

การวิเคราะห์ดีบุกปริมาณน้อยด้วยเทคนิคเฟลมอะตอมมิก
แอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรีหลังจากการตกตะกอน
ร่วมกับอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

Trace Analysis of Tin by Flame Atomic Absorption
Spectrophotometry Technique after Coprecipitation with
Aluminum Hydroxide

รัชนิกร วงศา และนภา ตั้งเตรียมจิตมั่น*

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

ตำบลแสนสุข อำเภอเมือง จังหวัดชลบุรี 20131

Ratchaneekorn Wongsa and Napa Tangtreamjitmun*

Department of Chemistry, Faculty of Science, Burapha University,

Saensook, Muang, Chonburi 20131

บทคัดย่อ

การวิเคราะห์ดีบุก (Sn) โดยอาศัยการตกตะกอนร่วมกับอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ได้ถูกพัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้ โดยใช้อลูมิเนียมไนเตรต 9 มิลลิโมลาร์ ในการตกตะกอนร่วมกับดีบุก 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปรับพีเอชให้เป็น 6 ด้วยฟอสเฟตบัฟเฟอร์ ตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง ก่อนนำไปหมั่นเหวี่ยงแยกตะกอนที่ความเร็ว 3,500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที ละลายตะกอนที่ได้ด้วยกรดไฮโดรคลอริก ปรับปริมาตรสุดท้ายเป็น 5 มิลลิลิตร ได้ แพลเตอร์เพิ่มความเข้มข้น 20 เท่า นำไปตรวจวัดด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ จากนั้นได้นำสภาวะเดียวกันนี้มาตกตะกอนร่วมดีบุก 0.1 และ 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร พบว่ามีค่าความคลาดเคลื่อน 6 และ 7 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ได้แพลเตอร์เพิ่มความเข้มข้นเป็น 60 เท่า และได้นำไปใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง น้ำเชื่อมจากผลไม้กระป๋อง 4 ชนิด พบปริมาณดีบุกในตัวอย่างน้ำเชื่อมเท่ากับ 42.4 ± 3.33 , 49.5 ± 5.29 , 52.3 ± 6.53 , 44.6 ± 2.32 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ และได้ค่าร้อยละการได้กลับคืนของตัวอย่างน้ำเชื่อมอยู่ระหว่าง 85.2-97.8

คำสำคัญ : การตกตะกอนร่วม; ดีบุก; อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์; น้ำเชื่อมในผลไม้กระป๋อง; FAAS

Abstract

An aluminum hydroxide coprecipitation method for determination of tin was developed in this work. Aluminum nitrate 9 mM was used to coprecipitate 100 mL of 1 mg L⁻¹ tin in phosphate

buffer solution pH 6. The precipitated solution was then leaved for 1 hour before centrifuge at 3500 rpm for 20 minutes. Precipitate was dissolved with hydrochloric acid into a final volume of 5 mL. The tin solution was determined by flame atomic absorption spectrophotometer (FAAS). The pre-concentration factor of 20 was obtained. The same coprecipitation conditions were used to determine 0.1 and 0.5 mg L⁻¹ tin solution with the relative error of 6 and 7%, respectively. But the pre-concentration factor was increased to 60. This condition was then used to determine tin in syrup samples from four different types of canned fruits. The determined amount of tin in the four syrup samples were 42.4±3.33, 49.5±5.29, 52.3±6.53, 44.6±2.32 mg L⁻¹, respectively. The recoveries of tin from syrup samples were found in a range of 85.2-97.8 %.

Keywords: coprecipitation; tin; aluminum hydroxide; canned fruit syrup samples; FAAS

1. บทนำ

โดยปกติการวิเคราะห์ดีบุกในระดับไมโครกรัมต่อลิตร เป็นเทคนิคที่ทำกับเครื่องมือที่มีราคาค่อนข้างสูง ได้แก่ เทคนิคโซลิดแซมปลิงอิเล็กโตรเทอร์มอลอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมทรี (solid sampling electrothermal atomic absorption spectrometry) [1] เทคนิคอินดักทีฟลีคัปเปิลพลาสมาแมสสเปกโทรเมทรี (inductively coupled plasma mass spectrometry) [2] เทคนิคไฮโดรเจนเนอรัเรชันโฟลอินเจกชันอะตอมมิกแอบซอร์พชัน (hydride generation flow injection atomic absorption technique) [3] เป็นต้น ซึ่งเป็นเทคนิคที่ซับซ้อนต้องใช้ความชำนาญ ในการวิเคราะห์และค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์แต่ละครั้งก็สูงด้วยเช่นกัน

