

การศึกษาลีเอโซเพื่อใช้เป็นสารที่ไวต่อการเกิดสีกับธาตุสแกนเดียม



นางสาว ชุติมา ภัตตรากุล

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาคตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

แผนกวิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2516

000689

๓ 15530991



A STUDY OF THE AZO DYE AS A SENSITIVE
METALLOCHROME FOR SCANDIUM

Miss Chutima Pussaragul

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
Department of Chemistry
Graduate School
Chulalongkorn University

1973

Accepted by Graduate School, Chulalongkorn University in
Partial Fulfillment of the Requirements for Degree of Master
of Science



B. Tampras

.....
Dean of the Graduate School

Thesis Committee

Nona Boon-Lom Chairman
.....
Salag. Stabanandana
.....
Praphan Kusakul
.....
Siri Varothai
.....

Thesis Supervisor :

Mr. Suphachai Chaitiamvong

Suphachai Chaitiamvong

August 23, 1973

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การศึกษาสีเอโซเพื่อใช้เป็นสารที่ไวต่อการเกิดสีกับธาตุ
 สแคนเดียม

ชื่อ นางสาว ชุติมา ภัสสรากุล

แผนกวิชา เคมี

ปีการศึกษา 2515



บทคัดย่อ

ในการศึกษาสีเอโซเพื่อใช้เป็นสารที่ไวต่อการเกิดสีกับธาตุสแคนเดียมนั้น ผู้ทำการศึกษาได้ทำการสังเคราะห์สีเอโซขึ้นเอง สีสังเคราะห์ที่กล่าวนี้คือ 1,8-ไดไฮดรอกซี-2,7-บิส (2-ไฮดรอกซี-3-ไนโตร-5-ซัลโฟ-1-เพนนิลเอโซ)-แอนทราลิน-3,6-ไดซัลโฟนิคแอซิด ดังได้บรรยายในวิทยานิพนธ์นี้และทำให้สีนั้นบริสุทธิ์ แล้วจึงศึกษาคุณสมบัติของสีดังกล่าวพบว่า มีการเปลี่ยนสีในสารละลายที่มี pH ต่าง ๆ กัน นอกจากนี้ยังพบว่าถ้าสีนี้รวมเป็นสารประกอบกับธาตุสแคนเดียมที่ pH ต่ำ ๆ สารประกอบที่เกิดขึ้นสามารถดูดกลืนแสงมากที่สุดที่ความยาวคลื่นยาวกว่าเดิม จึงเป็นข้อสังเกตว่าสีนี้อาจนำมาใช้ในการหาปริมาณของธาตุสแคนเดียมได้โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี จึงเริ่มต้นศึกษาคุณสมบัติของสภาพแวดล้อมที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ดีที่สุด กล่าวคือหาความยาวคลื่นที่สารประกอบนั้นดูดกลืนแสงได้มากที่สุด ปริมาณสีเอโซและ pH ที่เหมาะสมรวมทั้งช่วงเวลาที่ปฏิกิริยาที่จะเกิดขึ้นจนสมบูรณ์ พบว่าความยาวคลื่นที่เหมาะสมคือ 630 นโนมิเตอร์ ปริมาณสีเอโซที่เหมาะสมคือ 14 มิลลิลิตร ของ 10^{-4} โมลาร์ในสารละลาย 25 มิลลิลิตร ความเป็นกรดเป็นด่างมี pH เท่ากับ 2.5 และปฏิกิริยาเกิดขึ้นทันทีที่สารละลายทั้งสองผสมกัน สีที่เกิดขึ้นจะไม่เปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางการดูดกลืนแสงภายใน 24 ชั่วโมง และพบว่าจะเป็นไปตามกฎของแลมเบิร์ตและเบียร์ เมื่อความเข้มข้นของสแคนเดียมอยู่ในช่วง 0.18-1.44 ส่วน

ในหนึ่งล้านส่วนและค่าโมลาร์แอบซอร์บิตีวี่ที่ความยาวคลื่น 630 นาโนเมตร ($E^{630\text{nm}}$)
 มีค่าเท่ากับ 3.75×10^4 จากการศึกษาสเปกตรัมเอมไพริคัลของสีที่เกิดขึ้น พบว่าสีนี้ประกอบด้วย
 ด้วยอัตราส่วนโดยโมเลกุลของสแกนเดียมต่อสีเอโซ มีค่าเท่ากับ 1 ต่อ 1

อนึ่งผู้ศึกษายังได้นำสีเอโซนี้มาทดลองเพื่อเป็นอินดิเคเตอร์ในการหาปริมาณของ
 สแกนเดียมโดยวิธีคอมเพล็กซ์เมตริกติเครชันพบว่าได้ผลเป็นที่น่าพึงพอใจ

Thesis Title A Study of the Azo Dye as a Sensitive Metallo-
 chrome for Scandium.

