

การทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 Indium iodide, InI_3 , Ultrapure, Alfa Products
- 3.1.2 Indium bromide, InBr_3 , Ultrapure, Alfa Products
- 3.1.3 Indium chloride, $\text{InCl}_3 \cdot 13.3\% \text{H}_2\text{O}$, Ultrapure Alfa Product
- 3.1.4 Stannic iodide, SnI_4 , Laboratory reagent, BDH chemicals Ltd.
- 3.1.5 Sodium iodide, NaI , Laboratory reagent, BDH chemicals Ltd.
- 3.1.6 Ammonium thiosulphate, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$, Laboratory reagent, BDH chemicals Ltd.
- 3.1.7 Iodine, I_2 , Laboratory chemicals, May & Baker Ltd.
- 3.1.8 Acetonitrile, CH_3CN , for synthesis, E.Merck, Darmstadt
- 3.1.9 Methanol, CH_3OH , for spectroscopy, E.Merck, Darmstadt
- 3.1.10 Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, for analyse, E.Merck, Darmstadt
- 3.1.11 Iso-propanol, $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$, for analyse, E.Merck, Darmstadt
- 3.1.12 Iso-butylalcohol, $i\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$, Laboratory chemicals, May & Baker Ltd.
- 3.1.13 Chloroform, CHCl_3 , analytical reagent, BDH chemicals Ltd.
- 3.1.14 Carbontetrachloride, CCl_4 , analytical reagent, BDH chemicals Ltd.

3.2 เครื่องมือ

3.2.1 Pye-Unicam SP8000 Ultraviolet-Visible Recording Spectrophotometer ผลิตโดยบริษัท Pye-Unicam Ltd., Cambridge, England.

3.2.2 Lauda thermostat type K₂RD accuracy $\pm 0.01^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท Messgerate Werk Lauda, Germany.

3.2.3 Conductivity meter แบบ CDM 3 ใช้คู่กับ conductivity cell แบบ CDC 304 ซึ่งมีค่า cell constant $1 \pm 10\%$ centimeter⁻¹ ผลิตโดยบริษัท Radiometer AS, Copenhagen.NV., Denmark

3.3 การศึกษาสเปกตรัมของ InI_3 และ SnI_4 ในตัวทำละลายต่างๆ โดย UV-VIS spectrophotometer

3.3.1 การเตรียมสารละลาย InI_3 และ SnI_4 ในตัวทำละลายบริสุทธิ์สำหรับศึกษาสเปกตรัม

เตรียมสารละลายของ InI_3 ในน้ำให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 2.5×10^{-5} โมลาร์ โดยการชั่ง InI_3 หนัก 0.0125 กรัม ละลายในน้ำจนมีปริมาตรครบ 25 มล. จากนั้นปิเปตสารละลาย 0.62 มล. แล้วเจือจางด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 25 มล.

เตรียมสารละลายของ InI_3 ใน CH_3OH ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 4.0×10^{-5} โมลาร์ ใน CH_3CN , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$ ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 5.0×10^{-5} โมลาร์ และใน CHCl_3 , CCl_4 ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0×10^{-4} โมลาร์

เตรียมสารละลายของ SnI_4 ในน้ำให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0×10^{-5} โมลาร์ โดยการชั่ง SnI_4 หนัก 0.0238 กรัม ละลายในน้ำจน

มีปริมาตรครบ 25 มล. จากนั้นปิเปตสารละลาย 0.33 มล. แล้วเจือจางด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 25 มล.

เตรียมสารละลายของ SnI_4 ใน CH_3OH , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$ ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0×10^{-5} โมลาร์ ใน CH_3CN ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 2.0×10^{-5} โมลาร์ และใน CHCl_3 , CCl_4 ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0×10^{-4} โมลาร์

นำสารละลายที่เตรียมไว้ทั้งหมดไปบันทึกสเปกตรัมทันทีที่เติม ammonium thiosulphate 0.20 กรัม ลงในสารละลายของ InI_3 และ SnI_4 แล้วเก็บสารละลายไว้ในที่มืดเป็นเวลา 3 วัน แล้วนำมาบันทึกสเปกตรัมอีกครั้ง โดยใช้ reference เป็นตัวทำละลายที่เติม ammonium thiosulphate

เตรียมสารละลายของ NaI ใน H_2O , CH_3OH , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, CH_3CN , และ $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$ ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 5.0×10^{-5} โมลาร์ แล้วนำไปบันทึกสเปกตรัม

3.3.2 การเตรียมสารละลาย InI_3 และ SnI_4 ในตัวทำละลายผสม สำหรับศึกษาสเปกตรัม

เตรียมสารละลายของ InI_3 ในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำกับ CH_3OH ให้มีความเข้มข้น 2.0×10^{-5} โมลาร์ โดยการชั่ง InI_3 0.0120 กรัม ละลายในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำกับ CH_3OH จนมีปริมาตร 25 มล. จากนั้นปิเปตสารละลาย 0.52 มล. แล้วเจือจางด้วยตัวทำละลายผสมจนมีปริมาตรเป็น 25 มล. และมีการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมของน้ำ จาก 0-100 % โดยปริมาตร