การเพิ่มความเข้มข้นด้วยการตกตะกอนร่วมเป็นวิธีที่ง่ายและประหยัด ตะกอนอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ [Al(OH)₃] ถูกนำมาใช้ตกตะกอนร่วมเพื่อวิเคราะห์ปริมาณคอปเปอร์ แคดเมียม และ ตะกั่ว ในน้ำทะเลและน้ำแร่ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี [4] ตะกอนยูโรเพียมไฮดรอกไซด์ [Eu(OH)₃] ใช้ตกตะกอนร่วมเพื่อวิเคราะห์โครเมียม เหล็ก ตะกั่ว และแมงกานีสในตัวอย่างอาหาร ปุ๋ย และ

ดิน ด้วยเทคนิคเฟลอมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี [5] ตะกอนดีบุกไฮดรอกไซด์ [Sn(OH)₄] ถูกนำมาตกตะกอนร่วมเพื่อวิเคราะห์เหล็ก นิกเกิล ทองแดง แคดเมียม และตะกั่ว ด้วยเทคนิคแกรไฟท์เฟอเนอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี [6]

กระป๋องสำหรับบรรจุผลไม้ทำด้วยแผ่นเหล็กเคลือบผิวหน้าด้วยดีบุกเพื่อป้องกันการกัดกร่อนของเหล็ก เมื่อผลไม้กระป๋องถูกขนส่งหรือเก็บรักษาในที่อุณหภูมิสูงจะทำให้ ดีบุกละลายออกมาในน้ำเชื่อมที่แช่ผลไม้อยู่ในกระป๋อง และผลไม้ที่มีกรดจะเร่งการกัดกร่อนชั้นของดีบุกให้ละลายออกมาได้มากขึ้น เมื่อน้ำเชื่อมนั้นถูกรับประทาน ดีบุกจะสะสมในร่างกายทีละน้อย อาจทำให้เกิดการเจ็บป่วยได้ในที่สุด [7] งานวิจัยที่พบส่วนใหญ่จะเป็นการวิเคราะห์อาหารผลไม้ หรือน้ำผลไม้ในกระป๋อง [8-10] งานวิจัยนี้จึงเสนอวิธีวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกที่ปนเปื้อนในน้ำเชื่อมจากผลไม้กระป๋องเพื่อความปลอดภัยของผู้บริโภค ปริมาณดีบุกที่ยินยอมให้มีในอาหารกระป๋องทั่วไปตามมาตรฐานอาหารสากลหรือมาตรฐานอาหารระหว่างประเทศ (Codex or Codex Alimentarius) อยู่ที่ 250 มิลลิกรัมดีบุกต่อกิโลกรัม

2. อุปกรณ์และวิธีการ

2.1 สารเคมี

สารเคมีทุกตัวเป็นเกรดวิเคราะห์ สารละลายมาตรฐานดีบุก (SnCl_4 in 2 M HCl) 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร บริษัท Merck ประเทศสหรัฐอเมริกา โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (potassium dihydrogen phosphate, KH_2PO_4) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, NaOH) โซเดียมคาร์บอเนต (sodium carbonate, Na_2CO_3) อลูมิเนียมไนเตรต (aluminium nitrate nonahydrate, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) โพแทสเซียมคลอไรด์ (potassium chloride, KCl) กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (hydrochloric acid, HCl) บริษัท Ajax Finechem ประเทศออสเตรเลีย

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (flame atomic absorption spectrophotometer, FAAS) รุ่น novAA350 บริษัท Analytik jena ประเทศเยอรมนี เครื่องหมุนเหวี่ยง (centrifuge) รุ่น TC-6 บริษัท Sorvall ประเทศสหรัฐอเมริกา เพอร์ิสต์ลิตคัมป์ (peristaltic pump) รุ่น BT100-2J บริษัท Baoding Longer Precision Pump ประเทศจีน พีเอชมิเตอร์ (pH meter) รุ่น PH34 บริษัท Beckman ประเทศสหรัฐอเมริกา

