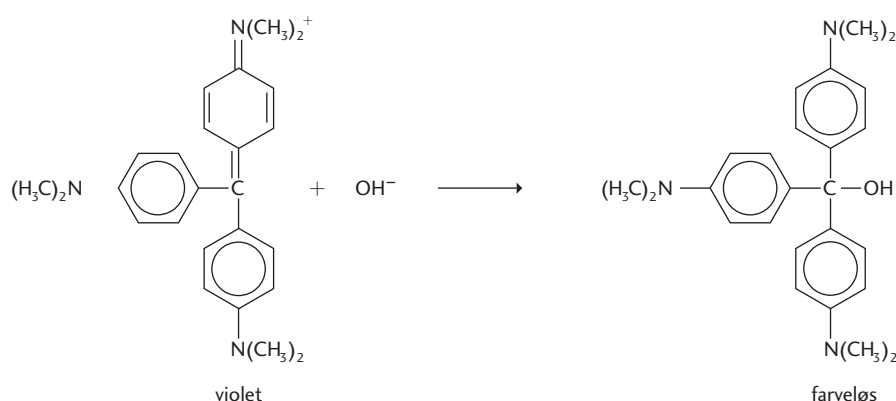


Affarvning af krystalviolet

Kapitel 1: Reaktionskinetik

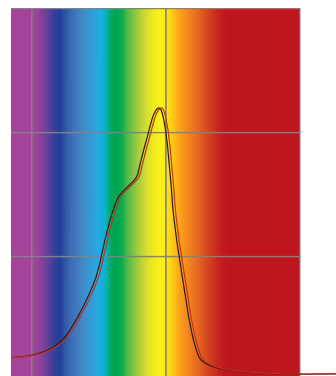
Problemstilling

Krystalviolet er en indikator, der bruges til mikroskopi. Stoffet, der er en kvaternær ammoniumforbindelse med formelen $C_{25}H_{30}ClN_3$ (CAS No.: 548-62-9) affarves ved reaktion med natriumhydroxid ifølge reaktionsskemaet (tilskuerionerne natrium og chlorid er udeladt)



I skal

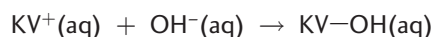
- optage krystalviolets absorptionsspektrum i det synlige område
- vise gyldigheden af Lambert-Beers lov for krystalviolet opløst i vand
- bestemme reaktionsordenen af krystalviolets reaktion med natriumhydroxid, når der er hydroxid i stort overskud under reaktionen.



Figur 1 Spektrum af krystalviolet, 5 ppm.

Teori

Vi skriver reaktionsskemaet for affarvningen på en forenklet måde, idet KV^+ betegner formelen for den violette ion



For at kunne undersøge om reaktionen er af nulte, første eller anden orden med hensyn til krystalviolet, skal vi gennem hele forsøget fastholde en stor koncentration af natriumhydroxid, således at koncentrationen af OH^- kan antages at være konstant.

Hastighedsudtrykket kan vi derfor skrive som

$$v = k \cdot [\text{KV}^+]^n \cdot [\text{OH}^-]^m = k_{\text{ps}} \cdot [\text{KV}^+]^n \quad (1)$$

når

$$k_{\text{ps}} = k \cdot [\text{OH}^-]^m$$

Den aktuelle stofmængdekonzentration af krystalviolet bestemmes spektrofotometrisk. Reaktionen forløber så tilpas langsomt, at vi blot behøver at måle en gang i minuttet i ca. 20 minutter.

Vi kan bestemme, om n er lig med 0, 1 eller 2, og udregne k , når m antages at være lig med 1.

Den målte molare absorptionskoefficient (ekstinktionskoefficient) ε sammenlignes med en omtrentlig angiven tabelværdi (med angivelse af kilde, fx website).

Forarbejde

1. Forklar på baggrund af krystalviolets strukturformel, at stoffet er et farvestof.
2. Lambert-Beers lov fortæller, at absorbansen ved en bestemt bølgelængde af et stof i en opløsning er proportional med længden af lysvejen l og med stoffets aktuelle koncentration. I tilfældet med krystalviolet får vi

$$A = \varepsilon_{\lambda} \cdot l \cdot [\text{KV}^+] \quad (2)$$

ε_{λ} er en konstant ved en given bølgelængde for det pågældende stof og kaldes stoffets molare absorptionskoefficient eller ekstinktionskoefficient. Værdier af ε_{λ} kan findes i forskellige tabelværker.

Da vi er interesserede i at bestemme absorbansens ændring med tiden, vælger vi at skrive formlen på følgende måde

$$\begin{aligned} A(t) &= \varepsilon_{\lambda} \cdot l \cdot c(t) && \text{til tiden } t \\ A(0) &= \varepsilon_{\lambda} \cdot l \cdot c(0) && \text{til tiden } 0 \end{aligned} \quad (3)$$

Vis, at koncentrationen af krystalviolet til tiden t er givet ved

$$c(t) = \frac{c(0)}{A(0)} \cdot A(t) \quad (4)$$

Med spektrofotometer måler vi absorbansen $A(t)$ til tiden t under reaktionsforløbet og dermed indirekte koncentrationen af KV^+ .

