



國立中正大學

*National Chung Cheng University*



積極創新 修德澤人



112-2

## 實驗十、微量鈷離子的定量

113.04.07 ~ 113.04.13 (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)

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

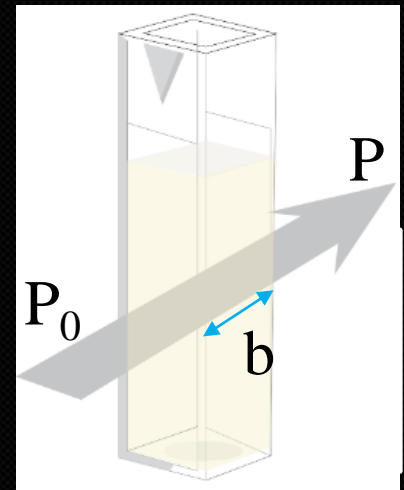
$$A (\text{吸收度}) = -\log T \quad (\text{eq. 10-2})$$

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

$\epsilon$  為莫耳吸收係數，單位為  $\text{cm}^{-1}\text{M}^{-1}$

$b$  為光之路徑長度，單位為  $\text{cm}$

$c$  為濃度，單位為  $\text{M}$



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。



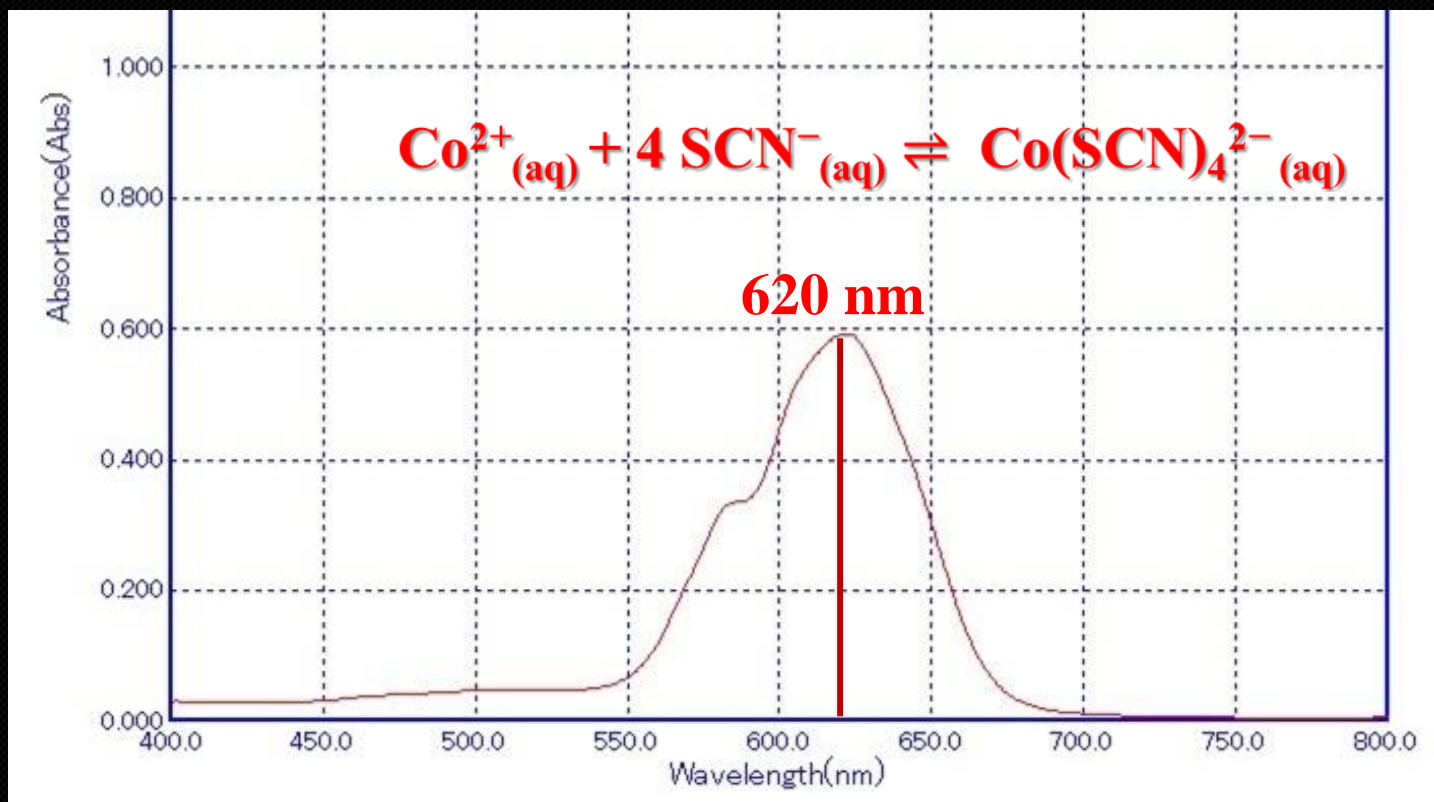
### (三)、鈷離子的光譜定量法

- 本實驗中，利用硫氰酸根 ( $\text{SCN}^-$ ) 與鈷離子形成藍色的錯合物  $\text{Co}(\text{SCN})_4^{2-}$ ，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，在 **620 nm** 有最大吸收峰。