2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

เตรียมสารมาตรฐานดีบุก 0, 5, 10, 20, 30, 40 และ 70 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยเจือจางจากสารละลายมาตรฐานดีบุก 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยกรดไฮโดรคลอริก 0.5 เปอร์เซ็นต์ และเติมโพแทสเซียมคลอไรด์ 0.1 เปอร์เซ็นต์ ทุกขวด นำสารมาตรฐานที่เตรียมนี้พร้อมทั้งสารละลายดีบุกที่ได้จาก

การตกตะกอนร่วมไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง FAAS ใช้แหล่งกำเนิดแสง hollow cathode lamp ให้แสงที่มีความยาวคลื่น 224.6 นาโนเมตร ใช้ slit width 0.2 นาโนเมตร ใช้เปลวไฟจากอากาศและแก๊สอะเซทิลีน ความสูงของ burner เท่ากับ 6 มิลลิเมตร และอัตราการดูดสารของ nebulizer เท่ากับ 5.0 มิลลิตรต่อนาที จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปสร้างกราฟมาตรฐาน เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณดีบุกที่ได้หลังจากการตกตะกอนร่วม

2.3.2 สภาพที่เหมาะสมในการตกตะกอนร่วมของดีบุกด้วยอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

(1) พีเอชในการตกตะกอนร่วมดีบุกกับอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ นำสารละลายดีบุก 1 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 100 มิลลิลิตร เติมอลูมิเนียมไนเตรต 1.5 โมลาร์ 0.6 มิลลิลิตร นำมาคนด้วยเครื่องปั่นกวนด้วยแม่เหล็กด้วยความเร็ว 1,100 รอบต่อนาที ปรับค่าพีเอชเป็น 4 โดยหยดโซเดียมคาร์บอเนต 0.1 โมลาร์ ด้วยเพอร์ิสต์ลิตคัมป์ ความเร็ว 0.6 มิลลิตรต่อนาที ดังรูปที่ 1 นำไปหมุนเหวี่ยงตะกอนด้วยความเร็ว 3500 รอบต่อนาที รินสารละลายใสทิ้ง นำตะกอนที่ได้มาละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก 33 เปอร์เซ็นต์ 1 มิลลิตร เติมโพแทสเซียมคลอไรด์ 0.1 เปอร์เซ็นต์ ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 5 มิลลิตร เตรียมสารละลายดังข้างต้นอีก 5 ชุด ให้มีพีเอช 5, 6, 7, 8, และ 9 ตามลำดับ เตรียมสารละลายแบลนด์ที่พีเอช 7 โดยใช้น้ำปราศจากไอออน นำสารละลายที่ได้ทั้งหมดไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง FAAS พร้อมทั้งสร้างกราฟมาตรฐานดังข้อ 2.3.1 และคำนวณค่าความคลาดเคลื่อนของผลการวิเคราะห์ สภาพการตกตะกอนร่วมนี้ใช้สารละลายดีบุกเริ่มต้นที่ 100 มิลลิตร หลังจากตกตะกอนร่วม นำตะกอนที่ได้มาละลายและปรับปริมาตรสุดท้ายเป็น 5 มิลลิตร ก่อนนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง FAAS ดังนั้น

สถานะนี้จึงมีแฟกเตอร์เพิ่มความเข้มข้น (pre-concentration factor) เท่ากับ 20 ซึ่งค่านี้จะใช้

