



微量鈷離子的定量

2024/10/26修訂

領取專用器材

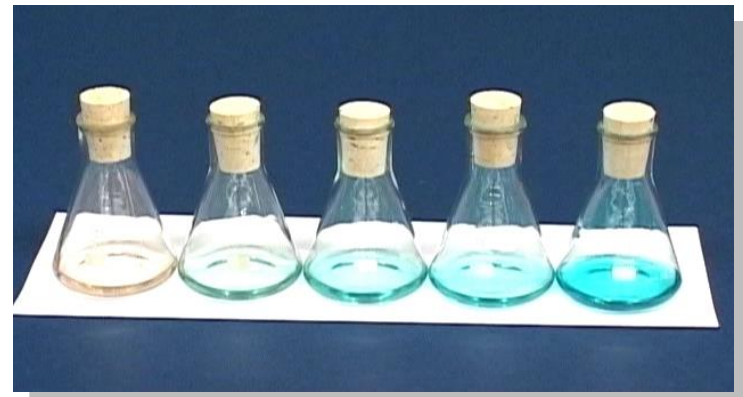
- 1支乾淨試管（裝標準 Co^{2+} ）
- 6個50 mL錐形瓶（洗淨烘乾）
- 6個軟木塞
- 1支10 mL容量瓶
- 1組2 mL刻度吸管及安全吸球
- 1組滴管及橡皮帽
- 1個吸量管架
- 1雙NBR手套

測吸收度時領取

- 1支測光管
- 2張拭鏡紙

準備個人器材

- 洗瓶裝去離子水
- 100 mL燒杯裝去離子水
- 100 mL燒杯裝廢液
- 試管架





實驗目的與技能

目的

- 應用光譜法及比爾定律，測量溶液中微量之 Co^{2+} 含量
 - $\text{Co}^{2+}(\text{aq}) + 4 \text{SCN}^{-}(\text{aq}) \rightleftharpoons [\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}(\text{aq})$
 - $A = \varepsilon b c$

技能

- 系列稀釋
- 分光光度計
- 刻度吸量管
- 容量瓶
- 定量液體分注器





原理-可見光吸收光譜

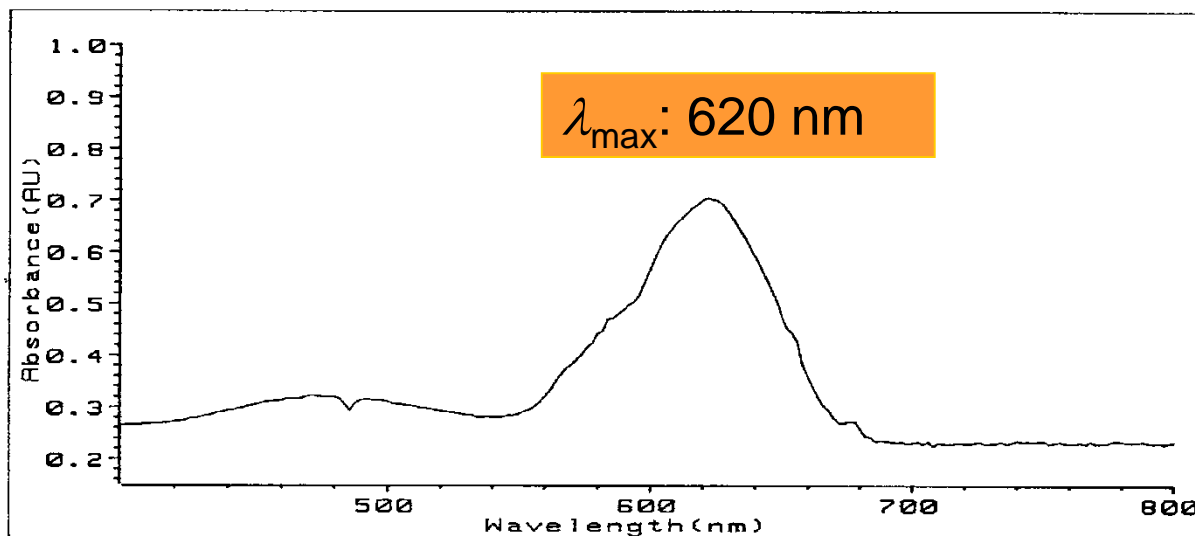
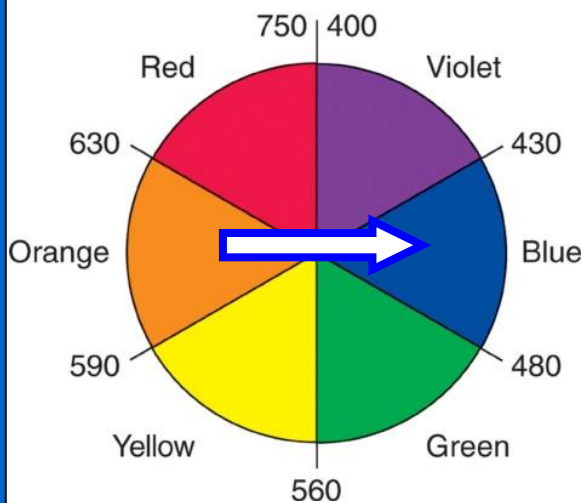


