

การวิเคราะห์โครเมียม (III) ไอออนโดยการสร้างสารเชิงซ้อนด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตเมทรี

Analysis of Chromium (III) Ion by Forming Complex with Ligand by UV-Visible Spectrophotometry

ปัญญา มณีจักร์

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรังสิต

E-mail: panya.m@rsu.ac.th

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ต้องการศึกษาวิธีวิเคราะห์โครเมียมโดยการวัดการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อนโครเมียม (III) ไอออน ด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer เนื่องจากการเตรียมสารละลายโครเมียม (III) ไอออนในน้ำพบว่า การเกิดสารเชิงซ้อนของสารละลายโครเมียม (III) ไอออนกับน้ำต้องใช้เวลาในการเกิดสมดุล 2 วัน จึงได้ศึกษาสารลิแกนด์ จำนวน 4 ชนิด คือ Ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA), 1,5-Diphenylcarbazine, 1,10-Phenanthroline และ Semicarbazide hydrochloride เพื่อสร้างสารประกอบเชิงซ้อนกับโครเมียม (III) ไอออนที่ทำให้การเกิดสารเชิงซ้อนถึงสมดุลเร็วขึ้น จากการทดลองพบว่าเมื่อใช้ Semicarbazide hydrochloride สามารถเกิดสารเชิงซ้อนจนถึงสมดุลในเวลาสั้นที่สุด ปริมาณที่เหมาะสมของสารละลาย Semicarbazide hydrochloride ในการสร้างสารประกอบเชิงซ้อนกับโครเมียม (III) ไอออนเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 mL คือ 1.0 % w/v 2 mL พบว่าแคลเซียมไอออน และโซเดียมไอออนไม่รบกวนค่า λ_{max} ของการวิเคราะห์สารเชิงซ้อนของโครเมียม (III) ไอออน และการใช้กราฟมาตรฐานของสารละลายโครเมียม (III) ไอออน ช่วงความเข้มข้น 200 – 1000 ppm ในสารละลาย Semicarbazide hydrochloride ที่มากเกินไป พบว่าสามารถวัดปริมาณโครเมียม (III) ไอออนในน้ำที่ทำการวิเคราะห์ COD ได้

คำสำคัญ: โครเมียม (III), ยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์, สารประกอบเชิงซ้อน

ABSTRACT

This work was to analyze of chromium (III) ion by using UV-Visible spectrophotometer. It was found that the preliminary study of aqueous chromium (III) solution to get equilibrium took at least two days. Four ligands such as 1,5-Diphenylcarbazine, Ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA), 1,10-Phenanthroline and Semicarbazide hydrochloride were chosen to form chromium (III) complex before analyzing by the UV-Visible spectrophotometer. Semicarbazide hydrochloride was suitable for using as ligand, because it took the shortest time to equilibria. The optimum amount of Semicarbazide hydrochloride to form the complex with 10 mL of 1000 ppm chromium (III) ion was 2 mL of 1.0 %w/v. The result found that calcium and sodium ions were not interfere the λ_{max} of chromium (III) complex. The standard calibration curve was constructed by using the standard solution of chromium (III) ion in range 200 -1000 ppm in excess semicarbazide hydrochloride, this method as appropriated for analysis the chromium (III) ion in wastewater from the COD analysis.

KEYWORDS: Chromium (III), Ligand complex, UV-Vis spectrophotometer

บทนำ

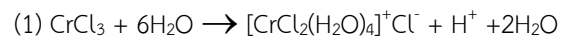
โลหะหนักเป็นสารที่คงตัวเมื่อเปรียบเทียบกับสารอินทรีย์ จึงไม่สามารถสลายตัวได้เองในกระบวนการทางธรรมชาติ โลหะหนักที่ถูกปล่อยออกมาส่วนใหญ่เกิดจากโรงงานอุตสาหกรรมที่ขาดระบบการกำจัดโลหะหรือประสิทธิภาพของระบบกำจัดที่ไม่ดีพอตัวอย่างของโลหะหนักที่เจือปนอยู่ในน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม ได้แก่ โครเมียม (Cr) ตะกั่ว (Pb) ปรอท (Hg) แคดเมียม (Cd) ทองแดง (Cu)

น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมต้องผ่านกระบวนการบำบัดเพื่อกำจัดปริมาณของโลหะหนักให้มีปริมาณเหลืออยู่ไม่เกินเกณฑ์มาตรฐานที่กฎหมายกำหนด จึงจำเป็นต้องให้ความสำคัญต่อการวิเคราะห์โลหะหนักเหล่านี้ โดยทั่วไปวิธีที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักที่ปล่อยออกมาจากน้ำทิ้งจากอุตสาหกรรมนั้นจะเลือกใช้วิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer) พบว่ามีความยุ่งยากและสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ จึงได้มีการพัฒนาวิธีวิเคราะห์ทางสเปกโทรโฟโตเมตรีโดยใช้เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer โดยอาศัยหลักการวัดค่าความยาวคลื่นสูงสุดของไอออนโลหะที่มีสีเฉพาะตัวในน้ำ (อำพร, 2010) เพื่อหาความเข้มข้นของไอออนโลหะ โดยความยาวคลื่นแสงและความเข้มแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่าง จึงใช้เทคนิคนี้ในการระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆ ที่มีอยู่ในตัวอย่างได้

