



國立中正大學

National Chung Cheng University



積極創新 修德澤人



113-2

實驗十、微量鈷離子的定量

(國立臺灣大學出版中心編撰《大學普通化學實驗》第十五版實驗十)

114.04.06 ~ 114.04.12 (預估操作時間：1小時)

一、目的

- 利用光譜法及錯合反應，以硫氰化物定量化合物中微量鈷離子的含量。



二、原理

(一)、比爾吸收定律 (Beer's law)

$$T (\text{穿透度}) = P/P_0 \quad (\text{eq. 10-1})$$

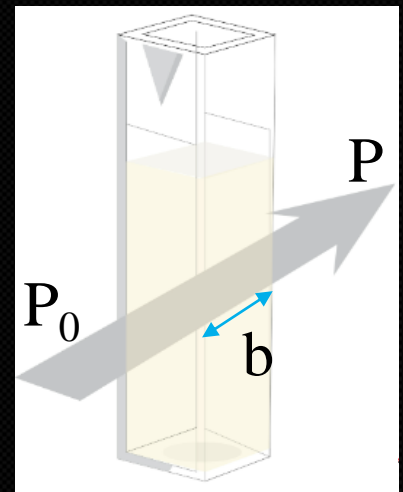
$$A (\text{吸收度}) = -\log T \quad (\text{eq. 10-2})$$

$$A = \epsilon \times b \times c \quad (\text{eq. 10-3})$$

ϵ 為莫爾吸收係數，單位： $\text{cm}^{-1}\text{M}^{-1}$

b 為光之路徑長度，單位： cm

c 為濃度，單位： M



圖一、透光示意圖

(二)、未知物的濃度求法

- 用一系列**已知濃度**的標準試樣，測其在分析波長下的吸收度，以**吸收度對濃度作圖**，可得一**校準曲線**；繼而測定未知試樣之吸收度，利用上述校準曲線，求得未知試樣的濃度。

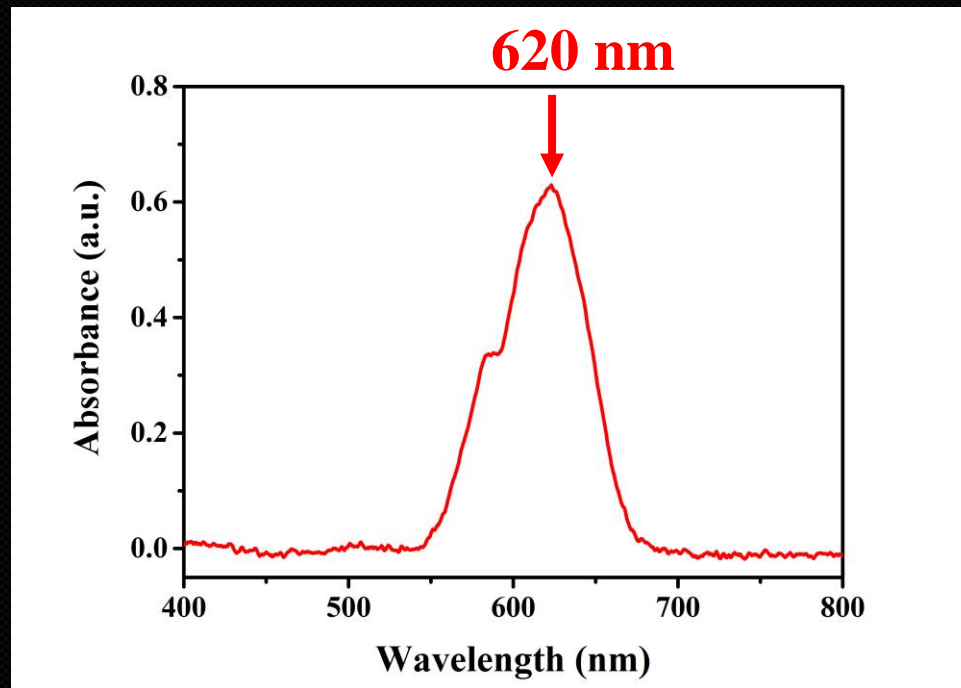
(三)、鈷離子的光譜定量法

- 本實驗中，利用硫氰酸根 (SCN^-) 與鈷離子形成藍色的錯合物 $\text{Co}(\text{SCN})_4^{2-}(\text{aq})$ ，其化學平衡方程式如下：