淡粉紅色

藍色



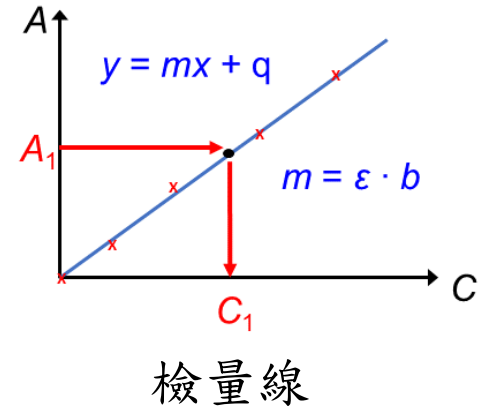
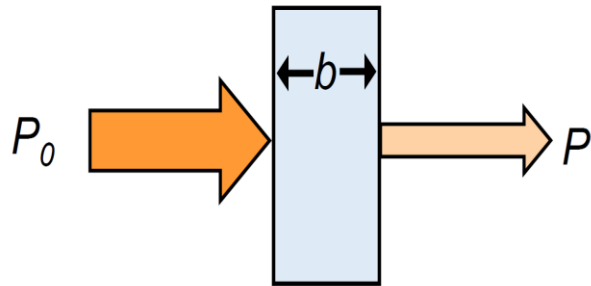
$[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}(\text{aq})$ 光譜



藍光 \longrightarrow 紅光



比爾定律 Beer's Law



- 透光率 (transmittance, T) : $T = P/P_0$
- 吸收度 (absorbance, A) : $A = -\log T = \varepsilon b c$
 - ε : 莫耳吸收係數
 - b : 光徑
 - c : 濃度
- 測定條件固定，稀薄溶液之吸收度 A 與吸光物濃度 C 成正比
- 吸收度 (y 軸) 對濃度 (x 軸) 作圖：檢量線



配製鈷試樣溶液

- 標準溶液 $[\text{Co}^{2+}] = 0.10 \text{ mg/mL}$
- 系列取樣 \rightarrow 系列濃度 \rightarrow 建立檢量線

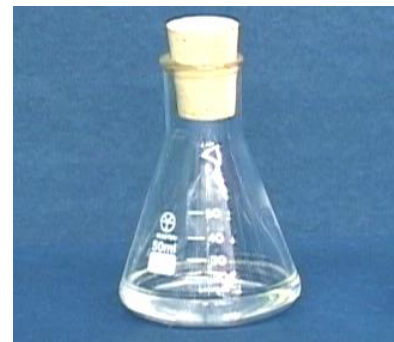
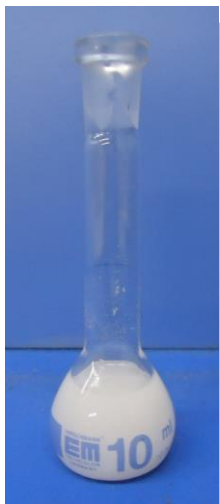
編號	0.10 mg/mL Co^{2+} 溶液取量 (mL)	50% KSCN (mL)	6 M HCl (mL)	丙酮 (mL)
1	0 (空白液)	2.0 +	0.8	+ 4.8
2	0.50			
3	1.00			
4	1.50			
5	2.00			
未知	$0.5 \leq x \leq 2.0$ x 取量自定			