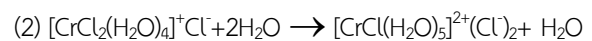
สารละลายโครเมียม (III) ไอออนจะมีสีเขียวเมื่อเตรียมใหม่ๆ จากนั้นสีจะเปลี่ยนไปเป็นสีเขียวเข้มซึ่งเกิดจากการสร้างสารเชิงซ้อนกับน้ำ ซึ่งจะใช้เวลาหลายชั่วโมงจึงจะมีสีคงที่ โดยปกติสารละลายโครเมียม (III) ไอออนจะปรากฏแถบการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นสูงสุดประมาณ 420 และ 580 nm ในขั้นตอนการเตรียมสารละลายโครเมียม (III) ไอออน จะพบปัญหา คือ สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีเขียว-ดำ จะใช้เวลานานจึงจะเสถียรพอจะใช้วัดค่าการดูดกลืนแสงและ λ_{max} ให้คงที่ ส่งผลต่อค่าความแม่นยำของการวิเคราะห์ (Jabari, 2009) มีงานวิจัยที่ศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณของโครเมียม (III) ไอออน เช่นการหาปริมาณโครเมียม (III) ไอออน ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการวิเคราะห์ค่า COD (chemical oxygen demand) (ปัญญา, 2013) การวิเคราะห์โครเมียม (III) ไอออนโดยสร้างสารเชิงซ้อนกับ 2,4-diphenylcarbazide (Choi, et al, 2009)

โครเมียม มีเลขอะตอม 24 เมื่อเป็นโครเมียม (III) ไอออน จะมีเลขโคออร์ดิเนต เท่ากับ 6 เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน มีรูปร่างเป็นออกทระฮีดรอลโดยโอกาสเกิดไฮบริดได้ 2 แบบ ได้แก่ ไฮบริดแบบ d^2sp^2 โดยออร์บิทัล d ที่ใช้ไฮบริดจะอยู่ภายใน (Inner orbital complex) และไฮบริดแบบ sp^3d^2 โดยออร์บิทัล d ที่ใช้ไฮบริดจะอยู่ภายนอก (Outer orbital complex) (เสรีย์, 2548)

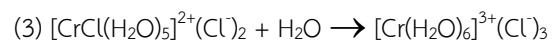
การสร้างสารเชิงซ้อนระหว่างโครเมียม (III) ไอออนในน้ำเป็นดังสมการ



Dark green

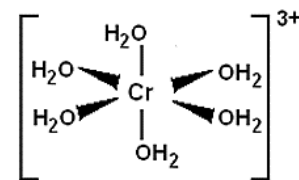


Pale green

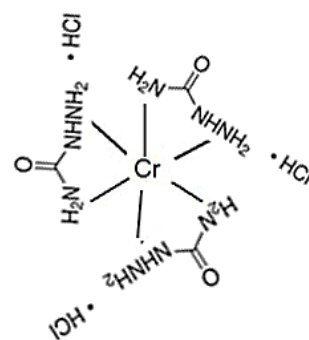


Violet or Grey-blue

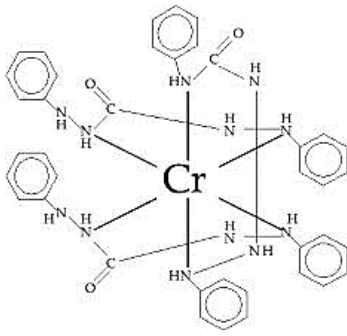
งานวิจัยนี้จึงมีแนวความคิดที่จะหาสารที่มีองค์ประกอบของไนโตรเจนและออกซิเจนมาเติมลงไปเพื่อให้ไปจับกับโครเมียม (III) ไอออนแทนที่หมู่ไฮดรอกไซด์ของน้ำ เพื่อลดระยะเวลาในการทดลองสารที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก่ 1,10-phenanthroline, EDTA, semicarbazide hydrochloride และ 2,4-diphenylcarbazide ซึ่งสารประกอบเชิงซ้อน ดังกล่าวแสดงโครงสร้าง ดังรูปที่ 1-5