การคำนวณหาค่าความเข้มข้นของดีบุกก่อนตกตะกอนรวม



รูปที่ 1 อุปกรณ์และเครื่องมือในการตกตะกอนรวม

(2) การปรับพีเอชด้วยบัฟเฟอร์ในการตกตะกอนรวม นำดีบุก 1 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 100 มิลลิตร เตรียม 3 ชุด เติมฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 1 โมลาร์ พีเอช 6, 7 และ 8 อย่างละ 5 มิลลิตร ลงในสารละลาย 3 ชุด ตามลำดับ และทำสารละลายแบลนด์อีก 1 ชุด ที่พีเอช 7 นำสารละลายที่เตรียมได้ทั้งหมดมาคนด้วยเครื่องปั่นกวนด้วยแม่เหล็ก ดังในรูปที่ 1 ด้วยความเร็ว 1,100 รอบต่อนาที หยดอลูมิเนียมไนเตรด 1.5 โมลาร์ 0.6 มิลลิตร ด้วยเพอร์ิสต์ลิตคัมป์ความเร็ว 0.1 มิลลิตรต่อนาที จากนั้นนำตะกอนที่ได้ไปหมุนเหวี่ยงด้วยความเร็ว 3,500 รอบต่อนาที รินสารละลายใส่ทิ้ง นำตะกอนมาละลายด้วยไฮโดรคลอริก 33 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 1 มิลลิตร เติมโพแทสเซียมคลอไรด์ 0.1 เปอร์เซ็นต์ ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 5 มิลลิตร นำสารละลายที่ได้ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง FAAS พร้อมทั้งสร้างกราฟมาตรฐานดังข้อ 2.3.1 และคำนวณค่า

ความคลาดเคลื่อนของผลการวิเคราะห์ เปรียบเทียบกับผลข้อ (1) ที่พีเอชเดียวกัน

(3) ผลของเวลาที่ใช้ในการตกตะกอนรวม ทำการวิเคราะห์ดังข้อ (2) แต่ตั้งสารละลายทิ้งไว้ทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง ก่อนนำไปหมุนเหวี่ยงตะกอน นำผลที่ได้เปรียบเทียบกับผลข้อ (2) ที่พีเอชเดียวกัน

2.3.3 การตกตะกอนรวมด้วยแฟกเตอร์เพิ่มความเข้มข้นเท่ากับ 60

เตรียมดีบุก 0.1 และ 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร อย่างละ 300 มิลลิตร เติมฟอสเฟตบัฟเฟอร์พีเอช 6 เข้มข้น 1 โมลาร์ 15 มิลลิตร ลงในสารละลายทั้งสองชุด หยดอลูมิเนียมไนเตรดเข้มข้น 1.5 โมลาร์ ด้วยเพอร์ิสต์ลิตคัมป์ความเร็ว 0.1 มิลลิตรต่อนาที เป็นเวลา 18 นาที โดยขณะหยดให้คนสารละลายด้วยความเร็ว 1100 รอบต่อนาที ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปหมุนเหวี่ยงตะกอนด้วยความเร็ว 3500 รอบต่อนาที รินสารละลายใส่ทิ้งและนำตะกอน

ที่ได้มาละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก 33 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 1 มิลลิลิตร เติมโพแทสเซียมคลอไรด์ 0.1 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 5 มิลลิลิตร เตรียมแบลนด์โดยใช้น้ำปราศจากไอออน นำสารละลายทั้งหมดไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง FAAS พร้อมทั้งสร้างกราฟมาตรฐานดังข้อ 2.3.1 คำนวณค่าความคลาดเคลื่อนของผลการวิเคราะห์

2.3.4 การหาปริมาณดีบุกในน้ำเชื่อมจากผลไม้กระป๋อง

ปิเปตตัวอย่างน้ำเชื่อมจากผลไม้กระป๋อง 4 ชนิด (A, B, C, D) มาชนิดละ 2 มิลลิลิตร ใส่ลงในน้ำปราศจากไอออน 300 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ 4 ใบ ตามลำดับ ปิเปตซ้ำอีกชนิดละ 2 ชุด รวมเป็นทั้งหมด 12 ตัวอย่าง นำไปตกตะกอนร่วมเช่นเดียวกับวิธีในข้อ 2.3.3 คำนวณความเข้มข้นของดีบุกหลังตกตะกอนร่วมจากกราฟมาตรฐาน และนำไปคำนวณปริมาณดีบุกในตัวอย่างน้ำเชื่อม

2.3.5 การหาค่าร้อยละการได้กลับคืน

ปิเปตตัวอย่างน้ำเชื่อมจากผลไม้กระป๋อง 4 ชนิด มาชนิดละ 2 มิลลิลิตร ใส่ลงในน้ำปราศจากไอออน 300 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ 4 ใบ ตามลำดับ ปิเปตสารละลายมาตรฐานดีบุก 100 มิลลิกรัมต่อลิตร 900 ไมโครลิตร ลงในบีกเกอร์ทั้ง 4 ใบ นำไปตกตะกอนร่วมเช่นเดียว กับวิธีในข้อ 2.3.3 และคำนวณหาค่าร้อยละการได้กลับคืนของดีบุกในตัวอย่างน้ำเชื่อม