+ 水至 10 mL
標線



步驟1：配製空白溶液（不含 Co^{2+} ）



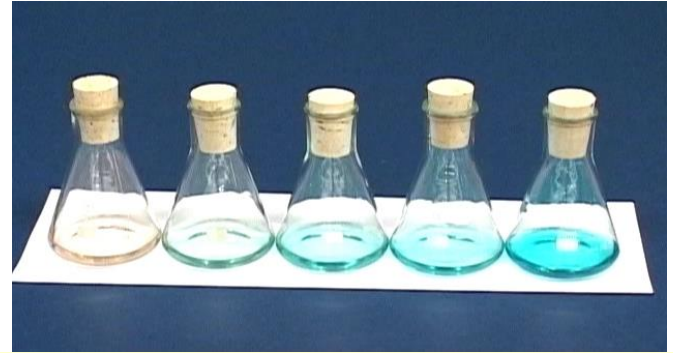
直接加入容量瓶

- 自定量液體分注器加 0.8 mL 6 M HCl、2.0 mL 50% KSCN、4.8 mL 丙酮於容量瓶中
- 以滴管滴加去離子水至瓶身 10 mL 標線處
- 蓋上瓶塞、上下倒置混合均勻
- 倒入乾淨放冷之錐形瓶，加瓶塞以防揮發

- ✓ 定量液體分注器已經設定好體積勿調動
- ✓ 配製好之試樣溶液應為透明澄清、沒有沉澱



步驟2：配製 $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$ 溶液



- ✓ 置於乾淨錐形瓶加瓶塞
- ✓ 按濃度排列，由TA檢查

標準濃度鈷試樣溶液

- 以2 mL刻度吸量管量取0.50 mL之0.10 mg/mL Co^{2+} 至容量瓶
- 自定量液體分注器加0.8 mL $\text{HCl}(\text{aq})$ 、2.0 mL $\text{KSCN}(\text{aq})$ 、4.8 mL 丙酮於容量瓶中
- 滴加去離子水至10 mL標線，混合均勻後，倒入乾淨錐形瓶
- 依序改取1.00、1.50、2.00 mL之標準鈷溶液，配製標準試樣溶液

未知濃度鈷試樣溶液

- 清洗吸量管並以未知濃度鈷溶液潤洗後，取適量配製未知試樣溶液



配製鈷試樣溶液注意事項

配製標準濃度鈷試樣溶液

- 以洗淨烘乾之試管，取約 8 mL 標準濃度 Co^{2+} 溶液
- 以 0.10 mg/mL 標準 Co^{2+} 溶液潤洗 2 mL 吸量管 2 次
- 使用同一支容量瓶，由低濃度配製至高濃度
- 每次配製均需將容量瓶沖洗乾淨
- 試樣溶液為透明澄清藍色溶液（沒有沉澱）

配製未知濃度試樣溶液

- 以未知液潤洗吸量管 2 次，取 x mL ($0.5 \leq x \leq 2.0$)
- 未知試樣溶液之藍色應介於標準試樣溶液之間
- 經檢查，確認配製正確後再進行吸收度測定