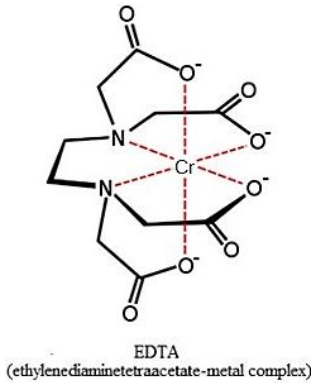
รูปที่ 1 โครงสร้างสารเชิงซ้อนของโครเมียม (III) ไอออนในน้ำเมื่อถึงจุดสมดุล



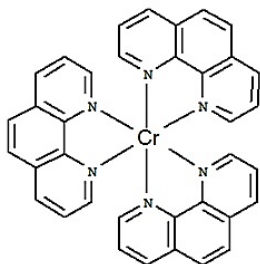
รูปที่ 2 สารประกอบเชิงซ้อนของ Semicarbazide hydrochloride



รูปที่ 3 สารประกอบเชิงซ้อนของ 1,5-Diphenylcarbazide



รูปที่ 4 สารประกอบเชิงซ้อนของ Ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA)



รูปที่ 5 สารประกอบเชิงซ้อนของ 1,10-Phenanthroline

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อค่าการดูดกลืนแสงของโครเมียม (III) ไอออน ในน้ำ ได้แก่ ค่า pH เวลาที่เหมาะสม และปริมาณลิแกนด์ที่มีองค์ประกอบของไนโตรเจนและออกซิเจนที่ใช้ ศึกษาช่วงของความเข้มข้นของสารละลายโครเมียม (III) ไอออน เพื่อสร้างกราฟมาตรฐาน ศึกษาช่วงของความเข้มข้นของสารละลายโครเมียม (III) ไอออน ด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer ที่ค่าความยาวคลื่นสูงสุด หาค่าร้อยละการกลับคืน (%Recovery) ด้วยวิธีวิเคราะห์โครเมียมจากสารเชิงซ้อน เทียบกับการใช้เครื่อง AAS นำวิธีวิเคราะห์ที่ได้ไปหาปริมาณโครเมียม (III) ไอออน โดยตัวอย่างของน้ำทิ้งที่มีโครเมียม (III) ไอออน ในน้ำทิ้งจากการวิเคราะห์ด้วย COD

วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาความเสถียรของโครเมียม (III) ไอออนในน้ำ
2. เพื่อศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อค่าความยาวคลื่นสูงสุดของโครเมียม (III) ไอออนในน้ำ เช่น ค่า pH เวลาที่เหมาะสม
3. เพื่อหาลิแกนด์ที่มีหมู่ไนโตรเจนและออกซิเจนเป็นองค์ประกอบเพื่อสร้างสารประกอบเชิงซ้อนกับโครเมียม (III) ไอออน เพื่อให้ค่าความยาวคลื่นสูงสุดของโครเมียม (III) ไอออนคงตัว
4. เพื่อศึกษาหาปริมาณสารที่เหมาะสมในการสร้างสารเชิงซ้อนกับโครเมียม (III) ไอออน
5. ศึกษาการสร้างกราฟมาตรฐานของโครเมียม (III) ไอออนกับสารเชิงซ้อน
6. นำวิธีที่ได้ไปหาปริมาณโครเมียมในน้ำทิ้งจากการวิเคราะห์ COD

วิธีการดำเนินงานวิจัย

1. อุปกรณ์ และสารเคมี
เครื่อง UV-Visible spectrophotometer ยี่ห้อ Shimadzu เครื่องอะตอมมิก แอบซอร์พชัน สเปกโตรมิเตอร์ (Atomic Absorption spectrometer, Varian SpectraAA200) และ เครื่อง pH meter ยี่ห้อ Metrohm
สารเคมีที่ใช้ ได้แก่ Ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) (Univar, analytical grade) 1,10-Phenanthroline Semicarbazide hydrochloride 1,5-Diphenylcarbazide และ Chromium (III) chloride hexahydrate (Fluka Chemika, analytical grade) และ สารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออน ความเข้มข้น 1000 ppm (Merck)
2. วัดค่าความยาวคลื่นสูงสุดที่เวลาที่แตกต่างกันของโครเมียม (III) ไอออนในน้ำ จากสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออน
3. ศึกษาผลของค่า pH ต่อโครเมียม (III) ไอออนในน้ำ โดยนำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออน ปรับค่า pH ตั้งแต่ 2 ถึง 10 ด้วย NaOH 0.1 N และ HCl ความเข้มข้น 0.1 N
4. ปิเปตสารละลาย 0.5% w/v ของ 1,10-Phenanthroline, EDTA, Semicarbazide hydrochloride และ 1,5-Diphenylcarbazide ชนิดละ 2 mL ผสมกับสารละลาย

