

ปฏิบัติการที่ 6

การหาปริมาณวิเคราะห์โดยวิธียูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี

(Quantitative analysis by UV-vis spectroscopy)

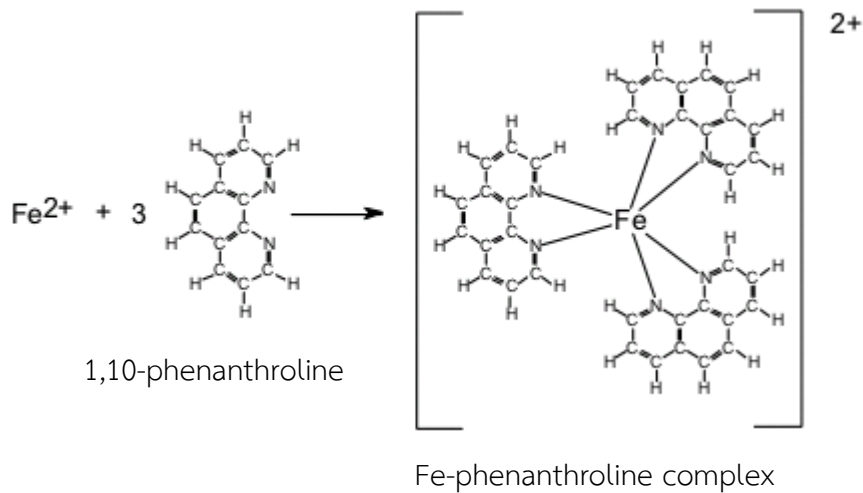
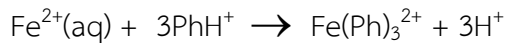
การทดลองที่ 6.1 การหาปริมาณเหล็กรวมในน้ำด้วยวิธียูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรี

วัตถุประสงค์

1. เพื่อฝึกทักษะการใช้เครื่องวัดการดูดกลืนแสง
2. เพื่อฝึกทักษะการสร้างกราฟมาตรฐานความเข้มข้น
3. เพื่อหาปริมาณเหล็กรวมในน้ำตัวอย่าง

หลักการ

การหาปริมาณน้อยของเหล็กสามารถทำได้โดยการทำให้เหล็กเกิดสารเชิงซ้อนที่มีสี (สีแดงถึงส้ม) ระหว่างไอออน Fe^{2+} กับ 1,10-phenanthroline ที่เรียกว่าสารเชิงซ้อนเหล็กฟีแนนโทรีน สารเชิงซ้อนไม่ขึ้นกับ pH ช่วงระหว่าง 3-9 โดยทั่วไปจะให้ pH ประมาณ 3.5 เพื่อป้องกันการตกตะกอนของเกลือเหล็ก เช่น เกลือฟอสเฟส เป็นต้น ในการทำให้เกิดสารเชิงซ้อนกับฟีแนนโทรีน จะต้องทำการรีดิวซ์เหล็กทั้งหมดในสารละลายให้เป็นเหล็ก (II) เสียก่อนหรือไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ (hydroxylamine hydrochloride) สีของสารเชิงซ้อนระหว่างเหล็ก (II) กับฟีแนนโทรีนจะเสถียรได้นาน



เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่อง UV-Vis spectrophotometer
2. เซลล์ใส่สารตัวอย่าง (cell)
3. กระดาษกราฟ



สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานเหล็ก 10 ppm (เตรียมจาก stock 1000 ppmFe) ในขวดกำหนดปริมาตร 25.00 mL
2. สารละลาย $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 10%(w/v)
3. สารละลายอะซิเตดบัฟเฟอร์ ละลาย $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 250 กรัม ในน้ำกลั่น 100 mL เติม CH_3COOH 700 mL เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร 1000 mL
4. สารละลายฟีนแอนโทรลีน (1,10-phenanthroline, 1% w/v)

วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การหาความยาวคลื่นสูงสุด (λ_{max})

- 1) ปิเปต 1.00 mL ของสารละลายมาตรฐานเหล็ก 10 ppm Fe ใส่ลงในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 25.00 mL
- 2) เติมสารละลาย $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 1 mL และสารละลายบัฟเฟอร์ 1 mL
- 3) เติมสารละลาย 1,10-phenanthroline 2 mL แล้วเติมน้ำกลั่นลงไปจนครบขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากันแล้วตั้งทิ้งไว้ประมาณ 10 นาทีจะได้สีของสารละลายเชิงซ้อนสีแดงของเหล็กฟีนแอนโทรลีน
- 4) นำสารละลายไปวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นตั้งแต่ 800-400 nm
- 5) นำผลที่วัดได้ไปเขียนความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและความยาวคลื่น

ตอนที่ 2 การทำกราฟมาตรฐาน (standard calibration curve)

- 1) เตรียมขวดกำหนดปริมาตรขนาด 25.00 mL จำนวน 6 ขวด แล้วปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก 10 ppm Fe ปริมาตร 0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 และ 5.00 mL ตามลำดับ (โดยใช้ปิเปตอันเดียวกัน) (**ขวดที่ 1 เป็นแบลนค์)
- 2) ทำการทดลองเช่นเดียวกับตอนที่ 1
- 3) นำผลที่วัดได้ไปเขียนกราฟมาตรฐานความเข้มข้น โดยเขียนระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเหล็กกับค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้

ตอนที่ 3 การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กทั้งหมดในน้ำตัวอย่าง

- 1) ปิเปตน้ำตัวอย่างที่ได้รับใส่ลงในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 25.00 mL 3 ขวดๆ ละ 10.00 mL (ถ้าในน้ำตัวอย่างมีตะกอนหรือสิ่งเจือปนให้กรองเสียก่อน)
- 2) ทำการทดลองเช่นเดียวกับตอนที่ 1 แต่วัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510 nm
- 3) คำนวณหาปริมาณของเหล็กโดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน แล้วคำนวณปริมาณเหล็กในน้ำตัวอย่าง