由於以水稀釋試樣時， $\text{SCN}^-$  濃度降低錯合物會解離並以淡粉紅色的  $\text{Co}(\text{SCN})^+$  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。



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

# 三、儀器與材料

## 儀器

各組器材櫃

助教提供

錐形瓶 (6 瓶)

拭鏡紙

安全吸球(1 個)

滴管

軟木塞 (6 個)

容槽 (1 個)

2 mL 分度吸量管 (1 支)

分光光度計(兩組共用一台)

10 mL 容量瓶 (5 個)

## 藥品

50% 硫氰化鉀 (KSCN)\*\*

未知濃度鈷溶液\*\*

6 M 鹽酸 (HCl) \*\*\*

丙酮 ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ) \*\*

0.10 mg/mL 標準鈷溶\*\*

\* : 刺激性 \* : 易燃 \* : 毒性 \* : 腐蝕性



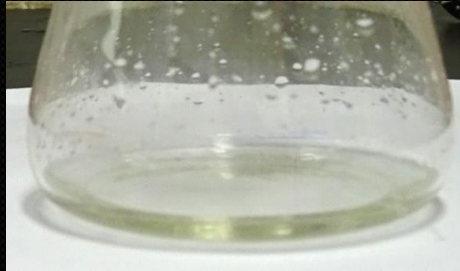
## 四、實驗步驟

- 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。

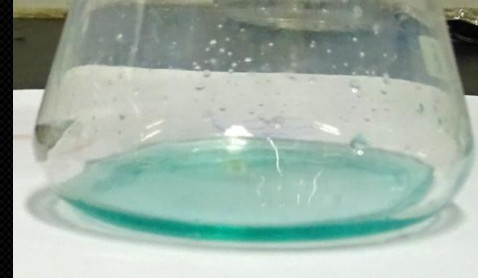
編號	鹽酸 (mL)	丙酮 (mL)	硫氰化鉀 (mL)	標準鈷溶液 (mL)
1	0.8	4.8	2.0	0
2	0.8	4.8	2.0	0.5
3	0.8	4.8	2.0	1.0
4	0.8	4.8	2.0	1.5
5	0.8	4.8	2.0	2.0