3. ผลการวิจัยและวิจารณ์

3.1 กราฟมาตรฐาน ค่า LOD และค่า LOQ

การวิเคราะห์ดีบุกด้วยเครื่อง FAAS ได้สร้างกราฟมาตรฐานของดีบุกระหว่าง 5-70 มิลลิกรัมต่อลิตร กราฟมาตรฐานมีสมการเส้นตรง คือ $y =$

$0.002284x + 0.001407$ มีสัมประสิทธิ์การตัดสิ้นใจเท่ากับ 0.9995 มีค่า LOD (3SD) และ LOQ (10SD) เท่ากับ 0.9 และ 3.1 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ โดยวิเคราะห์จากการนำสารละลายแบลนด์ มาวัดค่าการดูดกลืนแสง 11 ครั้ง ($n=11$) กราฟมาตรฐานนี้ได้ใช้ในการหาความเข้มข้นของดีบุกหลังตกตะกอนร่วม

3.2 พิเอชในการตกตะกอนร่วมดีบุกกับอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

เมื่ออลูมิเนียมไนเตรดละลายน้ำจะเกิดไฮโดรไลซิสได้สารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด จึงมีการเติมโซเดียมคาร์บอเนตที่เป็นเบสเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาได้ตะกอนอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ $Al(OH)_3$ [5] ซึ่งเริ่มตกตะกอนที่พีเอช 4 และตกตะกอนหมดที่พีเอช 5.5 คำนวณจากค่า $K_{sp} = 2 \times 10^{-32}$ ของอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ 9 มิลลิโมลาร์ นอกจากนี้ตะกอนอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จะละลายเมื่อพีเอชสูงกว่า 9 เนื่องจากเกิดไอออนเชิงซ้อนเตตระไฮดรอกไซด์อลูมินาต $[Al(OH)_4]^-$ ที่ละลายน้ำได้ [11] จึงได้ทำการตกตะกอนร่วมดีบุกที่ช่วงพีเอช 4-9 พบว่าความคลาดเคลื่อนของการวิเคราะห์ดีบุกที่พีเอช 4-5 มีค่าสูงมาก ส่วนที่พีเอช 6 มีความคลาดเคลื่อนน้อยที่สุดคือ 25 เปอร์เซ็นต์ ที่พีเอช 7-9 ความคลาดเคลื่อนค่อนข้างคงที่ประมาณ 40 เปอร์เซ็นต์ ดังตารางที่ 1 จึงเลือกพีเอช 6-8 ไปศึกษาต่อ

3.3 การปรับพีเอชด้วยบัฟเฟอร์ในการตกตะกอนร่วม

เมื่อใช้ฟอสเฟตบัฟเฟอร์แทนโซเดียมคาร์บอเนตในการปรับพีเอชของสารละลายดีบุกเพื่อตกตะกอนร่วมกับอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ พบว่าความคลาดเคลื่อนของการวิเคราะห์ต่ำกว่าเมื่อใช้โซเดียมคาร์บอเนตเล็กน้อย ดังตารางที่ 2 แต่จะมีความสะดวกกว่าเพราะสามารถเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ให้ได้ตามพีเอชที่ต้องการ และเปลี่ยนเป็นหยดอลูมิเนียม

ไนเตรต ซึ่งใช้เวลาเพียง 6 นาทีเท่ากันทุกพีเอช ขณะที่โซเดียมคาร์บอเนตใช้เวลาประมาณ 20-30 นาที ขึ้นกับปริมาณของโซเดียมคาร์บอเนตที่ใช้แต่ละพีเอช

ซึ่งไม่เท่ากัน การใช้เวลาไม่เท่ากันอาจมีผลต่อการตกตะกอนร่วมของดีบุกได้จึงเลือกใช้บัฟเฟอร์ในการปรับพีเอชเพื่อการตกตะกอนร่วมในการศึกษาต่อไป

ตารางที่ 1 ความคลาดเคลื่อนของการวิเคราะห์ดีบุก 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมที่พีเอชต่าง ๆ

