) เปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์โดยเฉลี่ยเท่ากับ 0.87 วิธีนี้มีความไวสูง มีค่าปริมาณต่ำสุดที่วิเคราะห์  $2.1 \times 10^{-2}$  พีพีเอ็ม ของคีนูก (IV) อีกวิธีหนึ่งทำการวัดที่ 525 นาโนเมตร โดยทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนสีชมพูที่ละลายใต้น้ำซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างคีนูก (IV) กับฟีนิลฟลูโอโรนใน

สภาวะกรต โดยใช้เจลาตินรักษาสภาพของคอลลอยด์ สารประกอบเชิงซ้อน มีความเสถียรมากกว่า 8 ชั่วโมง และมีค่าโมลาร์แอมซอพทิวิตี้เท่ากับ  $3.56 \times 10^4 \text{ cm}^3 \text{ โมล}^{-1} \text{ ซม}^{-1}$  ช่วงที่เป็นไปตามกฎของเบียร์คือ 0.0-1.4 พีพีเอ็ม ของคีมุก (IV) แม้แต่ปริมาณน้อย ๆ ของคีมุก (IV) คือ  $1.5 \times 10^{-2}$  พีพีเอ็ม ก็สามารถวิเคราะห์ได้ความแม่นยำจากเทคนิคนี้เป็น 0.86 % พบว่าในเทคนิคคาร์บอนเนต และซีเทรท ไม่มีผลกระทบต่อการวิเคราะห์คีมุก (IV) ทั้งสองวิธี แต่จะมีการรบกวนอย่างมากจากพลวง (III) หังสเทน (IV) โมลิบดีนัม (VI) บิสมัท (III) โครเมียม (IV) และฟลูออไรด์ ซึ่งสามารถลดการรบกวนจาก แคทไอออนและแอนไอออนเหล่านี้ได้ โดยการใส่มัสคิงเอเจนท์และการสกัดด้วย สารละลายที่เหมาะสมก่อนการวิเคราะห์ ค่าเฉลี่ยร้อยละการลดคีมุก (IV) จากการใช้วิธีกาเลชันเป็น  $97.6 \pm 4.08$  ได้ประยุกต์วิธีกาเลชันในการ วิเคราะห์คีมุกในตัวอย่างดินและตะกอนห้องน้ำ พบปริมาณคีมุกในช่วง 5.2 - 509.8 และ 5.2 - 366.0 พีพีเอ็ม ตามลำดับ ได้ทำการเปรียบเทียบผลการ ทดลองกับวิธีอะตอมมิคแอมซอพซันสเปคโตรโฟโตเมตรี ผลการวิเคราะห์ส่วนมาก ไม่สอดคล้องกันอาจเนื่องมาจากปัญหาการสุ่มตัวอย่าง และความคลาดเคลื่อนจาก วิธีการทดลอง

Thesis Title Determination of Tin in Soil and Stream Sediment  
by Spectrophotometry

Author Mr.Kietklou Leelawongs

M.S. Chemistry

Examining Committee :

Assist.Prof.Dr.Saisunee	Liawruangrath	Chairman
Assoc.Prof.Dr.Pimol	Rienvatana	Member
Assist.Prof.Dr.Yuthsak	Vaneesorn	Member

### Abstract

In this thesis, two spectrophotometric procedures for determining small amounts of tin(IV) were carried out. The first method was based on the formation of the pink suspension of the tin(IV)-gallein complex in an acidic solution using gelatin as protective colloid. Measurements were made at 520 nm. Optimal conditions for determining pure tin(IV) solutions were investigated. The tin(IV)-gallein complex was stable for up to 6 hours with a molar absorptivity of  $1.18 \times 10^4 \text{ dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ . A linear calibration curve over the range 0.0-1.6 ppm of tin(IV) was established. The percentage relative standard deviation from the mean was 0.87. The method was found to be very sensitive with a detection limit of  $2.1 \times 10^{-2}$  ppm of tin(IV). The

second method involved the measurement at 525 nm of the orange, sparingly soluble complex between tin(IV) and phenylfluorone in an acidic medium, again using gelatin as protective colloid. The complex was stable for up to 8 hours. The molar absorptivity of this complex was  $3.56 \times 10^4 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ . Beer's Law was obeyed from 0.0-1.4 ppm of tin(IV). As little as  $1.5 \times 10^{-2}$  ppm of tin(IV) could be determined. The reproducibility obtainable from this technique was found to be 0.86 %. With respect to the interference effects in both procedures, it was found that nitrate, carbonate, and citrate did not interfere. However, antimony(III), tungsten(IV), molybdenum(VI), bismuth(III), chromium(IV), and fluoride interfered seriously. Interference from possible foreign cations and anions could be avoided by using a masking agent and extraction with a suitable solvent prior to analysis. The average percentage recoveries of the added tin(IV) were found to be  $97.6 \pm 4.08$  for the gallein method. The gallein method was applicable to the determination of tin in soil and stream sediment samples. The tin contents in soil and stream sediment samples were found to be in the ranges of 5.2 - 509.8 and 5.2 - 366.0 ppm respectively. A comparison of the results was also made by atomic absorption spectrophotometry. Most results were not in good agreement, probably due to sampling problems together with errors arising from the efflux procedure employed.