

Oppgave 8

Spektrofotometri

Navn og Dato: Marcus Lexander 25/10/17

Labgruppe og plassnr.: Onsdag plass 17

Sammendrag

Reaksjonen mellom ferricyanid ($\text{Fe}(\text{CN})_6$) og askorbinsyre ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) er blitt undersøkt med spektrofotometri. En standardkurve for absorbansen til ferricyanid er laget og brukt til å beregne den støkiometriske faktoren til ferricyanid i reaksjonen til 1,83 som er et avvik på 8,5% fra den teoretisk beregnede verdien på 2.

1 Teori

Mange kjemiske forbindelser absorberer elektromagnetisk stråling. Spektrofotometri bruker denne målte absorbansen til å måle konsentrasjon av kjente stoffer med ukjent konsentrasjon. **Absorbans**, A , er definert som (1)

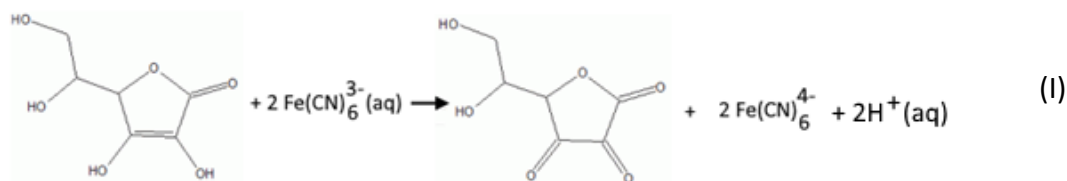
$$A = \log_{10} \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (1-1)$$

Hvor I_0 er lysintensiteten før prøven og I er lysintensiteten etter prøven. **Lambert-Beers lov** (1) sier at absorbansen A er proporsjonal med tykkelsen av prøven l , og konsentrasjonen av den komponenten av prøven som absorberer lys, c :

$$A = \epsilon lc \quad (1-2)$$

Der ϵ er en egenskap ved stoffet som absorberer lys som her blir proporsjonalitetskonstanten.

Askorbinsyre ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) er en kjent antioksidant og reduserer oksidasjonsmidler som ferricyanid ($\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$) til ferrocyanid ($\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$) etter følgende ligning:



2 Eksperimentelt

2.1 Fremstilling av kjente løsninger av $K_3Fe(CN)_6$

Det ble veid ut ca. 0,13 g Kaliumferricyanid ($K_3Fe(CN)_6$) og vekt ble nøyaktig notert. Dette ble løst opp i destillert vann i en 250 mL målekolbe og fortynnet til 250 mL. En 10 mL pipette ble så brukt til å lage tre fortynninger av denne løsningen med forhold mellom løsning og destillert vann på henholdsvis 3:1, 1:1 og 1:3.

2.2 Kalibrering

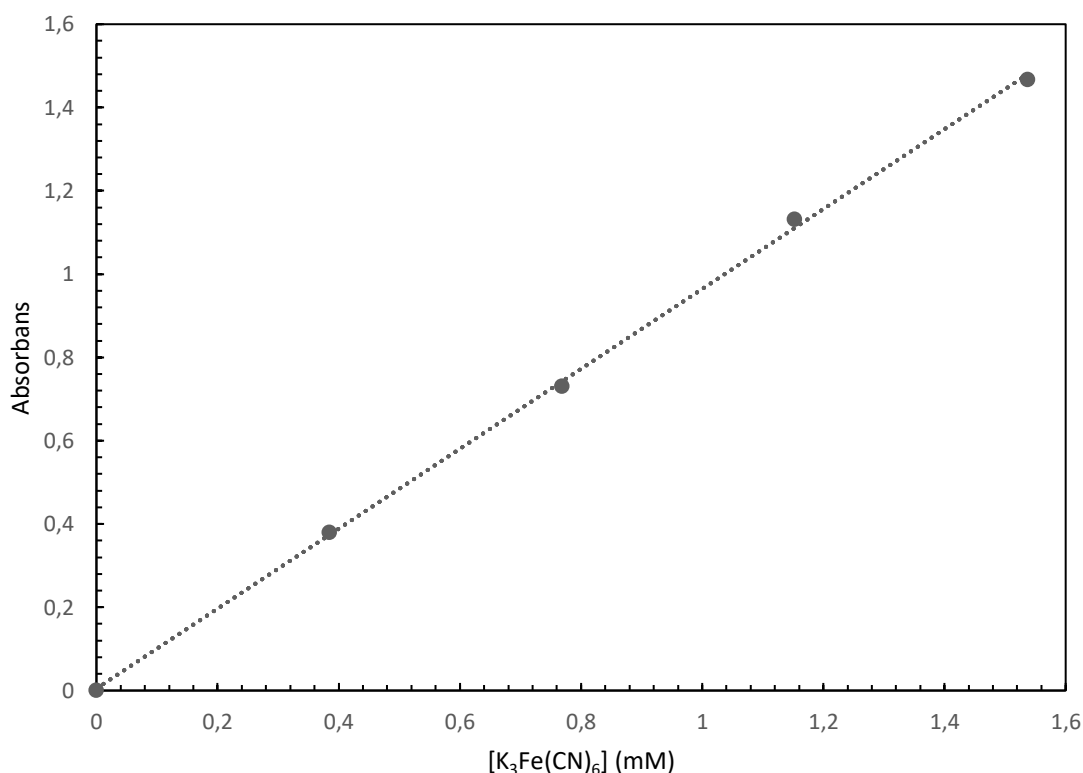
Samme kyvette ble brukt til alle målinger og skylt to ganger med neste løsning før den ble målt. Spektrofotometeret ble nullstilt med en blindprøve med destillert vann, før de fire $K_3Fe(CN)_6$ løsningene ble målt absorbans for ved 420 nm.