โครเมียม 1000 ppm ปริมาตร 10 mL นำมาสแกนหาค่าความยาวคลื่นสูงสุดที่เวลาต่างๆ

5. หาปริมาณของ Semicarbazide chloride ที่เหมาะสม โดยเติมสารละลาย Semicarbazide hydrochloride ความเข้มข้น 0.5 - 2.0 % w/v ปริมาตร 2 mL แต่ละความเข้มข้นลงในสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออน ปริมาตร 10.00 mL นำมาสแกนหาค่าความยาวคลื่นสูงสุด

6. หาช่วงความเข้มข้นของสารละลายโครเมียม (III) ไอออน กับสารที่ใช้เกิดสารเชิงซ้อนสร้างเป็นกราฟมาตรฐาน โดยใช้สารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 200 - 1000 mg/L เติม 1.0% w/v Semicarbazide hydrochloride ปริมาตร 2 mL ลงในแต่ละความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออน นำมาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นสูงสุด

7. ศึกษาผลของการรบกวนการวิเคราะห์สารเชิงซ้อนโครเมียม (III) ไอออนกับ Semicarbazide hydrochloride จากแคลเซียมไอออน และโซเดียมไอออน

โดยผสมสารละลายอิมิตัว โซเดียมไอออนและแคลเซียมไอออน 5 10 และ 15 หยด ลงในสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออน 10 mL เติม 1.0% w/v Semicarbazide hydrochloride ปริมาตร 2 mL นำมาสแกนหาค่าความยาวคลื่นแสงสูงสุด

8. ศึกษากราฟมาตรฐานด้วยวิธีวิเคราะห์โครเมียม (III) ไอออนที่ค่าความยาวคลื่นสูงสุด โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออน 200-1000 ppm อย่างละ 10 mL เติม 1.0% w/v Semicarbazide ปริมาตร 2 mL แต่ละตัวอย่างนำมาสแกนหาค่าความยาวคลื่นสูงสุดและการดูดกลืนแสง

9. หาร้อยละการกลับคืน (%Recovery) ของการวัดสารละลายโครเมียม (III) ไอออนด้วยเครื่อง UV-Visible spectrophotometer เปรียบเทียบกับการใช้เครื่อง AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer)

นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออนเข้มข้น 50 - 80 ppm มาวัดปริมาณด้วยเครื่อง AAS และนำสารละลายมาตรฐานทุกความเข้มข้นมา 10 mL เติม Semicarbazide hydrochloride 1.0% w/v 2 mL นำสารละลายที่ได้มาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 430.70 nm ด้วยเครื่อง UV-Visible spectrophotometer นำมา

คำนวณ %Recovery เปรียบเทียบกันระหว่างการวิเคราะห์ทั้งสองวิธี

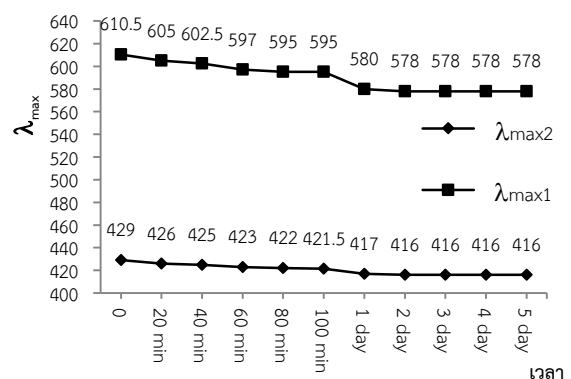
10. หาปริมาณโครเมียม (III) ไอออนจากน้ำทิ้งจากการวิเคราะห์ COD

โดยนำน้ำทิ้งจากการวิเคราะห์ COD ที่เจือจางลง 10 เท่า ปริมาตร 10 mL ผสมกับ Semicarbazide hydrochloride 1.0% w/v ปริมาตร 2 mL นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 430.70 nm นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปคำนวณปริมาณโครเมียมที่สามารถวัดได้ เปรียบเทียบกับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS

ผลการทดลอง

1. ผลของการศึกษาค่าความยาวคลื่นสูงสุดของโครเมียม (III) ไอออนในน้ำที่เวลาแตกต่างกัน

สารละลายโครเมียม (III) ไอออนจะปรากฏแถบการดูดกลืนที่ความยาวคลื่นสูงสุด 2 แถบ ซึ่งเปลี่ยนไปตามภาวะสมดุลภายในระยะเวลา 5 วัน มีความยาวคลื่นสูงสุดเริ่มคงที่เมื่อเวลาผ่านไป 2 วัน ดังรูปที่ 6