表一、製備參考溶液

圖三、編號 1  
標準鈷溶液 0 mL



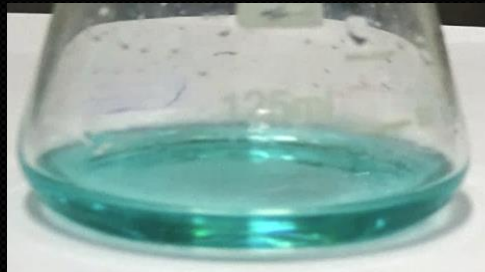
圖四、編號 2  
標準鈷溶液 0.5 mL



圖五、編號 3  
標準鈷溶液 1.0 mL



圖六、編號 4  
標準鈷溶液 1.5 mL



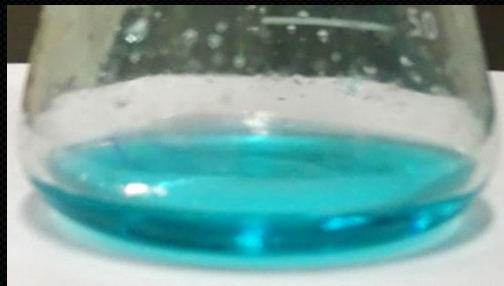
圖七、編號 5  
標準鈷溶液 2.0 mL



- 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。

編號	鹽酸 (mL)	丙酮 (mL)	硫氰化鉀 (mL)	未知鈷溶液 (mL)
未知	0.8	4.8	2.0	0.5

表一、製備未知鈷溶液

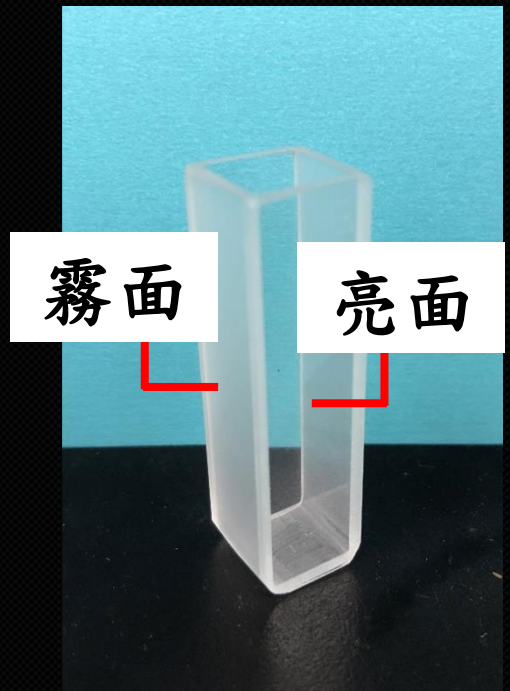


圖八、未知鈷溶液

# 分光光度計



圖九、分光光度計



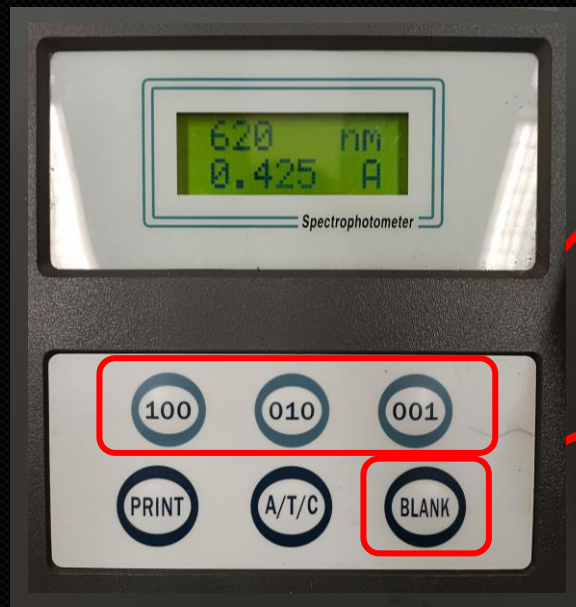
圖十、容槽

# 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**。



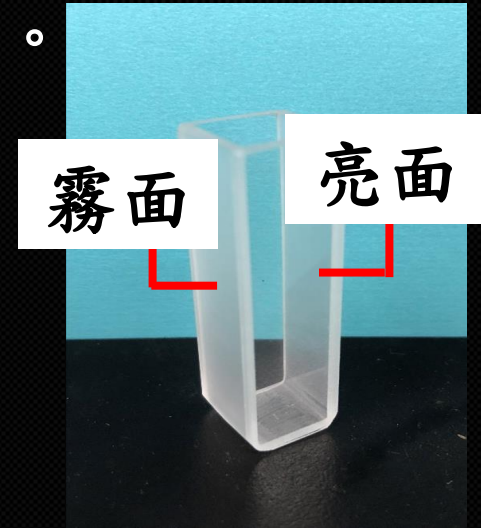
圖十二、分光光度計面板

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，勿觸及外壁。
2. 拿取容槽時，應避免觸及亮面，並應於量測前以試鏡紙擦拭亮面。
3. 量測時，應注意容槽與儀器之記號方向是否一致。
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。



圖十、容槽

## 六、注意事項

8. 分光光度計請事先熱機 20 分鐘。
9. 實驗進行中，務必要穿著實驗衣，並戴護目鏡、手套和口罩。
10. 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。
11. 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 $\lambda_{\max}$ ：620 nm

