

**การทำปริมาณวิเคราะห์โดยวิธีสเปกโทรสโกปี**  
(Quantitative analysis based on spectroscopy)

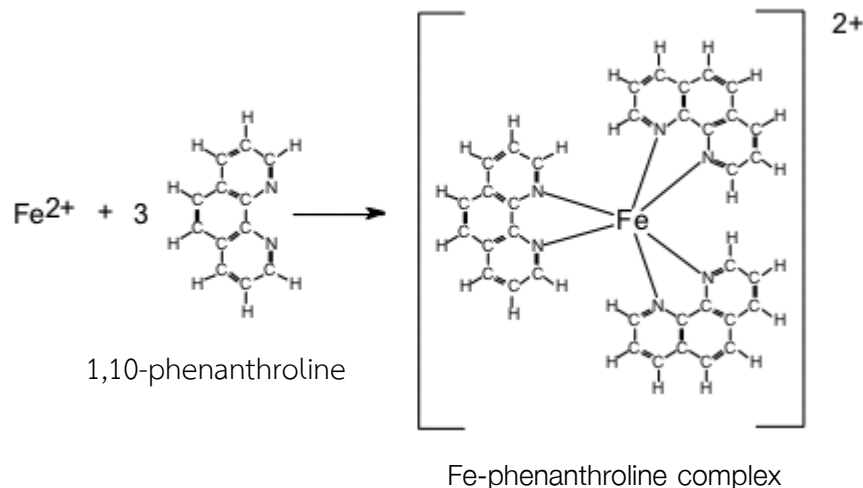
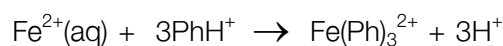
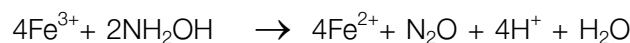
**การทดลองที่ 6.1 การหาปริมาณเหล็กรวมในน้ำโดยการวัดการดูดกลืนแสง**

**วัตถุประสงค์**

- 1) เพื่อหาความยาวคลื่นสูงสุดในการดูดกลืนแสง
- 2) เพื่อทำกราฟมาตรฐาน ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับการดูดกลืนแสง
- 3) เพื่อหาวิเคราะห์ปริมาณเหล็กรวมในน้ำตัวอย่าง

**หลักการ**

การหาปริมาณน้อยของเหล็กสามารถทำได้โดยการทำให้เหล็กเกิดสารเชิงซ้อนที่มีสี (สีแดงถึงส้ม) ระหว่างไอออน  $Fe^{2+}$  กับ 1,10-phenanthroline ที่เรียกว่าสารเชิงซ้อนเหล็กฟีแนนโทรลีน สารเชิงซ้อนไม่ขึ้นกับ pH ช่วงระหว่าง 3-9 โดยทั่วไปจะให้ pH ประมาณ 3.5 เพื่อป้องกันการตกตะกอนของเกลือเหล็ก เช่น เกลือฟอสเฟต เป็นต้น ในการทำให้เกิดสารเชิงซ้อนกับฟีแนนโทรลีน จะต้องทำการรีดิวซ์เหล็กทั้งหมดในสารละลายให้เป็นเหล็ก(II) เสียก่อนหรือไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ (hydroxylamine hydrochloride) สีของสารเชิงซ้อนระหว่างเหล็ก (II) กับฟีแนนโทรลีนจะเสถียรได้นาน



ค่า  $K_f$  ของปฏิกิริยานี้มีค่าเท่ากับ  $2.5 \times 10^6$  ที่  $25^\circ C$  ในการทดลองนี้จะทำการควบคุม pH ที่ประมาณ 3.5 โดยใช้สารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ เพื่อป้องกันการตกตะกอนของเกลือบางชนิดของเหล็ก เช่นเกลือฟอสเฟต

**เครื่องมือและอุปกรณ์**

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

## สารเคมี

1. สารละลายเหล็กมาตรฐาน 10 ppm (เตรียมจาก stock 1000 ppm) ในขวดวัดปริมาตร 25 mL
2. 10%(w/v)  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$
3. สารละลายอะซิเตดบัฟเฟอร์ ละลาย  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  250 กรัม ในน้ำกลั่น 100 mL เติม  $\text{CH}_3\text{COOH}$  700 mL เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร 1000 mL
4. 1% (w/v) 1,10-phenanthroline

## วิธีการทดลอง

### ตอนที่ 1 การหาความยาวคลื่นสูงสุด ( $\lambda_{\text{max}}$ )

1. ปิเปต 1 mL ของ 10 ppm Fe ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL
2. เติม  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  1 mL และ acetate buffer 1 mL
3. เติม 1,10-phenanthroline 2 mL แล้วเติมน้ำกลั่นลงไปจนครบขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากันแล้วตั้งทิ้งไว้ประมาณ 10 นาทีจะได้สีของสารละลายเชิงซ้อนสีแดงของเหล็กฟีแนนโธรลีน
4. นำสารละลายไปวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นตั้งแต่ 800-400 nm
5. นำผลที่วัดได้ไปเขียนความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและความยาวคลื่น