- 鈷錯離子在可見光部份的吸收光譜，於 **620 nm** 有最大吸收峰。由於以水稀釋樣品時， SCN^- 濃度降低錯合物會解離並以淡粉紅色的 $\text{Co}(\text{SCN})^+(\text{aq})$ 形式存在，無法準確定量鈷離子含量，而加入介電常數較低的丙酮，以抑制鈷錯合物之解離。另外，酸鹼性會影響吸收度，因此在樣品溶液中加入鹽酸以維持 pH 值。

- 鈷錯離子在可見光部份的吸收光譜，在 **620 nm** 有最大吸收峰。
$$\text{Co}^{2+}_{(\text{aq})} + 4 \text{SCN}^{-}_{(\text{aq})} \rightleftharpoons \text{Co}(\text{SCN})_4^{2-}_{(\text{aq})} \quad (\text{eq. 10-4})$$



圖二、 $\text{Co}(\text{SCN})_4^{2-}$ 吸收光譜圖

三、儀器與材料

儀器

各組器材櫃

助教提供

安全吸球(1 個)

拭鏡紙

刻度吸量管 (1 支)

滴管 (6 支)

10 mL 容量瓶 (5 個)

容槽 (1 個)

軟木塞 (6 個)

分光光度計(兩組共用一台)

錐形瓶 (6 個)

藥品

50% 硫氰化鉀 (KSCN)**

未知濃度鈷溶液**

6.0 M 鹽酸 (HCl) ***

丙酮 (CH₃COCH₃) **

0.10 mg/mL 標準鈷溶液**

* : 刺激性 * : 易燃 * : 毒性 * : 腐蝕性

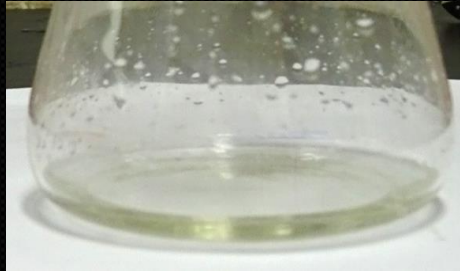
四、實驗步驟

- 依下表方式量取各溶液至容量瓶，並以水稀釋至 10 mL 標線處，將溶液倒入錐形瓶並以軟木塞蓋緊以防丙酮揮發，製備參考溶液與一系列的標準溶液。

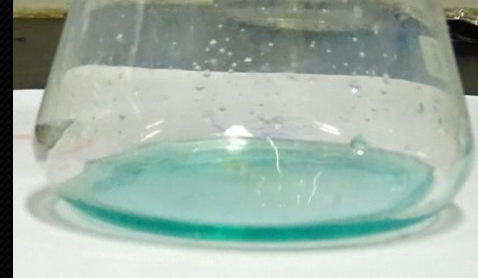
表一、製備參考溶液

編號	鹽酸 (mL)	丙酮 (mL)	硫氰化鉀 (mL)	標準鈷溶液 (mL)
1	0.80	4.80	2.00	0
2	0.80	4.80	2.00	0.50
3	0.80	4.80	2.00	1.00
4	0.80	4.80	2.00	1.50
5	0.80	4.80	2.00	2.00