พีเอช	ปริมาณที่พบหลังจากตกตะกอนร่วม X (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ปริมาณที่มีก่อนตกตะกอนร่วม X/20 (มิลลิกรัมต่อลิตร) (แฟคเตอร์เพิ่มความเข้มข้น = 20)	ร้อยละความคลาดเคลื่อน $\% E = \left 1 - \frac{X}{20} \right * 100$
4.0	0.60	0.03	97
5.0	2.34	0.12	88
6.0	15.0	0.75	25
7.0	12.2	0.61	39
8.0	12.7	0.63	37
9.0	12.2	0.61	39

ตารางที่ 2 ความคลาดเคลื่อนของการวิเคราะห์ดีบุก 1 มิลลิกรัมต่อลิตร จากการตกตะกอนร่วมที่ปรับพีเอชด้วยสารต่างชนิดกัน

สารที่ใช้ปรับพีเอช	พีเอช 6			พีเอช 7			พีเอช 8		
	X	X/20	% E	X	X/20	% E	X	X/20	% E
โซเดียมคาร์บอเนต	15.0	0.75	25	12.2	0.61	39	12.7	0.63	37
ฟอสเฟตบัฟเฟอร์	14.9	0.75	25	14.0	0.70	30	13.8	0.69	31

ตารางที่ 3 ความคลาดเคลื่อนของการวิเคราะห์ดีบุก 1 มิลลิกรัมต่อลิตร เมื่อใช้เวลาต่างกันในการตกตะกอนร่วม

เวลาในการตกตะกอนรวมก่อนนำตะกอนไปหมุนเหวี่ยง	พีเอช 6			พีเอช 7			พีเอช 8		
	X	X/20	% E	X	X/20	% E	X	X/20	% E
หมุนเหวี่ยงตะกอนทันที	14.9	0.75	25	14.0	0.70	30	13.8	0.69	31
หมุนเหวี่ยงตะกอนหลัง 1 ชั่วโมง	19.4	0.97	3	16.0	0.80	20	13.9	0.69	31

3.4 ผลของเวลาที่ใช้ในการตกตะกอนร่วม

จากการศึกษากลไกการตกตะกอนร่วมแบบดูดซับบนพื้นผิว ซึ่งเป็นกลไกพื้นฐานของการตกตะกอนร่วม ไอออนในสารละลายจะเคลื่อนที่ไปสู่ผิว

ของตะกอนที่เกิดขึ้น [12] ดังนั้นการตั้งสารละลายทิ้งไว้ระยะเวลาหนึ่ง ก่อนนำไปหมุนเหวี่ยงตะกอน ทำให้อิออนสามารถตกตะกอนร่วมตามลงมาได้มากขึ้น ผลการวิเคราะห์ในตารางที่ 3 สอดคล้องกับกลไกดังกล่าว

ตะกอนอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นในสารละลาย
ดูดซับเอาไอออนดีบุกตกตะกอนร่วมลงมาด้วย จึง
พบว่าความคลาดเคลื่อนของการวิเคราะห์ดีบุกที่พีเอช
6 ลดลงเหลือ 3 เปอร์เซ็นต์ เมื่อตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง ก่อน
นำไปหมนเหวี่ยงตะกอนที่พีเอช 7 ค่าความคลาด
เคลื่อนลดลงเหลือ 20 เปอร์เซ็นต์ ส่วนที่พีเอช 8 ยังคง
เท่าเดิม ดังนั้นในการตกตะกอนร่วมครั้งต่อไปจึงเลือก
ทำที่พีเอช 6 และทิ้งตะกอนที่ได้ไว้ 1 ชั่วโมง ก่อนจะ
นำไปหมนเหวี่ยงแยกตะกอน ผลวิจัยนี้สอดคล้องกับ
การวิเคราะห์โลหะอื่นโดยอาศัยการตกตะกอนร่วมกับ
ตะกอน $\text{Sn}(\text{OH})_4$ ซึ่งรายงานว่าตัวตะกอน $\text{Sn}(\text{OH})_4$
ตกได้ดีที่ พีเอช 5-6 [6]

3.5 การหาปริมาณดีบุกในน้ำเชื่อมจากผลไม้ กระป๋องด้วยแฟคเตอร์เพิ่มความเข้มข้นเท่ากับ 60