รูปที่ 6 ค่าความยาวคลื่นสูงสุดของโครเมียม (III) ไอออนในน้ำที่เวลา 0 ถึง 5 วัน

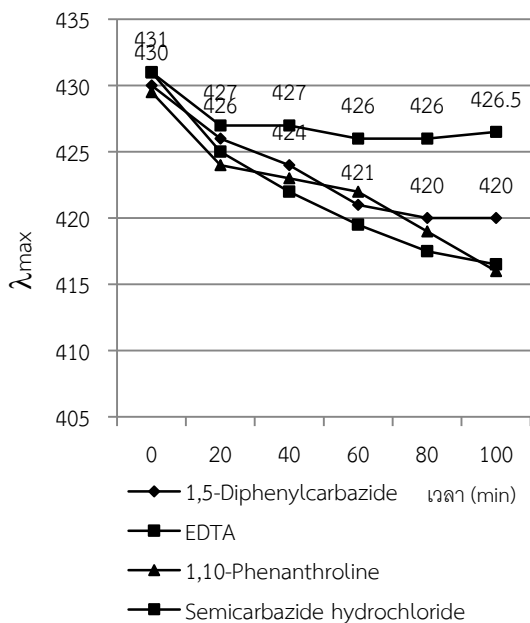
จากผลการทดลองหาค่าความยาวคลื่นสูงสุดที่เวลาต่างๆ พบว่าผลการทดลองสอดคล้องกับการเปลี่ยนสีของสารละลายโครเมียม (III) ไอออนในน้ำ โดยค่าความยาวคลื่นสูงสุดจะเปลี่ยนแปลงอย่างต่อเนื่องทั้งนี้เป็นเพราะการสร้างสารเชิงซ้อนของโครเมียม (III) ไอออนจะค่อยๆ เกิดขึ้นอย่างช้าๆ และจะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์เมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 2 วัน โดยสารละลายโครเมียม (III) ไอออนจะปรากฏค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นสูงสุด ประมาณ 416 nm และ 578 nm

2. ผลของการศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่า pH ของโครเมียม (III) ไอออนในน้ำ

เมื่อ pH เพิ่มขึ้นจาก 1 ไปถึง 6 ปริมาณโครเมียม (III) ไอออนจะเริ่มลดลงจนหมด เมื่อ pH = 2 ไฮดรอกไซด์ของโครเมียม (III) ไอออนเริ่มเกิดขึ้น เมื่อ pH = 4 จะมีปริมาณของ CrOH^{2+} สูงสุดและเมื่อ pH = 5 จะมีปริมาณ $\text{Cr}_3(\text{OH})_4^{5+}$ สูงสุด pH ประมาณ 7.5 จะมีปริมาณ $\text{Cr}(\text{OH})_2^+$ สูงสุด และเมื่อ pH สูงกว่า 6 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ จะเริ่มตกตะกอน ตะกอนจะเกิดมากที่สุดเมื่อ pH ประมาณ 8.5 ดังนั้นการวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม (III) ไอออนควรวิเคราะห์ที่ pH ต่ำกว่า 5

3. ผลของการศึกษาค่าความยาวคลื่นสูงสุดเมื่อเติมสารที่มีหมู่ไนโตรเจนและออกซิเจนเป็นองค์ประกอบเพื่อสร้างสารเชิงซ้อนกับโครเมียม (III) ไอออน

เมื่อเติม 0.5% w/v ของ 1,10-Phenanthroline, EDTA, Semicarbazide hydrochloride และ 1,5-Diphenylcarbazide ผสมกับสารละลายโครเมียม นำมาสแกนค่าความยาวคลื่นสูงสุดที่เวลาต่างๆ ได้ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 7



รูปที่ 7 ค่าความยาวคลื่นสูงสุดของสารเชิงซ้อนของโครเมียม (III) ไอออนกับลิแกนด์ชนิดต่างๆที่เวลาต่างๆ

ค่า λ_{max} ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Semicarbazide hydrochloride กับ โครเมียม (III) ไอออนที่ค่าความยาวคลื่นได้ประมาณ 426 nm (เมื่อเวลาผ่านไป 20 นาที) ส่วนค่า λ_{max} ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง 1,5-Diphenylcarbazide กับ โครเมียม (III) ไอออน ที่ความ

ยาวคลื่นประมาณ 420 nm (เมื่อเวลาผ่านไป 60 นาที) แต่ค่า λ_{max} ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง EDTA และ 1,10-Phenanthroline กับ โครเมียม (III) ไอออน ค่าความยาวคลื่นยังคงลดลง ดังนั้นเมื่อเปรียบเทียบระยะเวลาในการเกิดสารเชิงซ้อนของ Semicarbazide hydrochloride 1,5-Diphenylcarbazide และน้ำ กับโครเมียม (III) ไอออน จึงเลือกใช้ Semicarbazide hydrochloride เป็นสารสร้างสารเชิงซ้อนกับโครเมียม (III) ไอออน ซึ่งใช้เวลาในการเกิดสารเชิงซ้อนได้น้อยที่สุด

