

Bjerrumdiagram for bromthymolblåt (spektrofotometer)

(Kilde: Helge Mygind, Kemiøvelser 2/3, s. 28-31.)

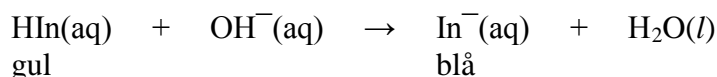
Formålet er at bestemme Bjerrumdiagrammet for syre-baseindikatoren bromthymolblåt.

Teori:

Syre-baseindikatorer er syrer, hvor syren har en anden farve end den korresponderende base (In^-).

I tilfældet bromthymolblåt er syreformen, HIn , gul, mens dens korresponderende base, In^- , er blå. HIn absorberer omkring 400 nm, og In^- absorberer omkring 600 nm.

Forsøget starter med en opløsning, der i al væsentlighed indeholder bromthymolblåts gule syreform. Ved langsomt at tilsætte opløsning af NaOH , vil der ske en omdannelse af syren til den korresponderende base:



Under tilsætningen af basen registreres opløsningens pH-værdi.

Opløsningens absorption af lys følges vha. målinger med et kolorimeter, som indstilles til 635 nm, hvor kun den blå baseform absorberer.

Opløsningens absorbans A er proportional med koncentrationen:

$$A = k \cdot [\text{In}^-]$$

Ved forsøgets afslutning måles der en slutabsorbans, som modsvarer en slutkoncentration af In^- :

$$A_{\text{slut}} = k \cdot [\text{In}^-]_{\text{slut}}$$

Ved udførelsen benyttes der et stort volumen opløsning, og da $c(\text{NaOH}) = 1,00 \text{ M}$ og kun tilsættes i små mængder, kan volumen regnes for konstant. Derved opnås, at $[\text{HIn}] + [\text{In}^-]$ er konstant (man passer på ikke få smidt noget af reaktionsblandingen ud under forsøget).

Der må gælde, at

$$[\text{HIn}] + [\text{In}^-] = [\text{HIn}]_{\text{slut}} + [\text{In}^-]_{\text{slut}} \approx [\text{In}^-]_{\text{slut}}$$

idet man husker, at i basisk opløsning er $[\text{HIn}]$ meget lille.

Basebrøken

$$y_B = \frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}] + [\text{In}^-]} \approx \frac{[\text{In}^-]}{[\text{In}^-]_{\text{slut}}} = \frac{A}{A_{\text{slut}}}$$

og syrebrøken $y_S = 1 - y_B$.

Sammenhængen mellem pH og syre- og basebrøken er:

$$\text{pH} = \text{p}K_S + \log \frac{y_B}{y_S} = \text{p}K_S + \log \frac{1 - y_S}{y_S}$$

Når man konstruerer et Bjerrumdiagram, afsætter man traditionelt den afhængige variabel pH langs 1. akse, men ved dette forsøg tegnes diagrammet med y_S langs 1. akse og pH langs 2. akse.

Apparatur: Lab Proenhed med tilsluttet pH-elektrode i stativ
Spektrofotometer fra Vernier
plastikkuvetter
250 mL bægerglas
små bægerglas
magnetomrører og magnet
engangs plastikdråbepipette
250 mL måleglas
pipette, 5 mL.

Kemikalier: 1,0 M NaOH
KH₂PO₄(s)
opløsning af bromthymolblåt
2 M HCl
2 M NaOH.

Eksperimentelt:

Et Vernier spektrofotometer tilsluttes en computer via et USB-kabel.

Et kolorimeter og en pH-elektrode tilsluttes til en Lab Proenhed, som forbindes til en computer. Åben LoggerPro.

Skærbilledet nederst til venstre: Forhåbentlig vises der i stedet for transmittans.

pH-elektroden kalibreres (start under menulinjens **Experiment**).



Spektrofotometeret kalibreres (start under menulinjens Experiment, og følg instruktionerne).

Kalibreringen holder til resten af forsøget.


Valg af bølgelængde:

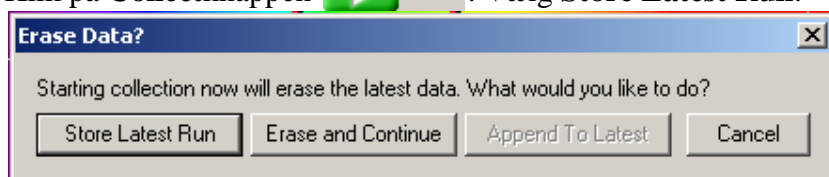
pH-meteret må ikke være tilsluttet fra start!

Der skal findes en bølgelængde, hvor kun den blå baseform af indikatoren absorberer.