步驟3：分光光譜儀—空機校正

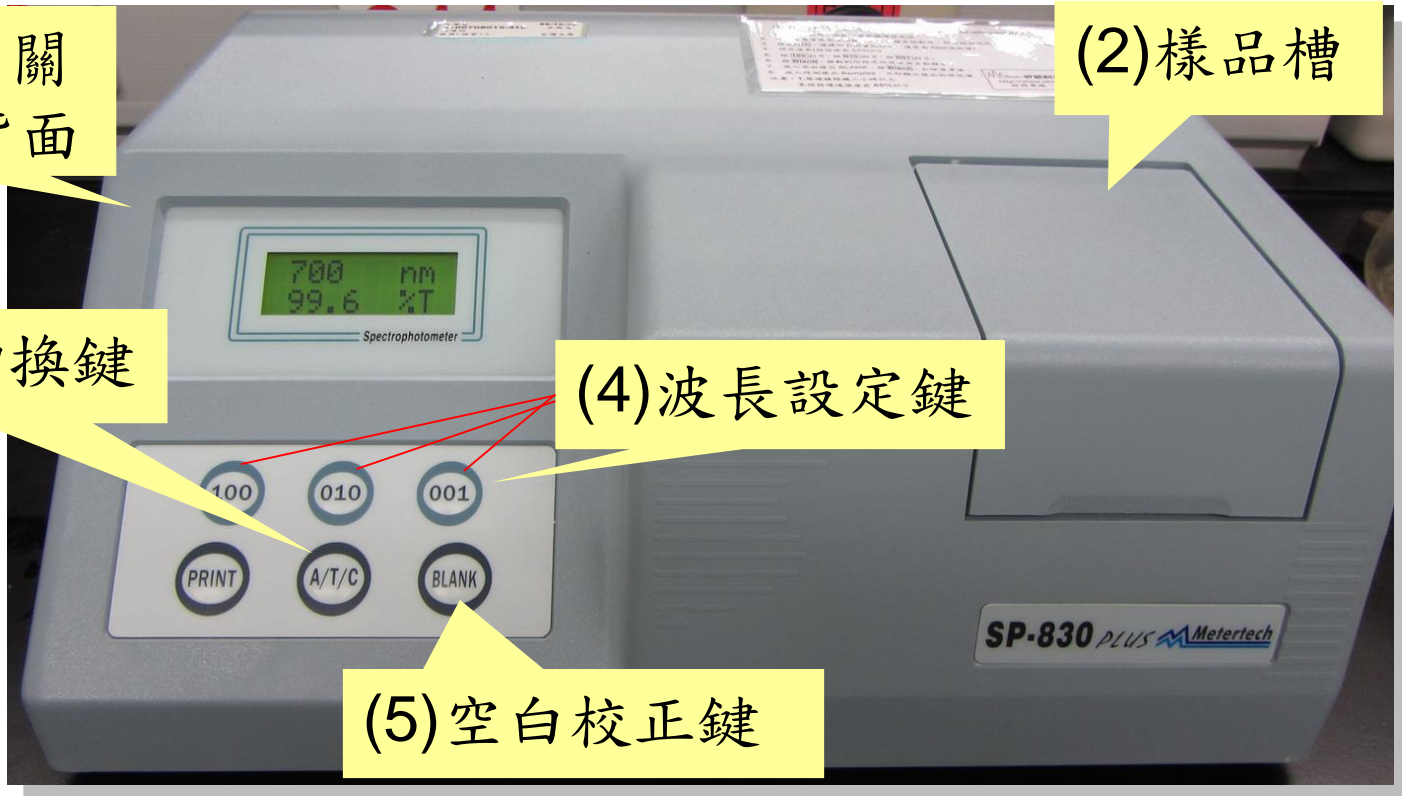
(1) 電源開關
主機背面

(2) 樣品槽

(3) 功能切換鍵

(4) 波長設定鍵

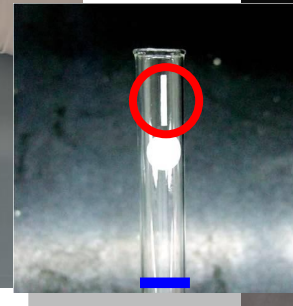
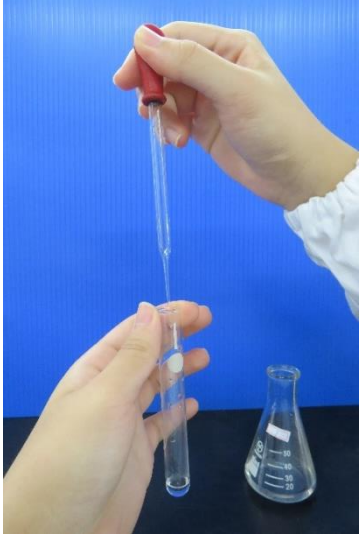
(5) 空白校正鍵



- (1) 光譜儀置於遠離水槽處，開啟電源熱機15分鐘
- (2) 檢查樣品槽，無任何物品
- (3) 押按功能鍵【A/T/C】，設定為A（吸收度測定）
- (4) 押按波長設定鍵，定分析波長 620 nm
- (5) 押按【BLANK】，進行儀器空機校正與設定