### ตอนที่ 2 การทำกราฟมาตรฐาน (standard calibration curve)

1. เตรียมขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL จำนวน 6 ใบ แล้วปิเปต 10 ppm Fe ปริมาตร 0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 mL ตามลำดับ (โดยใช้ปิเปตอันเดียวกัน) (\*\*ขวดที่ 1 เป็นแบลนด์)
2. ทำการทดลองเช่นเดียวกับตอนที่ 1 แต่วัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510 nm
3. นำผลที่วัดได้ไปเขียนกราฟมาตรฐาน โดยเขียนระหว่างความเข้มข้นของเหล็กกับค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้

### ตอนที่ 3 การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กรวมทั้งหมดในน้ำตัวอย่าง

1. ปิเปตน้ำตัวอย่างที่ได้รับใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL 3 ขวดๆ ละ 10 mL (ถ้าในน้ำตัวอย่างมีตะกอนหรือสิ่งเจือปนให้กรองเสียก่อน)
2. ทำการทดลองเช่นเดียวกับตอนที่ 1 แต่วัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510 nm
3. คำนวณหาปริมาณของเหล็กโดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน แล้วคำนวณปริมาณเหล็กในน้ำตัวอย่าง



3.2 คำนวณและอธิบายการเตรียมสารละลาย 10 mg/L Fe ปริมาตร 25 mL จาก 1000 mg/L Fe

.....

.....

.....

.....

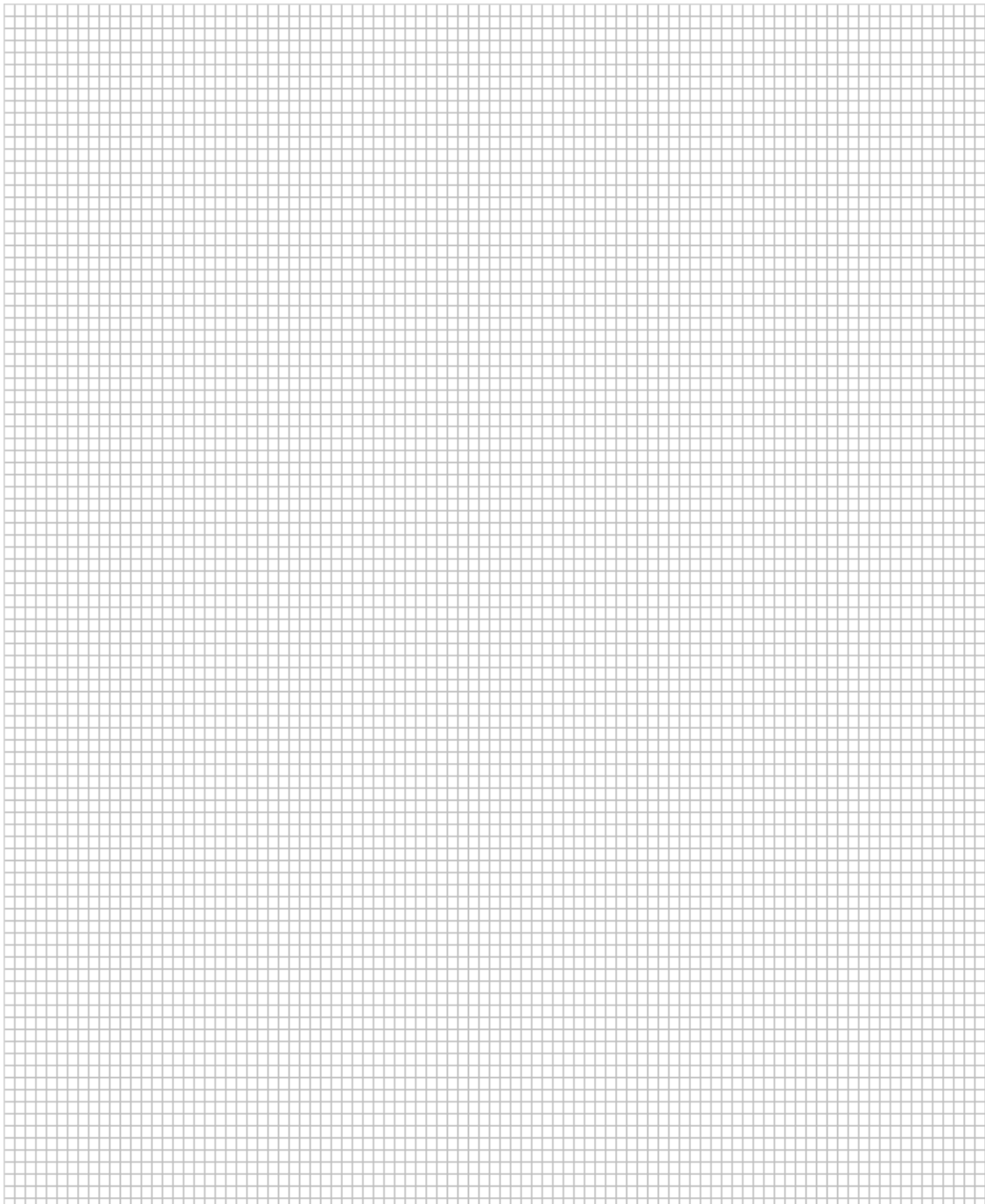
.....