I et lille bægerglas hældes lidt demi. vand, en sjat 2 M HCl og nogle dråber bromthymolblåtopløsning. Fyld noget af opløsningen i en kuvette, placer den i kuvetteholderen. Klik på **Collect**knappen  **Collect**. Vent et øjeblik. Der laves en måling hver 10. Sekund (hvis man ikke ændrer på indstillingen). Klik på  **Stop**, når man er tilfreds.

I et andet bægerglas hældes en lidt demi. vand, en sjat 2 M NaOH samt nogle dråber bromthymolblåtopløsning. Hæld lidt opløsning i en kuvette, og placer den i kuvetteholderen.

Klik på **Collect**knappen  **Collect**. Vælg **Store Latest Run**.



Nu skulle man gerne få det andet absorptionsspektrum lagt oven i det første. Klik på  **Stop**, når målingen er tilfredsstillende.

Gem spektret til journalen/rapporten.

Valg af bølgelængde:

(Den blå opløsning skal være den sidste, der er målt på).

Vælg **Configure Spectrometer** .


I dialogboksen vælges: Afmærk **Abs. vs Concentration**.

Kan den forvalgte bølgelængde godkendes? Ellers kan der vælges om i bølgelængdelisten til højre i boksen. Afslut med **OK**.

Tilslut pH-meteret:

Først nu må der tændes for Lab Proenheden med den tilsluttede pH-elektrode. Kalibrer pH-meteret med 2 forskellige pufferopløsninger.

Indstilling af Logger Pro:

Indstilling af LoggerPro: Klik på menulinjens "ur" . Under **Data Collection** indstilles **Mode** til **Selected Events**, som **Column Name** skrives **Farve**, (det samme for **Short Name**). Slet enheden. Afslut med **Done**.

Reaktionsblandingen:

150 mL demi. vand overføres til et 250 mL bægerglas. Der tilsættes 0,10 g $\text{KH}_2\text{PO}_4(\text{s})$, og der sørges for effektiv magnetomrøring. pH-elektroden stikkes ned i opløsningen.


Til opløsningen overføres med pipette 5,0 mL bromthymolblåopløsning.

Der skal måles sammenhængende værdier af pH, absorbans samt opløsningens farve.

Start målingen ved at vælge .


pH ændres ved dråbevis at tilsætte 1,00 M NaOH, *men* første måling skal ske *før* den første dråbe er tilsat.

Fyld dråbepipetten med lidt af bægerglassets farvede opløsning, og tøm den tilbage i bægerglasset nogle gange. Derpå fyldes kuvetten igen med den farvede opløsning. Hæld kuvettens indhold tilbage i bægerglasset – gør dette 2-3 gange for at rense kuvetten fra evt. rester af vand etc. Fyld til sidst kuvetten med den farvede opløsning, og sæt den fyldte kuvette i spektrofotometret.

Når absorbansen er blevet konstant (der måles hver 10. sekund, så vær lidt tålmodig), klik på  **Keep**. Indtast opløsningens farve. Afslut med **Done**.

Hæld kuvettens indhold tilbage til bægerglasset.


Tilsæt 1 dråbe 1,00 M NaOH, rens dråbepipette og kuvette som før, og mål. Fortsæt til opløsningen er blevet helt blå, og absorbansen er blevet konstant.

Måleserien afsluttes med Stop .

Gem data inden videre bearbejdning.

Efterbehandling:

Under **Data**, **Hide Data Set** skjules **Run 1**.

- 1) Aflæs slutabsorbansen A_{slut} .
- 2) Basebrøken y_B beregnes: Under menupunktet **Data** vælges **New Calculated Column**. **Name** skal være y_B , **Short Name** det samme. Under **Equation** vælges fra "Variables (Columns)" Abs, derefter divideres med værdien for A_{slut} . Afslut med **Done**.
- 3) Syrebrøken y_S beregnes: Lav en ny beregnet kolonne.
- 4) Tegn en (y_S , pH)-graf i nyt diagramvindue. Punkterne skal ikke være forbundet.
- 5) Modellen $\text{pH} = \text{p}K_S + \log \frac{1-y_S}{y_S}$ skal tilpasses punkterne. Under menupunktet **Analyze** vælges **Model**. Vælg **Define Function** – indtast $\text{p}K_S + \log((1-x)/x)$. Afslut med **OK**. Sæt flueben ved **Create Calculated Column** og **Show Curve Fit**. Vælg en passende startværdi for $\text{p}K_S$. Træk kurven så tæt på målepunkterne som muligt vha. . Afslut med **OK**.
- 6) Sammenlign den målte $\text{p}K_S$ -værdi med en tabelværdi. Kommentér.
- 7) Den tilsatte NaOH reagerer med opløsningens indhold af KH_2PO_4 . Opskriv et reaktions-skema.
- 8) Hvorfor tilsætter man KH_2PO_4 til opløsningen?