4. การศึกษาหาปริมาณ Semicarbazide hydrochloride ที่เหมาะสมในการสร้างสารเชิงซ้อนกับโครเมียม (III) ไอออน ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลาย Semicarbazide hydrochloride

| Semicarbazide hydrochloride (%w/v) | ค่าความยาวคลื่นสูงสุด (nm) | | ค่าการดูดกลืนแสง | |
|------------------------------------|----------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| | $\lambda_{\text{max}1}$ | $\lambda_{\text{max}2}$ | $\lambda_{\text{max}1}$ | $\lambda_{\text{max}2}$ |
| | 0.00 | 432.0 | 612 | 0.039 |
| 0.50 | 421.5 | 600.5 | 0.024 | 0.019 |
| 1.00 | 425.0 | 600.5 | 0.03 | 0.024 |
| 1.50 | 425.0 | 600.5 | 0.030 | 0.024 |
| 2.00 | 425.5 | 601 | 0.030 | 0.024 |

ความเข้มข้นที่เหมาะสมในการเกิดสารเชิงซ้อนของสารละลายโครเมียม (III) ไอออนของ Semicarbazide hydrochloride คือ 1.0% w/v ปริมาตร 2 mL โดยสังเกตจาก ค่า λ_{max} และค่าการดูดกลืนแสงจะเริ่มคงที่ที่ความเข้มข้นนี้ แสดงว่า โครเมียม(III)ไอออน สามารถสร้างสารเชิงซ้อนกับ Semicarbazide hydrochloride ได้สมบูรณ์

5. ผลของการรบกวนการวิเคราะห์สารเชิงซ้อนโครเมียม (III) ไอออนกับ Semicarbazide hydrochloride จากแคลเซียมและ โซเดียมไอออน

ในน้ำทิ้งทั่วไป จะมีแคลเซียมและโซเดียมไอออนปนอยู่เป็นจำนวนมากอยู่ในรูปความกระด้างของน้ำ จึงศึกษาผลการรบกวนของไอออนทั้งสองต่อการวิเคราะห์สารเชิงซ้อนของโครเมียม ซึ่งได้ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ผลการศึกษาการรบกวนการวิเคราะห์โครเมียมจากแคลเซียมไอออน และโซเดียมไอออน

| จำนวน (หยด) | ค่าความยาวคลื่นสูงสุด(nm) | | | |
|-------------|---------------------------|-----|-----|-----|
| | 0 | 5 | 10 | 15 |
| Calcium ion | 420 | 419 | 419 | 420 |
| Sodium ion | 426 | 426 | 425 | 425 |

จากการเติมสารละลายแคลเซียมไอออน และโซเดียมไอออนอิมิตัวลงไปในการเชิงซ้อนระหว่าง โครเมียม (III) ไอออนกับ Semicarbazide hydrochloride พบว่าค่า λ_{max} ไม่เปลี่ยนแปลง แสดงว่า ไอออนทั้งสองไม่รบกวนการเกิดสารเชิงซ้อน

6. ผลของการศึกษากราฟมาตรฐานของสารละลายโครเมียม (III) ไอออน ที่ได้จากการทดลองด้วยเทคนิค UV-Visible Spectrophotometry

ได้ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นสูงสุดของสารเชิงซ้อนโครเมียม (III) ไอออน กับ Semicarbazide hydrochloride 1.0% w/v ปริมาตร 2 mL

| [Cr ³⁺] (ppm) | λ_{max} (nm) | ค่าการดูดกลืนแสง |
|---------------------------|----------------------|------------------|
| 200 | 430.00 | 0.058 |
| 400 | 430.00 | 0.114 |
| 600 | 431.00 | 0.173 |
| 800 | 430.50 | 0.231 |
| 1000 | 432.00 | 0.299 |

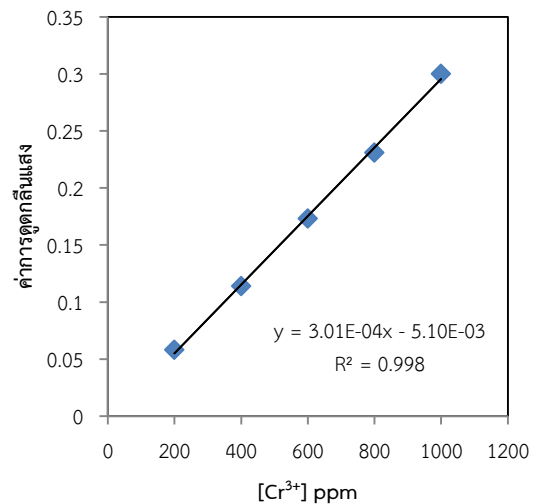
จากผลการทดลองการวัดค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 350 ถึง 800 nm ของสารละลายโครเมียม (III) ไอออนความเข้มข้น 200 - 1000 ppm ที่ผสมกับ Semicarbazide hydrochloride 1.0 %w/v ปริมาตร 2 mL พบว่ามีค่า λ_{max} เท่ากับ 430.00 430.00 431.00 430.50 และ 432.00 nm ตามลำดับ จึงเลือกใช้ค่า λ_{max} เฉลี่ยในการใช้สร้างกราฟมาตรฐานของโครเมียม (III) ไอออนที่ 430.70 nm เพราะในการวัดค่าการดูดกลืนแสงจะต้องวิเคราะห์ที่ λ_{max} ค่าเดียวกัน

ผลการวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นแสงเฉลี่ย 430.70 nm ของสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออนเข้มข้นต่างๆ ผสมกับ Semicarbazide hydrochloride 1.0% w/v ปริมาตร 2 mL เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นสูงสุด มาสร้างกราฟมาตรฐาน

จะได้สมการเส้นตรง $y = (3.01 \times 10^{-4})x - (5.10 \times 10^{-3})$ และมีค่า R² เท่ากับ 0.998 ซึ่งเป็นค่าที่เหมาะสมในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (ตารางที่ 4, รูปที่ 8)

ตารางที่ 4 ความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นสูงสุดของสารเชิงซ้อนโครเมียม (III) ไอออนกับ Semicarbazide hydrochloride ที่ความยาวคลื่น 430.70 nm

| [Cr ³⁺] (ppm) | ค่าการดูดกลืนแสง |
|---------------------------|------------------|
| 200 | 0.058 |
| 400 | 0.114 |
| 600 | 0.173 |
| 800 | 0.231 |
| 1000 | 0.300 |



รูปที่ 8 กราฟมาตรฐานของสารเชิงซ้อนโครเมียม (III) ไอออน กับ Semicarbazide hydrochloride

7. การเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ %Recovery ของสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออนที่วัดจากเครื่อง AAS และ UV-Vis spectrophotometer

นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออนความเข้มข้นต่างๆ มาวัดปริมาณโครเมียม (III) ไอออนด้วยเครื่อง AAS และนำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) ไอออน เติม Semicarbazide hydrochloride นำมาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง ที่ 430.70 nm จากนั้นนำมาคำนวณ %Recovery ของแต่ละวิธี ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 5

ตารางที่ 5 แสดงการเปรียบเทียบ %Recovery ของสารละลายมาตรฐานที่วัดจากเครื่อง AAS และ UV-Vis spectrophotometer

| Std [Cr ³⁺] (ppm) | [Cr ³⁺] (ppm) ที่สามารถวัดได้ | | %Recovery | |
|-------------------------------------|--|--------|-----------|--------|
| | AAS | UV-Vis | AAS | UV-Vis |
| 50 | 49.55 | 48.88 | 99.10 | 97.76 |
| 60 | 58.72 | 57.81 | 97.87 | 96.35 |
| 70 | 69.53 | 68.72 | 99.33 | 98.17 |
| 80 | 79.79 | 78.54 | 99.74 | 98.18 |
| % Recovery เฉลี่ย | | | 99.01 | 97.61 |

จากผลการทดลองพบว่า ค่า %Recovery ของสารละลายมาตรฐานที่วัดจากเครื่อง AAS มากกว่าค่าที่วัดจากเครื่อง UV-Visible spectrophotometer เพียงเล็กน้อย และมีค่าใกล้เคียงกับ 100% แสดงว่าการใช้ Semicarbazide hydrochloride สร้างสารเชิงซ้อนกับ โครเมียม (III) ไอออน นำมาวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม (III) ไอออน ได้และผลการทดลองมีความน่าเชื่อถือ เมื่อเทียบกับการใช้เครื่อง AAS

8. การหาโครเมียม (III) ไอออนจากน้ำทิ้งจากการวิเคราะห์ค่า COD

นำน้ำทิ้งจากการวิเคราะห์ COD ผสมกับ Semicarbazide hydrochloride นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 430.70 nm นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณโครเมียมและเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 6

ตารางที่ 6 การเปรียบเทียบปริมาณโครเมียม(III) ไอออนด้วยเทคนิค UV-Visible spectrophotometry กับการวิเคราะห์ด้วย AAS

| เครื่องมือ | [Cr ³⁺] (ppm) ในน้ำทิ้ง COD |
|---------------------|--|
| จากเครื่อง AAS | 912 |
| จากเครื่อง UV - Vis | 899 |