เตรียมสารละลายของ InI_3 ในตัวทำละลายผสมระหว่าง น้ำ กับ CH_3OH และ น้ำ กับ $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$ ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 2.0×10^{-5} โมลาร์ และมีการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมของน้ำจาก 0-100% โดยปริมาตร

เตรียมสารละลายของ InI_3 ในตัวทำละลายผสมระหว่าง CH_3CN กับ CH_3OH , CH_3CN กับ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, CH_3CN กับ $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$ และ CH_3CN กับน้ำ ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 2.0×10^{-5} โมลาร์ และมีการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมของ CH_3CN จาก 0-100 % โดยปริมาตร

เตรียมสารละลายของ InI_3 ในตัวทำละลายผสมระหว่าง CH_3OH กับ CHCl_3 และ CH_3OH กับ CCl_4 ให้มีความเข้มข้น เท่ากับ 5.0×10^{-5} โมลาร์ และมีการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมของ CH_3OH จาก 0-100 % โดยปริมาตร

เตรียมสารละลายของ SnI_4 ในตัวทำละลายผสมระหว่าง น้ำ กับ CH_3CN ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0×10^{-5} โมลาร์ โดยการชั่ง SnI_4 หนัก 0.0243 กรัม ละลายในตัวทำละลายผสมระหว่าง น้ำ กับ CH_3CN จนมีปริมาตรครบ 25 มล. จากนั้น บีบเตรียมสารละลาย 0.16 มล. แล้วเจือจางด้วยตัวทำละลายผสม จนมีปริมาตรเป็น 25 มล. และมีการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมของ น้ำ จาก 0 - 100 % โดยปริมาตร

เตรียมสารละลายของ SnI_4 ในตัวทำละลายผสมระหว่าง แอลกอฮอล์ กับ CH_3CN ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0×10^{-5} โมลาร์และ มีการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมของแอลกอฮอล์จาก 0 - 100 % โดยปริมาตร

เตรียมสารละลายของ SnI_4 ในตัวทำละลายผสมระหว่าง CH_3OH กับ น้ำ ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0×10^{-5} โมลาร์ ใน $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ กับ น้ำ และ $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$ กับ น้ำ ให้มีความเข้มข้น เท่ากับ 1.0×10^{-5}

โมลาร์ และมีการเปลี่ยนแปลงส่วนผสมของ H_2O จาก 0-100 % โดยปริมาตร

นำสารละลายที่เตรียมได้ทั้งหมดไปบันทึกสเปกตรัม

3.3.3 การเตรียมสารละลาย InI_3 และ SnI_4 ในตัวทำละลายบริสุทธิ์ เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของตัวถูกละลาย

เตรียมสารละลายของ InI_3 ในน้ำ ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.90×10^{-5} ถึง 1.30×10^{-4} โมลาร์ ใน CH_3CN ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 1.50×10^{-5} ถึง 1.30×10^{-4} โมลาร์ ใน CH_3OH ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 1.10×10^{-5} ถึง 1.00×10^{-4} โมลาร์ ใน C_2H_5OH ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.80×10^{-5} ถึง 8.80×10^{-5} โมลาร์ ใน $CHCl_3$ ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 1.80×10^{-5} ถึง 2.60×10^{-4} โมลาร์ ใน CCl_4 ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 1.50×10^{-5} ถึง 9.40×10^{-4} โมลาร์ และใน $i-C_3H_7OH$ ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 1.00×10^{-5} ถึง 1.00×10^{-4} โมลาร์

เตรียมสารละลายของ SnI_4 ใน CH_3CN ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.70×10^{-5} ถึง 8.80×10^{-5} โมลาร์ ใน CH_3OH ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.40×10^{-5} ถึง 9.30×10^{-5} โมลาร์ ใน C_2H_5OH ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 1.90×10^{-5} ถึง 9.20×10^{-5} โมลาร์ ใน $i-C_3H_7OH$ ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.80×10^{-5} ถึง 9.40×10^{-5} โมลาร์ ใน $CHCl_3$ ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 2.50×10^{-5} ถึง 1.90×10^{-4} โมลาร์ ใน CCl_4 ให้มีความเข้มข้นตั้งแต่ 4.30×10^{-5} ถึง 2.40×10^{-4} โมลาร์

นำสารละลายที่เตรียมได้ทั้งหมดไปบันทึกสเปกตรัมทันที

3.3.4 การวัดสเปกตรัมของสารละลาย InI_3 และ SnI_4 โดย UV-VIS spectrophotometer

นำสารละลายที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.1, 3.3.2 และ ข้อ 3.3.3 ใส่ใน silica cell ที่มี cell path 1.0 ซม. แล้วบันทึกสเปกตรัมในช่วงคลื่นตั้งแต่ 200–450 nm ใช้ตัวทำละลายเป็น reference

3.3.5 การวัดสเปกตรัมของสารละลาย InI_3 และ SnI_4 โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ

เตรียมสารละลายของ InI_3 ใน H_2O ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 2.5×10^{-5} โมลาร์ ใน CH_3CN , CH_3OH , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$ ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 2.0×10^{-5} โมลาร์ ใน CHCl_3 ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0×10^{-4} โมลาร์ และใน CCl_4 ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 3.2×10^{-4} โมลาร์

เตรียมสารละลายของ SnI_4 ใน H_2O , CH_3OH , CH_3CN , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ และ $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{OH}$ ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1.0×10^{-5} โมลาร์

นำสารละลายที่เตรียมได้ใส่ใน silica cell ขนาด 1.0 ซม. แล้วนำไปวางใน constant temperature cell housing จากนั้น circulate สารละลาย 95% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ จาก Lauda thermostat bath เข้าสู่ cell compartment ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ โดยที่อุณหภูมิหนึ่งๆ จะใช้เวลาในการควบคุมประมาณ 30 นาที บันทึกสเปกตรัมที่อุณหภูมิต่างๆ และเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในช่วง 20–60 °C

3.4 การศึกษาการนำไฟฟ้าของ InI_3 และ SnI_4 ในตัวทำละลายต่างๆ โดยใช้ conductivity meter

3.4.1 การเตรียมสารละลาย InI_3 และ SnI_4 ในตัวทำละลายบริสุทธิ์

เตรียมสารละลายของ InI_3 ในน้ำ ให้มีความเข้มข้น อยู่ในช่วง 10^{-5} ถึง 10^{-2} โมลาร์ โดยการชั่ง InI_3 0.0256 กรัม ละลายในน้ำ จนปริมาตรครบ 25 มล. จากนั้นปิเปตสารละลาย 6.04 มล. แล้วเจือจางเป็น 25 มล. ซึ่งได้ความเข้มข้นเป็น 5.0×10^{-4} โมลาร์ ในทำนองเดียวกันเตรียมสารละลายของ InI_3 ในน้ำให้มีความเข้มข้นเป็น 10^{-4} , 5.0×10^{-5} , 2.0×10^{-5} , 10^{-5} โมลาร์ ใน 25 มล. ตามลำดับ

เตรียมสารละลาย InI_3 ใน CH_3CN , CH_3OH , $i\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$, $i\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ และใน CHCl_3 ให้มีความเข้มข้นอยู่ในช่วง 10^{-5} ถึง 10^{-2} โมลาร์

เตรียมสารละลาย SnI_4 ใน CH_3CN ให้มีความเข้มข้น อยู่ในช่วง 10^{-5} ถึง 10^{-2} โมลาร์ โดยการชั่ง SnI_4 หนัก 0.0653 กรัม ละลายใน CH_3CN จนปริมาตรครบ 25 มล. จากนั้นปิเปตสารละลาย 3.00 มล. แล้วเจือจางเป็น 25 มล. ซึ่งได้ความเข้มข้นเป็น 5.0×10^{-4} โมลาร์ ในทำนองเดียวกันเตรียมสารละลายของ SnI_4 ให้มีความเข้มข้นเป็น 10^{-4} , 5.0×10^{-5} , 2.0×10^{-5} , 10^{-5} โมลาร์ ใน 25 มล. ตามลำดับ

เตรียมสารละลายของ SnI_4 ใน CH_3OH , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, CHCl_3 , $i\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ และใน $i\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ ให้มีความเข้มข้นในช่วง 10^{-5} ถึง 10^{-2} โมลาร์

3.4.2 การเตรียมสารละลาย InI_3 และ SnI_4 ในตัวทำละลายผสม

เตรียมสารละลายของ InI_3 ในตัวทำละลายผสมระหว่าง น้ำกับแอลกอฮอล์ น้ำกับ CH_3CN , CH_3OH กับ CHCl_3 และ CH_3OH กับ CCl_4 ให้มีความเข้มข้น อยู่ในช่วง 10^{-5} ถึง 10^{-2} โมลาร์

เตรียมสารละลายของ SnI_4 ในตัวทำละลายผสมระหว่าง CH_3OH กับ CHCl_3 และ CH_3OH กับ CCl_4 ให้มีความเข้มข้นอยู่ในช่วง 10^{-5} ถึง 10^{-2} โมลาร์

3.4.3 การวัดการนำไฟฟ้าของสารละลาย InI_3 และ SnI_4 โดยใช้ conductivity meter

ใช้ conductivity cell ที่มีค่า cell constant เท่ากับ 1.0 ซม.^{-1} ปรับ cell constant correction เท่ากับ -3.5% เติสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 3.4.1 และ 3.4.2 ลงในปิกเกอร์ขนาด 25 มล. จุ่ม cell ลงในปิกเกอร์เพื่อวัดค่าการนำไฟฟ้า ได้วัดการนำไฟฟ้าของตัวทำละลายก่อน ต่อจากนั้นวัดของสารละลายที่มีความเข้มข้นต่ำไปหาสูง ก่อนการวัดทุกครั้งล้าง cell ด้วย acetone เป่าให้แห้ง และล้างครั้งสุดท้ายด้วยสารละลายที่จะวัด เพื่อป้องกันการเกิด dilution effect