Kan vi fastlægge forholdet mellem c og A til samme tidspunkt, kan vi altså bestemme koncentrationen af krystalviolet $c(t)$ til et vilkårligt tidspunkt ved forsøget.

3. Skriv enhederne for k_{ps} i hastighedsudtrykket (1) på side 2, når n er 0, 1 og 2.
4. Krystalviolets molekylformel er $C_{25}H_{30}ClN_3$. Tjek, at den molare masse er 408 g/mol.
5. Beskriv, hvordan du i laboratoriet vil fremstille standardopløsningerne på 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm og 4 ppm ud fra en stamopløsning på 50 ppm.
6. Undersøg, hvilke R- og S-sætninger der gælder for 0,10 M natriumhydroxid.

Udførelse

Delforsøg a. Optagelse af spektrum

Der fremstilles en standardopløsning på 5 ppm.

Stamopløsningen på 50 ppm krystalviolet fortyndes 10 gange ved at overføre 10,0 mL stamopløsning til en 100 mL målekolbe og fylde den op til mærket med demineraliseret vand. Opløsningen gøres homogen ved at lukke kolben med prop og omryste den 10 – 20 gange.

To kuvetter fyldes op til ca. en cm fra kanten med henholdsvis demineraliseret vand og standardopløsning 5 ppm krystalviolet. Spektrofotometeret indstilles til at optage et spektrum i bølglængdeområdet 390 – 700 nm og kalibreres med demineraliseret vand som reference.

Krystalviolets spektrum udmåles, og bølglængden for maksimal absorptions, registreres og noteres.

Delforsøg b. Lambert-Beers lov

Med pipetter og 50 mL målekolber fremstilles yderligere fire standardopløsninger på henholdsvis 4, 3, 2 og 1 ppm krystalviolet.

Spektrofotometeret indstilles til at måle absorptionsen ved λ_{\max} .

Apparatur

Fælles

- spektrofotometer
- 3 engangspipetter
- stopur

Hvert hold

- kuvetter
- pipetter, 10 mL, 20 mL, 25 mL
- målepipette, 1 mL
- målekolber, 4 × 50 mL, 1 × 100 mL
- bægerglas, 3 × 25 mL mærket henholdsvis KV, NaOH og

Reaktion

Kemikalier

- 50 ppm krystalviolet (stamopløsning)
- 0,10 M natriumhydroxid

Sikkerhed



briller ¹



handsker

¹ Krystalvioletoopløsning er SUNDHEDSSKADELIG. Krystalviolet er brandfarlig, giftigt (mutagen). Begrænset dokumentation for kræftfremkaldende virkning. Skadelig for organismer, der lever i vand, kan forårsage uønskede langtidsvirkninger i vandmiljøet.



Delforsøg c. Kinetik

Spektrofotometeret indstilles til at måle absorbansen ved λ_{\max} i 1200 sekunder med måling for hver 20 sekunder (evt. 60 sekunder).

I kolben mærket KV hældes ca. 20 mL standardopløsning 5 ppm krystalviolet, i bægerglasset mærket NaOH hældes ca. 5 mL 0,100 M natriumhydroxid. Hav en ren kuvette klar.

10,0 mL standardopløsning 5 ppm overføres til bægerglasset mærket *Reaktion*.

Et stopur startes samtidig med, at der fra målepipette tilsættes 1,0 mL 0,100 M natriumhydroxid (en målepipette skal tømmes helt).

Reaktionsblandingen omrøres forsigtigt i 10-20 sekunder.

Med engangspipette fyldes kuvetten op til ca. en cm fra kanten med reaktionsblandingen og placeres i spektrofotometeret.

Når der er gået 60 s efter sammenblanding af krystalvioletoopløsning og natriumhydroxid i bægerglasset, startes målingen af absorbansen i 1200 sekunder.

Bortskaffelse

Kemikalieblandingen hældes i affaldsdunk til uorganisk affald.

Resultater

Målte data

Tabel Lambert-Beers lov					
Konc./ppm	1	2	3	4	5
Absorbans	0.081	0.158	0.239	0.304	0.376

Efterbehandling

1. Ved hvilken bølgelængde λ_{\max} har krystalviolet maximal absorbans?
2. Er der en lineær sammenhæng mellem absorbans ved λ_{\max} og koncentrationen af krystalviolet, og er Lambert-Beers lov eftervist?
3. Den molare absorptionskoefficient ved 592 nm er ca. $8 \cdot 10^4 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$.
Hvorledes stemmer det overens med jeres værdi?
4. Ved hjælp af regneark laves en analyse af data fra delforsøg C, således at I afgør, om reaktionen er af 0'te, 1. eller 2. orden.
5. Kommenter eventuelle fejlkilder.