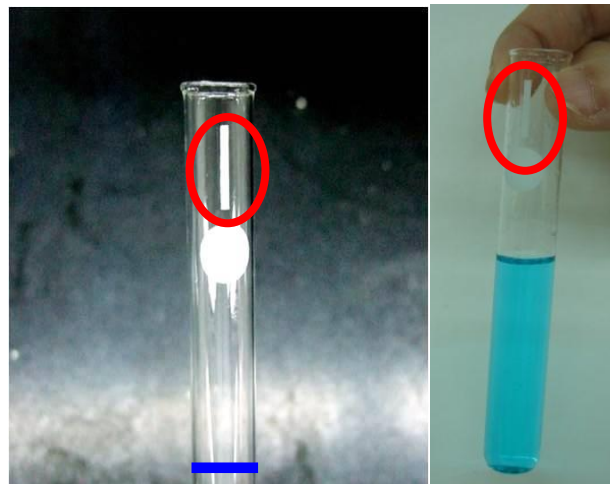
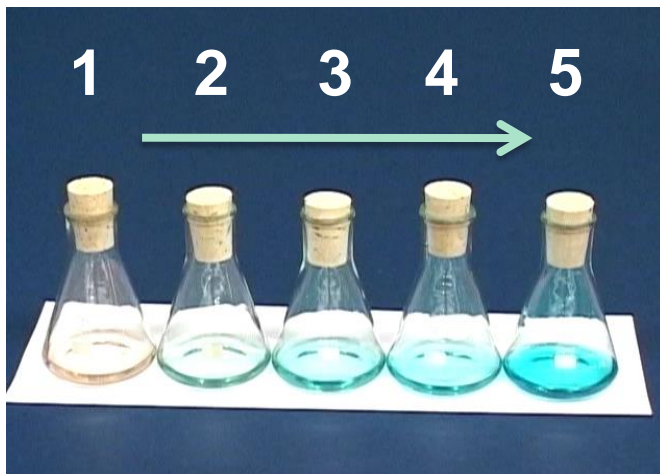
步驟3：分光光譜儀—空白液歸零



- 以滴管取空白溶液潤洗測光管2次
- 裝約 1/3 高度溶液，管外壁以拭鏡紙擦淨
- 測光管置於樣品槽，白色標線固定對齊標線
- 關閉樣品槽蓋子，按【BLANK】鍵歸零



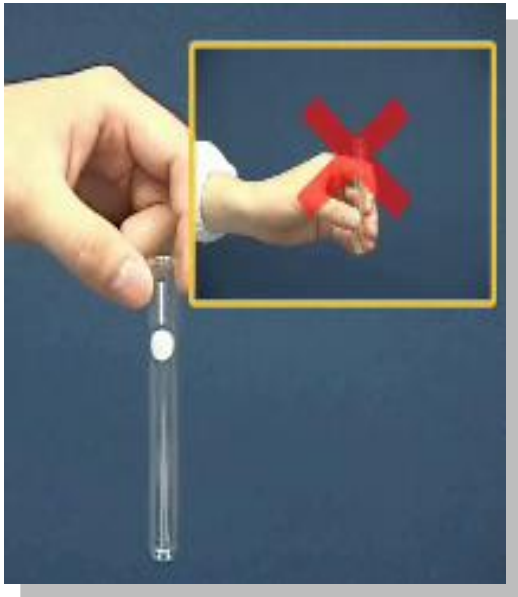
步驟4：鈷試樣溶液吸收度測定



- 使用同一支測光管，自濃度稀者測起
- 以滴管吸取待測液潤洗測光管 2 次
- 再裝溶液至約 1/3 高度，管外壁以拭鏡紙擦淨
- 放入樣品槽，測光管標線方向固定，蓋上蓋子，讀記吸收度
- 溶液倒回原錐形瓶，以下一待測溶液潤洗測光管 2 次後，進行測定
- 最後測未知試樣，其吸收度應在檢量線範圍



測光管使用注意事項



- 測光管上方有白色標線，勿錯用試管
- 拿持測光管上方
- 避免以手抓持下方入射光通過處
- 每次測定均以拭鏡紙擦拭管外壁
- 不可用擦手紙擦拭，以免造成磨損
- 僅以清水沖洗，禁用毛刷刷洗
- 勿加熱烘乾以免熱漲冷縮光徑改變
- 裝待測溶液至1/3高度處
- 待測液勿濺灑至樣品槽或儀器上
- 勿將測光管遺忘在樣品槽內