เมื่อนำดีบุก 0.1 และ 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร
มาตกตะกอนร่วมด้วยแฟคเตอร์เพิ่มความเข้มข้น
เท่ากับ 60 ปรากฏว่าได้ ความคลาดเคลื่อน 6 และ 7
เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ จึงได้นำการวิเคราะห์ดีบุกวิธีนี้
ไปใช้ในการวิเคราะห์ดีบุกในตัวอย่างน้ำเชื่อมจากผลไม้
กระป๋องซึ่งมีน้ำตาล 58 เปอร์เซ็นต์ (จากผลข้าง
กระป๋อง) ทำให้น้ำเชื่อมมีความหนืดสูง เป็นปัจจัยหนึ่ง
ที่รบกวนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FAAS เนื่องจากทำ
ให้อัตราการดูดของเหลวของ nebulizer เข้าสู่เปลวไฟ
ไม่เท่ากัน ซึ่งอาจแก้ไขโดยการเจือจางตัวอย่าง เพื่อ
แก้ปัญหาเรื่องความหนืดที่มากเกินไป รวมทั้งเมทริกซ์ที่
อาจรบกวนการวิเคราะห์ [13] งานวิจัยนี้จึงได้เจือจาง
น้ำเชื่อมลง 150 เท่า และนำมาตกตะกอนร่วม ก่อน
นำไปตรวจวัดด้วยเครื่อง FAAS ได้ผลดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 ปริมาณดีบุกในตัวอย่างน้ำเชื่อมจากผลไม้กระป๋อง

ตัวอย่าง	ปริมาณดีบุก (มิลลิกรัมต่อลิตร) (n=3)			ค่าเฉลี่ย $\pm$ SD (มิลลิกรัมต่อลิตร)
	หลังตกตะกอนร่วม X	ก่อนตกตะกอนร่วม X/60*	ในตัวอย่างน้ำเชื่อม (X/60)(150)**	
A1	15.4	0.257	38.5	42.4 $\pm$ 3.33
A2	17.9	0.298	44.7	
A3	17.5	0.291	43.7	
B1	18.2	0.303	45.5	49.5 $\pm$ 5.29
B2	19.0	0.316	47.4	
B3	22.2	0.370	55.4	
C1	23.0	0.384	57.5	52.3 $\pm$ 6.53
C2	18.0	0.300	44.9	
C3	21.7	0.361	54.1	
D1	18.9	0.314	47.2	44.6 $\pm$ 2.32
D2	17.3	0.289	43.3	
D3	17.2	0.287	43.0	

*แฟคเตอร์เพิ่มความเข้มข้นเท่ากับ 60, **แฟคเตอร์เจือจางเท่ากับ 150

เพื่อตรวจสอบความถูกต้องของวิธีตกตะกอนร่วมที่นำมาใช้กับตัวอย่างน้ำเชื่อม จึงได้หาร้อยละการได้กลับคืนของตีบุกที่เติมลงในตัวอย่างน้ำเชื่อมทั้ง 4 ชนิด พบว่าได้ค่าร้อยละการได้กลับคืนอยู่ในช่วง 85.2-97.8 ดังตารางที่ 5 แสดงให้เห็นว่าการหาปริมาณตีบุกในตัวอย่างน้ำเชื่อมโดยการเจือจางน้ำเชื่อม ช่วยปรับให้ความหนืดของตัวอย่างลดลง เมทริกซ์ของตัวอย่างไม่รบกวนการวิเคราะห์ และสามารถใช่วิธีตกตะกอนร่วมเพื่อเพิ่มความเข้มข้นของตีบุกให้มากกว่าค่า LOD ทำให้สามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเฟลอมอะตอมมิคแอสซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรีได้

ตารางที่ 5 ร้อยละการได้กลับคืน (% R) ของตีบุกในตัวอย่างน้ำเชื่อมจากผลไม้กระป๋องทั้ง 4 ชนิด

ตัวอย่าง	ปริมาณตีบุก (มิลลิกรัมต่อลิตร) (n=3)			% R
	ที่มีอยู่ก่อน	ที่เติมลงไป	ที่พบทั้งหมด	
A	0.286	0.3	0.573	95.9
B	0.326	0.3	0.604	92.7
C	0.321	0.3	0.614	97.8
D	0.329	0.3	0.584	85.2