.....

#### 4. ผลการทดลอง

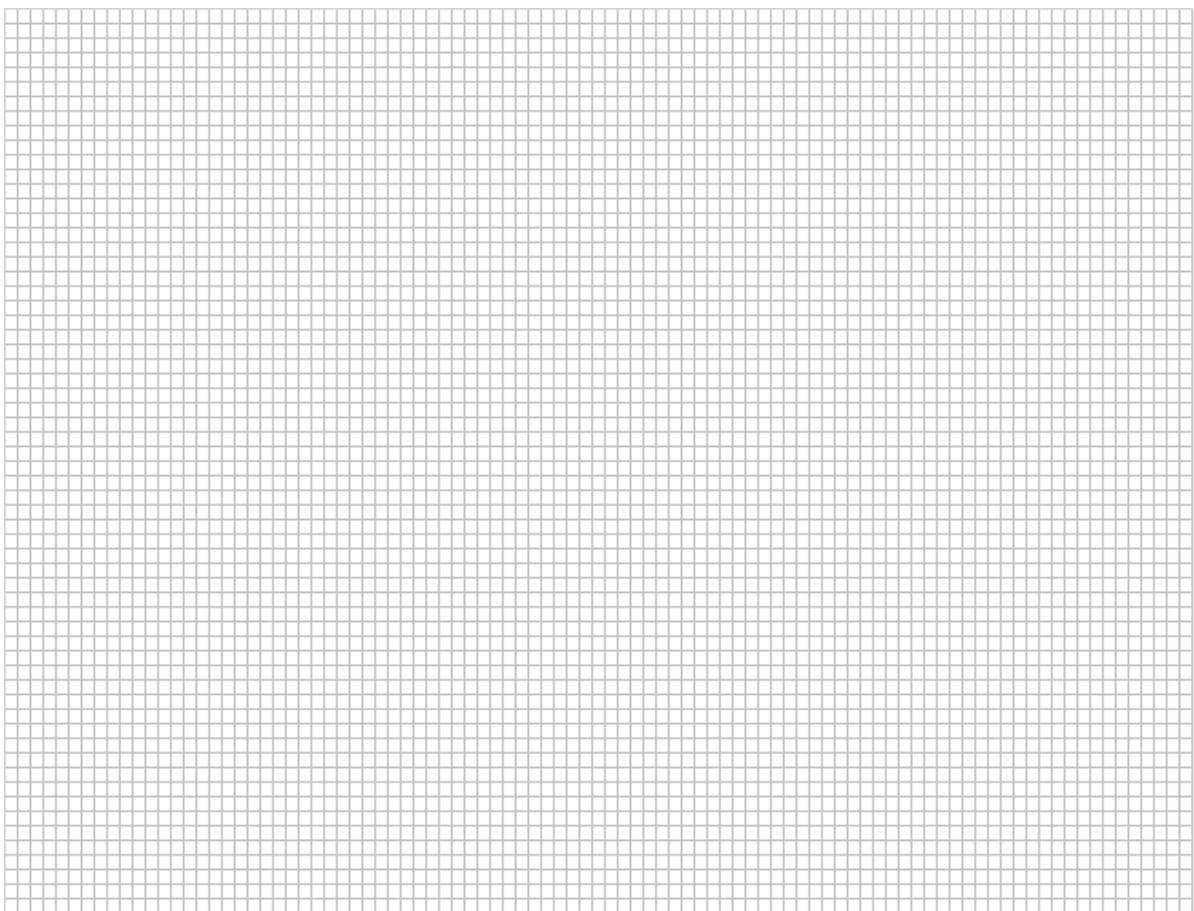
**ตอนที่ 1** การหาความยาวคลื่นสูงสุด ( $\lambda_{max}$ )

ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและความยาวคลื่น



**ตอนที่ 2** การทำกราฟมาตรฐาน

ขวดที่	สารละลายมาตรฐานเหล็ก 10 mg/L		ค่าการดูดกลืนแสง (Abs) ที่ 510 nm
	mL ที่ปิเปต	ความเข้มข้น (mg/L)	
1			
2			
3			
4			
5			
6			



ความชัน = .....

จุดตัดแกน = .....

สมการเส้นตรง จากกราฟมาตรฐาน คือ .....

สมการเส้นตรง จากโปรแกรม excel คือ .....

$R^2 = \dots\dots\dots$