ตัวอย่างน้ำทิ้งที่มีโครเมียม (III) ไอออนที่เลือกใช้ได้แก่น้ำทิ้งจากการวิเคราะห์ค่า COD ซึ่งมีค่า pH = 1 มีลักษณะเป็นสารละลายสีเขียวของโครเมียม (III) ไอออน โดยทั่วไปในน้ำทิ้งจากการวิเคราะห์ COD มีโครเมียมเข้มข้น 1000 ppm นำสารตัวอย่าง COD

มาหาปริมาณโครเมียมโดยใช้กราฟมาตรฐาน สารตัวอย่างที่เติม Semicarbazide hydrochloride 1.0% w/v มีปริมาณโครเมียมเท่ากับ 899 ppm ส่วนเครื่อง AAS มีปริมาณโครเมียมเท่ากับ 912 ppm แสดงว่าวิธีวิเคราะห์โครเมียม (III) ไอออนในน้ำทิ้งจากการวิเคราะห์ COD ที่เติม Semicarbazide hydrochloride 1.0% w/v สามารถนำมาวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม (III) ไอออนได้

สรุปผลการวิจัย

โครเมียม (III) ไอออนสามารถเกิดสารเชิงซ้อนกับ Semicarbazide hydrochloride ในเวลา 20 นาที ปริมาณที่เหมาะสมของ Semicarbazide hydrochloride ในการสร้างสารเชิงซ้อนกับโครเมียม (III) ไอออน 1000 ppm 10 mL คือ 1.0% w/v ปริมาตร 2 mL แคลเซียมไอออน และโซเดียมไอออน ไม่รบกวนค่า λ_{max} ของการวิเคราะห์สารเชิงซ้อนโครเมียม (III) ไอออน ด้วย Semicarbazide hydrochloride นำวิธีวิเคราะห์นี้สร้างกราฟมาตรฐาน ได้สมการเส้นตรง ที่มีค่า R² เท่ากับ 0.998 ซึ่งเป็นค่าที่เหมาะสมในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ผลของการศึกษา %Recovery ด้วยเครื่อง AAS และ UV-Visible spectrophotometer พบว่าให้ค่าแตกต่างกันไม่มาก และมีค่าเกือบ 100% แสดงว่าสามารถใช้วิธีวิเคราะห์นี้ในการหาปริมาณโครเมียม (III) ไอออน นำวิธีนี้ไปหาปริมาณโครเมียม (III) ไอออนในน้ำทิ้ง จากการวิเคราะห์ COD ด้วยเครื่อง AAS และ UV-Visible spectrophotometer พบว่าให้ผลไม่แตกต่างกัน แสดงว่า สามารถนำ Semicarbazide hydrochloride มาวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม (III) ไอออนได้

เอกสารอ้างอิง

- คุณากร เลี้ยวเพ็ญวงษ์. 2558. การเตรียมและการปรับปรุงถ่านกัมมันต์จากลูกหวางเพื่อการดูดซับโครเมียม (III) ไอออน. ปริญญาโท. วิทยาลัยราชภัฏธนบุรี สาขาเคมีประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรังสิต. ปทุมธานี.
- เสรีย์ ตูประกาย. 2548. การบำบัดโครเมียมเฮกซะวาเลนต์ในสารละลายโดยไททาเนียมไดออกไซด์แบบตรึงในกระบวนการโฟโตแคตตาไลติก. วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต วิศวกรรมสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ กรุงเทพมหานคร
- ปัญญา มณีจักร์. 2556. การพัฒนาถ่านกัมมันต์จากลูกหวางเพื่อดูดซับโครเมียม (III) ไอออน จาก

น้ำเสียในการวิเคราะห์ค่า COD. การประชุม
วิชาการระดับชาติ มหาวิทยาลัยรังสิต.
ปทุมธานี: มหาวิทยาลัยรังสิต. หน้า119 –
129.

อำพร ไชยภักดี. 2553. การเตรียมถ่านกัมมันต์จาก
ลูกหวาก้างเพื่อดูดซับโครเมียม (III) ในน้ำ
เสีย. ปรินฤณีพนธ์ วิทยาศาสตร์บัณฑิต
สาขาเคมีประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยรังสิต. ปทุมธานี.

Choi, H.D., Jung, W.S., Cho, J.M., Ryu, B.G., Yang, J.S.
and Back, K. 2009. Adsorption of Cr (VI) onto
cationic surfactant-modified activated
carbon. **Journal of Hazardous Materials.**
116: 642-646.

Lie W., Zhang J., Zhang C., Wang Y., Li Y. 2010.
Adsorptive removal of Cr (VI) by Fe-modified
activated carbon prepared from *Trapa*
natans husk. **Chemical Engineering**
Journal. 162: 677–684

Jabari. M., Aqra. F., Shahin. S., and Khatib, A.
Monitoring chromium content in tannery
wastewater. 2009 **The Journal of the**
Argentine Chemical Society. 97: 77 - 87