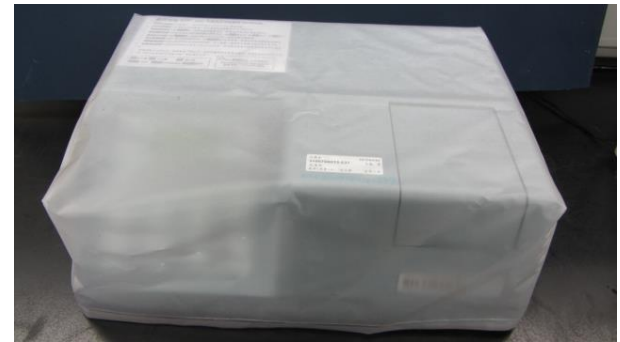


實驗注意事項

- 以刻度吸量管準確量取標準鈷溶液，使用同一支容量瓶配製試樣溶液，每次必加去離子水到10 mL標線處再混合
- 配製好的試樣溶液務必請助教檢查後，再測吸收度
- 正確校正與使用光譜儀及測光管

實驗結束處理

- ✓ 含重金屬鈷及有機溶劑廢液回收於**排煙櫃內廢液桶**
- ✓ 錐形瓶洗淨滴乾水分後，置於烘箱烘乾，供下一班使用
- ✓ 測光管以水沖洗乾淨，歸還於講桌試管架
- ✓ 關閉光譜儀電源，罩上防塵罩（無須拔插頭）
- ✓ 玻璃器材清洗乾淨並歸位
- ✓ 依照清點表清點補充實驗櫃中器材
- ✓ 椅凳收在實驗桌下
- ✓ 值日生完成所安排之公務工作