2.3 Støkiometri for reaksjonen mellom $K_3Fe(CN)_6$ og askorbinsyre

10 mL av den mest konsentrerte $K_3Fe(CN)_6$ løsningen ble pipettert ut i en tørr erlenmeyerkolbe og 500 μ L av en 10 mM askorbinsyreløsning ble tilsatt. Parafilm ble lagt over kolben og reaksjonsblandingen ble latt stå i minst 15 min. Spektrofotometeret ble nullstilt med en ny tilsvarende blindprøve og den nye prøven ble målt absorbans i ved 420 nm.

3 Resultater og diskusjon

Vekten av utveid $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ var 0,1265 g. Dette ble løst opp og fortynnet til 250 mL som tilsvarer en konsentrasjon på 0,384 mM. Konsentrasjon og målt absorbans for alle løsningene til standardkurven står i tabell 3.1. Disse verdiene plottes til en standardkurve der stigningstallet blir ϵl etter ligning (1-2) siden tykkelsen på kyvetten og typen stoff ikke endrer seg. Ligningen for standardkurven blir da $y = 0,9594 x + 0,0048$ (Se figur 3.1 for plot) der y er absorbansen og x er konsentrasjonen i mM. Denne ligningen brukes så til å beregne konsentrasjonen av ferricyanid i den reaksjonsløsningen med askorbinsyre til 0,592 mM. Stoffmengden reagert ferricyanid blir da 9,15 μmol . Stoffmengden askorbinsyre i løsningen er 5,00 μmol . Vi antar at dette blir brukt helt opp. Den beregnede støkiometriske faktoren i reaksjonsligningen blir da 1,83. Dette er 8.5% avvik fra den teoretiske verdien i reaksjonsligningen (I). Dette er et ganske stort avvik i forhold til usikkerheten på måleutstyret og skyldes mest sannsynlig at reaksjonsblandingen ikke fikk stå lenge nok.



Figur 3.1: Standard kurven for kjente konsentrasjoner av ferricyanid. Trendlinjen får ligning $y = 0,9594 x + 0,0048$

Tabell 3.1: Beregnet konsentrasjon og målt absorbans for løsningene i standardkurven.

Kons. $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ (mM)	0	0,384	0,768	1,152	1,537
Absorbans	0	0,380	0,731	1,132	1,467

4 Litteraturliste

1. Hafskjold, B. og Madland, E., Laboratoriekurs i KJ1000 Generell kjemi, 4. utgave, NTNU, Trondheim, 2017.

Vedlegg 1: Beregninger

$$A = 0,9594 \cdot [Fe(CN)_6^{-3}] + 0,048$$

$$A_{rx.løsning} = 0,573$$

$$[Fe(CN)_6^{-3}] = \frac{0,573 - 0,048}{0,9594} = 0,592 \text{ mM}$$

$$\Delta n_{Fe(CN)_6^{-3}} = 1,537 \text{ mM} \cdot 10 \text{ mL} - 0,592 \text{ mM} \cdot 10,5 \text{ mL} = 9,15 \text{ } \mu\text{mol}$$

$$n_{C_6H_8O_6} = 0,500 \text{ mL} \cdot 10 \text{ mM} = 5,00 \text{ } \mu\text{mol}$$

$$\frac{9,15}{5,00} = 1,83$$

$$\frac{1,83 - 2}{2} = -8,5\%$$

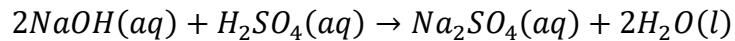
Vedlegg 2: Svar på kontrollspørsmål

1. 10 mL NaCl (aq, 50mM) blandes med 20 mL NaCl (aq, 0,1 M). Hva er konsentrasjonen av NaCl (aq) i blandingen?

$$[NaCl] = \frac{10 \cdot 10^{-3} L \cdot 50 \cdot 10^{-3} M + 20 \cdot 10^{-3} L \cdot 0,1 M}{30 \cdot 10^{-3} L} = 0,08 M$$

2. 20 mL NaOH (aq, 1 M) blandes forsiktig med 20 mL H₂SO₄ (aq, 0,1 M).

- a. Skriv balansert reaksjonsligning for det som skjer.



- b. Hva er pH i blandingen?

Det blir brukt dobbelt så mange mol NaOH som det er svovelsyre i løsningen siden det er en diprotisk syre. Den resulterende konsentrasjonen av NaOH i den nye løsningen blir da 0,4 M.

$$pH = 14 - pOH$$

$$pOH = -\log[OH^-]$$

$$[OH^-] = [NaOH] = 0,4 M$$

Det oppløste sulfatet i løsningen vil også tilføre litt OH⁻, men siden pK_b = 9,8 · 10⁻¹³ vil dette være mindre enn en konsentrasjon av orden 10⁻⁶. Dette er så mye mindre enn 0,4 at det kan ignoreres i utregning av pH.

$$pH = 14 + \log 0,4 = 13,6$$

- c. Hva er konsentrasjonen av natriumsulfat i blandingen.

Konsentrasjonen av natriumsulfat vil være lik den konsentrasjonen som direkte skyldes støkiometrien i reaksjonsligningen (0,05 M) minus den konsentrasjonen som protolyserer til hydrogensulfationer.

Konsentrasjonen av hydrogensulfation i løsningen også være mindre enn orden 10⁻⁶ som igjen er ubetydelig i forhold til 0,05 innen det antall gjeldende siffer vi er gitt. Konsentrasjonen av natriumsulfat blir da 0,05 M