圖三、編號 1
標準鈷溶液 0 mL



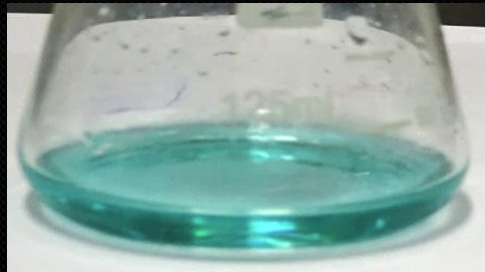
圖四、編號 2
標準鈷溶液 0.50 mL



圖五、編號 3
標準鈷溶液 1.00 mL



圖六、編號 4
標準鈷溶液 1.50 mL



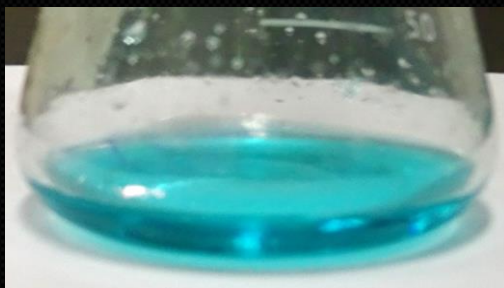
圖七、編號 5
標準鈷溶液 2.00 mL



- 另依下表方式量取各溶液至量瓶，並以水稀釋至 10 mL 標線處，製備未知鈷溶液。

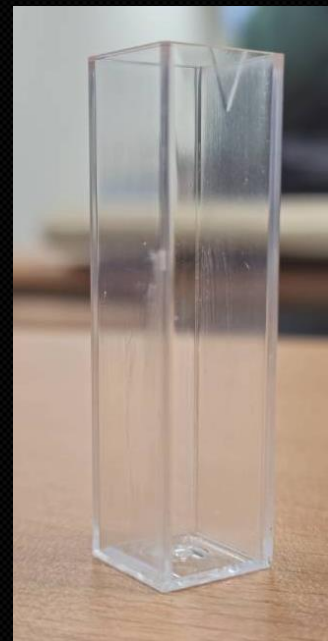
表二、製備未知鈷溶液

編號	鹽酸 (mL)	丙酮 (mL)	硫氰化鉀 (mL)	未知鈷溶液 (mL)
未知	0.80	4.80	2.00	0.50



圖八、未知鈷溶液

分光光度計



圖十、容槽 (cuvette)

圖九、分光光度計

五、分光光度計的使用法



圖十一、分光光度計開關

1. 分光光譜儀先插上電源線，開機預熱 20 分鐘。



圖十二、分光光度計面板

2. 分析波長設定於 620 nm。
3. 經調整儀器歸零及使用參考溶液(編號 1)按 **BLANK** 校正吸收度為 0.00。

六、注意事項

1. 清洗容槽時，清洗內壁即可。
2. 拿取容槽時，應於量測前以拭鏡紙擦拭。
3. 量測時，應注意容槽之記號方向是否一致。



圖十、容槽 (cuvette)

4. 所有廢液因含重金屬及有機溶劑，實驗後應倒入重金屬廢液回收桶，集中處理。
5. 樣品配置後請記得塞緊塞子，避免溶劑揮發產生誤差。
6. 實驗全程請使用去離子水清洗。

六、注意事項

7. 分光光度計請事先熱機 20 分鐘。
8. 實驗進行中，務必要穿著實驗衣，並戴護目鏡、手套和口罩。
9. 本實驗中所有藥品皆具毒性及一定的危險性，因此在操作本實驗時，請謹守實驗室安全規範，以確保安全。
10. 所有藥品及實驗器具皆不能帶出實驗室。