實驗數據處理

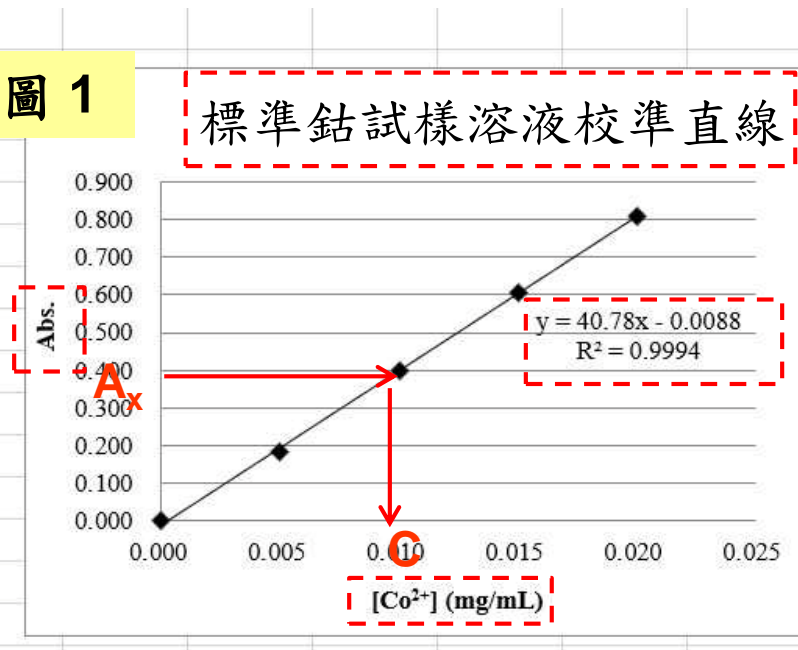
完整報告

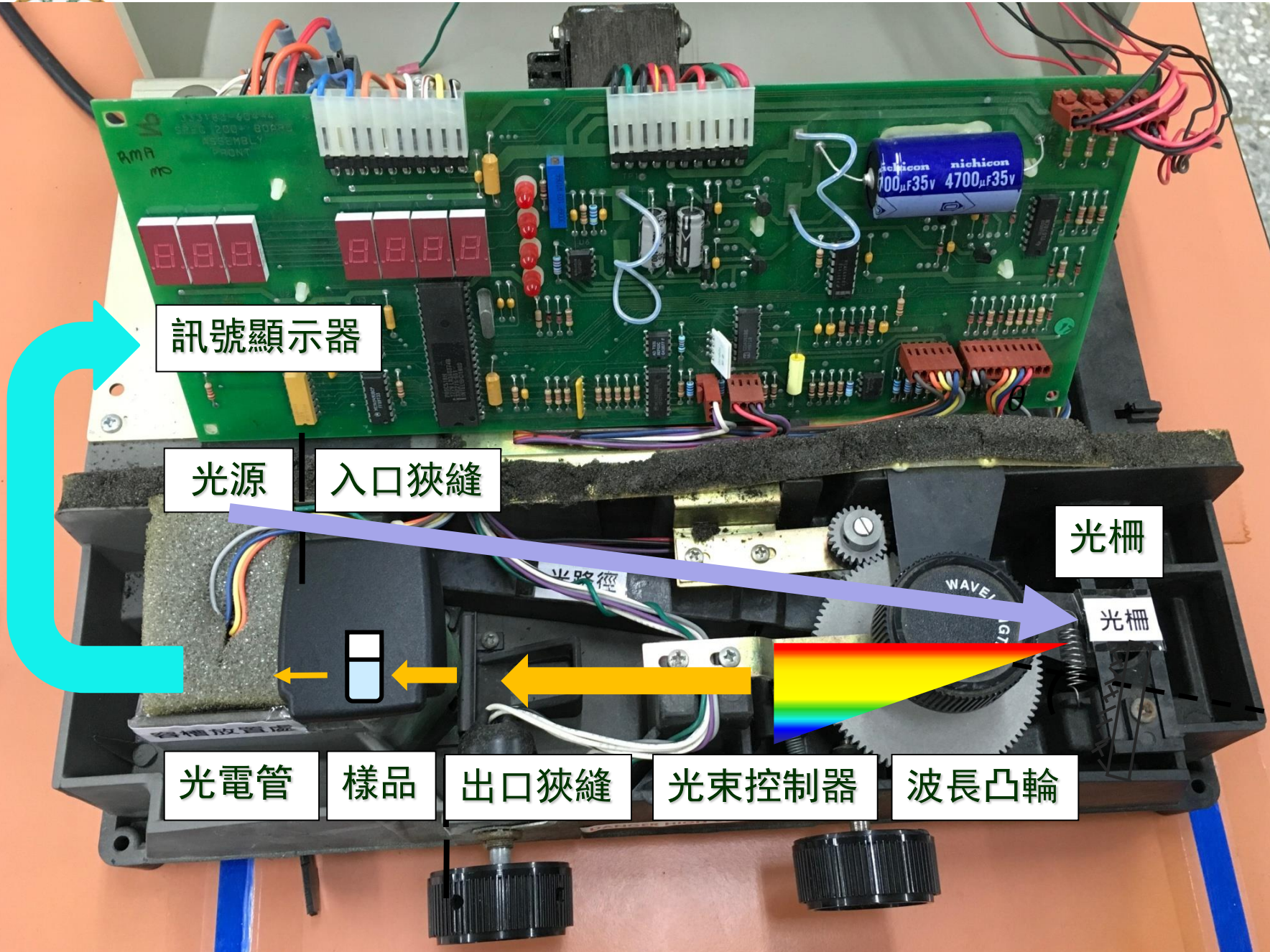
- 詳細記錄實驗觀察，如吸熱、放熱、顏色、沉澱...
- Excel 輸入實驗數據，點選 xy 散佈圖，加趨勢線（回歸直線）
- 未知物吸收度代入校準直線，計算未知試樣鈷離子濃度
- 依未知物取量，考慮稀釋倍數，計算未知物原始濃度
- 完整實驗報告，下週上課繳交，報告需含
 - ✓ Excel之數據表1及作圖1 (注意有效數字、單位、xy軸標示等)
 - ✓ 未知濃度試樣標號及鈷離子原始濃度
 - ✓ 結論與誤差討論