Name Miss Chutima Pussaragul

Department Chemistry

Academic Year 1972

ABSTRACT

In the studies of the azo dye as a sensitive metallo-
chrome for scandium, the author synthesised the azo dye which
is called 1,8-dihydroxy-2,7-bis(2-hydroxy-3-nitro-5-sulpho-1-
phenylazo)-naphthalene-3,6-disulphonic acid. The properties
of the dye were studied after purification and it is found
that this dye has an acid-base property. The scandium-dye com-
plex shows a bathochromic shift (blue-shift). This dye can
therefore, be used in the determination of scandium spectropho-
tometrically. After critical studies of optimal working condi-
tion, it reveals that the optimal analytical wavelength is 630
nm., the optimal amount of the dye is 14 ml. of 10^{-4} F. of the
dye in the final volume of 25 ml. and the optimal pH is 2.5.
The colour of the complex is developed immediately after mixing
of both solutions and the colour of the complex is stable at

least 24 hours. The conformity of Lambert-Beer law is in the range of 0.18- 1.44 ppm. of scandium. The molar absorptivity of the complex at 630 nm. ($\epsilon^{630 \text{ nm.}}$) is 3.75×10^4 . The empirical formula of the complex is of 1:1 metal-ligand type.

The dye has also been investigated as an indicator for the complexometric titration of scandium. Experimental results show that this dye can be used as a potential metal indicator.



ACKNOWLEDGEMENTS

A grateful acknowledgement is made to Mr. Suphachai Chaitiamvong and also to Dr. Siri Varothai for the direction of this work and for their kind guidance and encouragement for the experimental work and discussions and also in the preparation of this thesis.

She is greatly indebted to the Department of Chemistry of Chulalongkorn University for arranging a University Development Commission (U.D.C) Scholarship for carrying out this work.

She wishes to express her appreciation to the University Development Commission (U.D.C) for supporting the research programme and granting a fellowship.

Finally, she wishes to acknowledge the graduate staff and her friends for their help in carrying out the experimental work and in typing of this thesis.

CONTENTS

	page
ABSTRACT (in Thai).....	iv
ABSTRACT	vi
ACKNOWLEDGEMENTS	viii
CHAPTER I : INTRODUCTION	
1.1 Metal Indicator	1
1.2 Scandium.....	4
1.3 Metallochromic Indicator (or Metallochrome) for Scandium	5
1.4 Reasons for Undertaking this Problem....	10
CHAPTER II : EXPERIMENTAL, RESULTS AND DISCUSSION	
2.1 General Method for Preparation of Azo Compound	11
2.2 Preparation of 1,8-Dihydroxy-2,7-bis (2-hydroxy- 3-nitro-5-sulpho-1-phenylazo)-naphthalene-3,6- disulphonic acid	13
2.2.1 Preparation	14
2.2.2 Isolation and purification..	15
2.2.3 Chromatographic studies of the dye..	15
2.3 Systematic Study of the Dye as a Metallochromic Reagent for Scandium.	19
2.3.1 Acid-Base property of the dye ..	19
2.3.2 Visible spectra of the dye at various pH	20
2.3.3 Visible spectra of scandium-dye complex	21



2.4	Spectrophotometric Determination of Scandium Using the Dye as a Reagent.	21
2.4.1	Optimal wavelength	25
2.4.2	Optimal amount of the dye	25
2.4.3	Optimal pH	28
2.4.4	Optimal time for colour development... ..	30
2.4.5	Lambert-Beer law check	32
2.4.6	Precision of the method... ..	35
2.4.7	Diverse ions study	37
2.4.8	Recommended method for spectrophotometric determination of scandium	42
2.5	Stoichiometry of the Scandium-Dye complex	42
2.5.1	Method of continuous variation	42
2.5.2	Mole-ratio method	45
2.5.3	Slope-ratio method	50
2.5.4	The proposed structure of scandium-dye complex	55
2.5.5	Apparent stability of the scandium-dye complex	55
2.6	Possibility of Using the Dye as an Indicator in a Complexometric EDTA Titration	56
2.7	Conclusion	58
REFERENCES	62
VITA...	65