七、實驗結果

(一)、實驗數據：

分析波長 λ_{\max} : 620 nm

標準鈷溶液濃度 : 0.10 mg/mL

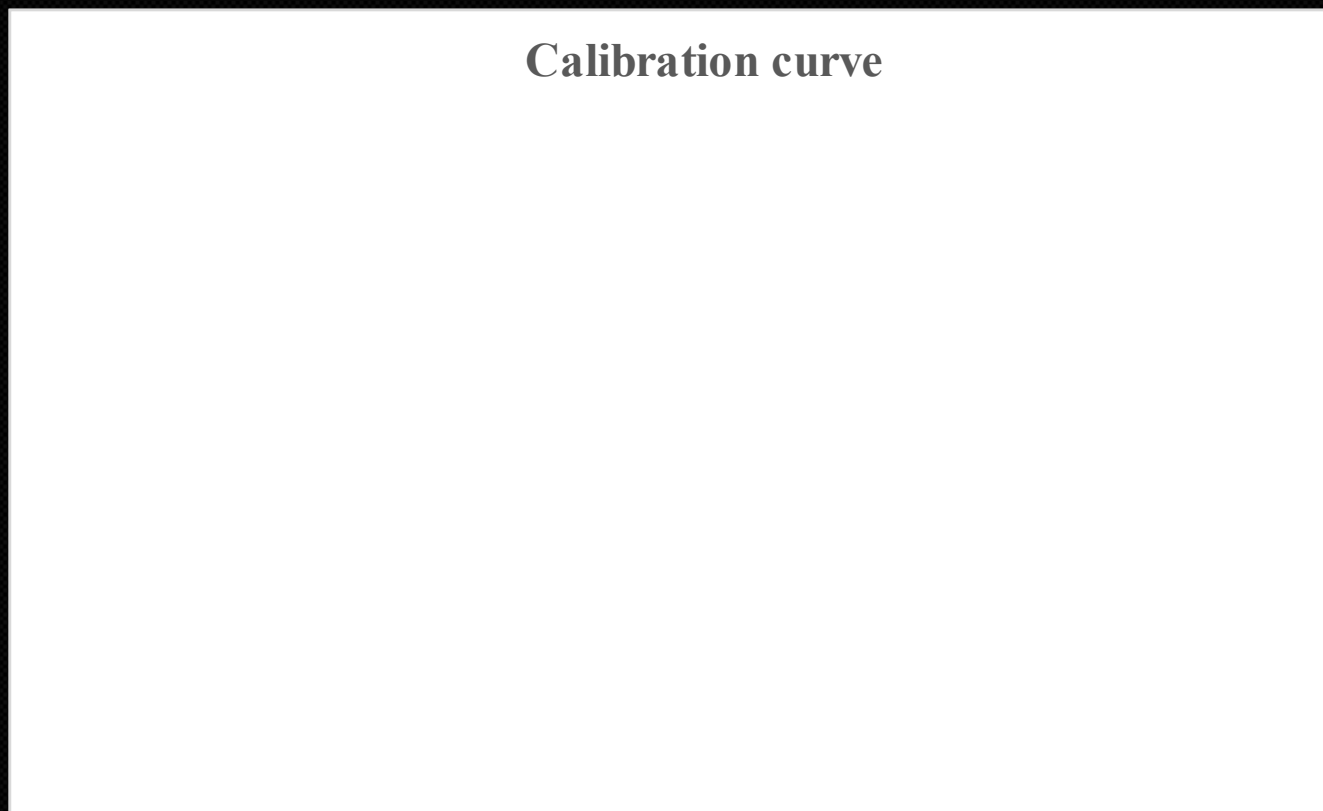
鈷溶液吸收值測定

標準鈷溶液體積 (mL)	稀釋後濃度 (mg/mL)	吸收度
0.50	0.005	
1.00	0.010	
1.50	0.015	
2.00	0.020	

未知鈷溶液編號	未知鈷溶液體積 (mL)	吸收度
未知	0.50	

(二)、實驗結果：

以吸收度為縱軸，鈷(II)離子濃度為橫軸作圖



未知鈷溶液編號

未知鈷溶液濃度(理論值)

未知鈷溶液濃度(實驗值)

誤差

未知

八、問題與討論

1. 某生於實驗結束時，發現第一管標準鈷離子試樣溶液的光譜測定位切換至吸收度測定，而得到的數值是穿透率， $T = 60.8\%$ ，則他需要重新補作一次實驗數據？或有其他方法可補救？

2. 某酸性溶液含 0.420 mg Fe^{3+} ，以 KSCN 顯色後稀釋至 100 mL ，於分析波長 480 nm ，以內徑 1.0 cm 之測光測得吸收度為 0.530 ，則 FeSCN^{2+} 錯離子之莫爾吸光係數 (ϵ) 為何？

3. 本實驗中，若標準鈷溶液被汙染而含少量的 Fe^{3+} ，是否會影響鈷離子的定量？為什麼？

4. 在本次實驗中，透過添加 HCl 來維持樣品的酸鹼值，從而避免對吸收度造成影響。若某生在實驗過程中忘記添加 HCl，導致樣品的 pH 值上升，可能會引發一些問題，進而影響吸收度的測量結果。

國立中正大學化學暨生物化學系

教材製作：廖建勳 助教
檔案編修：林品臻 助教
指導老師：于淑君 教授

製作日期：114.02.17