表 1

[Co ²⁺] (mg/mL)	Abs.
0	0.000
0.0050	0.183
0.010	0.399
0.015	0.604
0.020	0.809

圖 1





訊號顯示器

光源

入口狹縫

光柵

光柵

光電管

樣品

出口狹縫

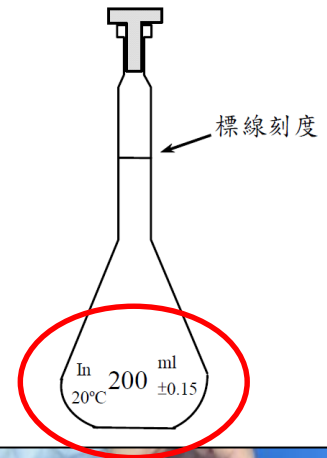
光束控制器

波長凸輪



容量瓶

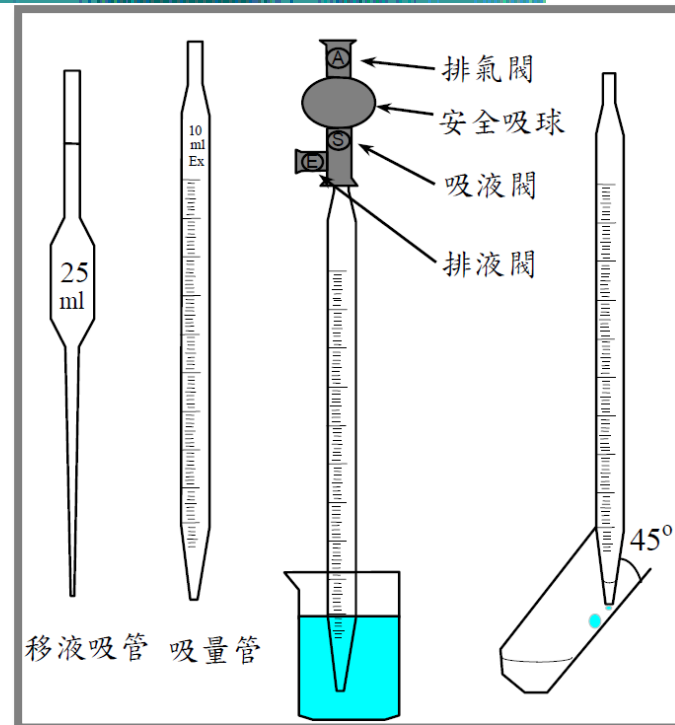
- 容量瓶及瓶蓋清洗乾淨後用去離子水淋洗數次
- 精稱固體藥品置於燒杯中，以部分水(溶劑)溶解後，再將溶液經由漏斗完全移轉入容量瓶
- 用適量水(溶劑)淋洗燒杯及漏斗3次以上
- 加水(溶劑)到容量瓶2/3容積
- 沿水平方向旋轉式搖動瓶，初步混合溶液
- 以滴管小心加水到標線位置(勿用洗瓶添加)
- 蓋好瓶塞，一手壓按住瓶塞，另一手托住瓶體，將瓶倒轉，使氣泡上升到頂，並將瓶沿水平方向旋轉使溶液混合，再倒轉回來；重覆此倒置混合數次
- 混合均勻的溶液倒入燒杯中取用
- 容量瓶不可置於烘箱中高溫烘乾，以免影響體積
- 不將容量瓶當作直接加熱反應的器具或儲存瓶使用
- 容量瓶使用後應盡速沖洗乾淨，蓋好瓶蓋





移液吸管與刻度吸量管

- 移液吸管玻璃管端只有一個標線，量取單一體積
- 刻度吸量管有較細微體積刻劃，用以變換所量取液體的體積
- 吸量管不可放置於烘箱高溫烘乾，以免體積改變
- 使用前先洗淨，再以少量待取試液潤洗 2 次
- 檢查安全吸球無漏氣後，裝接在吸量管上端
- 安全吸球不要裝入太深，以免擋住控制氣閥
- 吸量管的管口放進溶液中，不宜放的太淺，以免吸到空氣
- 吸取溶液超過吸量管標線，調整溶液到標線位置
- 轉置溶液於接收器皿時，吸量管口需貼靠器壁
- 拔除安全吸球，全部流放後停留約 15 秒
- 殘餘尖端溶液不強制排放
- 實驗後儘速沖洗乾淨



- 壓按A閥排氣，擠壓球體，將吸球內空氣排出
- 壓按S閥吸液，球體慢慢膨脹將液體吸入管內
- 壓按E閥排液，則可將液體排放



定量液體分注器

- (1) 檢視刻度設定正確，不再調動刻度
- (2) 盛接器皿靠近唧筒出口
- (3) 輕拉抽氣唧筒到頂
- (4) 慢壓唧筒到底，取得溶液