4. สรุป

การตกตะกอนร่วมช่วยให้สามารถวิเคราะห์ตีบุกในตัวอย่างที่มีปริมาณน้อยได้ด้วยเทคนิคเฟลอมอะตอมมิคแอสซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมทรี ตัวอย่างที่มีตีบุกปริมาณมากแต่มีเมทริกซ์ที่รบกวนการวิเคราะห์ การเจือจางตัวอย่างจะทำให้เมทริกซ์เจือจางลงไปด้วย แก้ปัญหาการรบกวนได้ แต่ปริมาณตีบุกในตัวอย่างจะลดลงด้วยเช่นกัน ซึ่งสามารถใช้เทคนิคการตกตะกอนร่วมนี้ เพิ่มความเข้มข้นตีบุกให้สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างนั้นได้เช่นกัน ถ้ามีเครื่องเหวี่ยงตะกอนขนาด

ใหญ่ที่สามารถเหวี่ยงได้ปริมาตรครึ่งลิตร จะสามารถเพิ่มแฟกเตอร์เพิ่มความเข้มข้นได้มากยิ่งขึ้น ทำให้วิเคราะห์ตีบุกปริมาณน้อยมากได้

5. เอกสารอ้างอิง

- [1] Baysal, A., Ozcan, M. and Akman, S., 2011, A rapid method for the determination of Pb, Cu and Sn in dried tomato sauces with solid sampling electro-thermal atomic absorption spectrometry, Food Chem. Toxicol. 49: 1399-1403.
- [2] Duan, T., Kang, J., Chen, H. and Zeng, X., 2003, Determination of ultra-trace concentrations of elements in high purity tellurium by inductively coupled plasma mass spectrometry after $\text{Fe}(\text{OH})_3$ coprecipitation, Spectrochimica Acta Part B 58: 1679-1685.
- [3] Burguera, M., Burguera, J.L., Rivas, C., Carrero, P., Brunetto, R. and Gallignani, M., 1995, Time-based device used for the determination of tin by hydride generation flow injection atomic absorption techniques, Analytica Chimica Acta 308: 339-348.
- [4] Doner, G. and Ege, A., 2005, Determination of copper, cadmium and lead in seawater and mineral water by flame atomic absorption spectrometry after coprecipitation with aluminum hydroxide, Analytica Chimica Acta 547: 14-17.
- [5] Soylak, M. and Onal, G., 2006, Determination of trace metals by atomic absorp-

- tion spectrometry after coprecipitation with europium hydroxide, J. Hazard. Mat. B137: 1130-1134.
- [6] Hiraide, M., Chen, Z-S, Sugimoto, K. and Kawaguchi, H., 1995, Coprecipitation with tin (IV) hydroxide followed by removal of tin carrier for the determination of trace heavy metals by graphite-furnace atomic absorption spectrometry, *Analytica Chimica Acta* 302: 103-107.
- [7] Blunden, S., Wallace, T., 2003, Tin in canned food: a review and understanding of occurrence and effect, *Food Chem. Toxicol.* 41: 1651-1662.
- [8] Mortea, E.S.B., Korn, M.G.A., Saraiva, M.L.M.F.S., Lima, J.L.F.C, Pinto, P.C.A.G., 2009, Sequential injection fluorimetric determination of Sn in juices of canned fruits, *Talanta* 79: 1100-1103.
- [9] Manzoori, J.L., Amjadi, M., Abolhasani, D., 2006, Spectrofluorimetric determination of tin in canned foods, *J. Hazard. Mat. B137*: 1631-1635.
- [10] Ratana-ohpas, R., Kanatharana, P., Ratana-ohpas, W., Kongsawasdi, W., 1996, Determination of tin in canned fruit juices by stripping potentiometry, *Analytica Chimica Acta* 333: 115-118.
- [11] Clark, M.M. and Srivastava, R.M., 1993, Mixing and Aluminum Precipitation, *Environ. Sci. Technol.* 27: 2181-2189.
- [12] Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. and Crouch, S.R., 2004, *Fundamental of Analytical Chemistry*, 8th Ed., Brooks/Cole-Thomson Learning, U.S.A., 321p.
- [13] Loannidou, M.D., Zachariadis, G.A., Anthemidis, A.N. and Stratis, J.A., 2005, Direct determination of toxic trace metals in honey and sugars using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry, *Talanta* 65: 92-97.