標準鈷溶液濃度：0.10 mg / mL

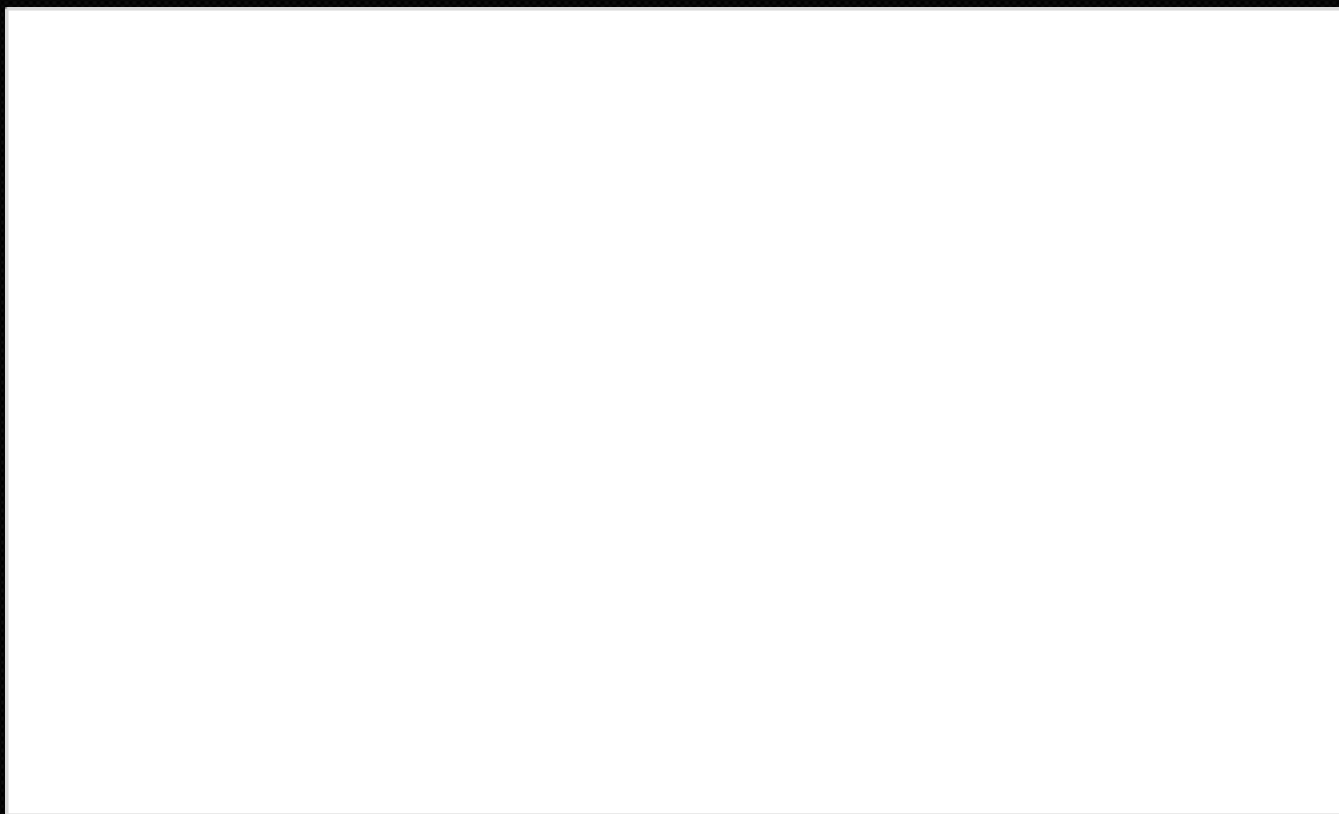
鈷溶液吸收值測定：

標準鈷溶液體積 (mL)	稀釋後濃度 (mg / mL)	吸收度
0.5	0.005	
1.0	0.010	
1.5	0.015	
2.0	0.020	

未知鈷溶液編號	未知鈷溶液體積 (mL)	吸收度
未知	0.5	

## (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)	未知鈷溶液濃度(實驗)	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未切換至吸收度測定，而得到的數值是穿透率， $T = 60.8\%$ ，則他需要重新補作此一實驗數據？或有其他方法可補救？



2. 某酸性溶液含  $0.420 \text{ mg Fe}^{3+}$ ，以  $\text{KSCN}$  顯色後稀釋至  $100 \text{ mL}$ ，於分析波長  $480 \text{ nm}$ ，以內徑  $1.0 \text{ cm}$  之測光管測得吸光度為  $0.530$ ，則  $\text{FeSCN}^{2+}$  錯離子之莫耳吸光係數 ( $\epsilon$ ) 為何？

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

4. 利用520 nm的光源去激發某溶液，在UV-VIS 紫外光可見光分光光譜儀中，可觀察到其吸收光譜是屬於什麼顏色，肉眼看溶液又會是什麼顏色？

# 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：蔡聿貞 助教

指導老師：于淑君 教授

製作日期：113.04.17