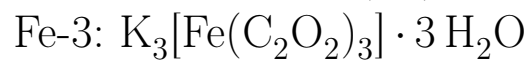


# Eksperiment 2 - Preparativ oppgave

Krystallisering av kaliumjern(III)oksalattrihydrat



**Erlend Sørli**



[Dette bildet er en plassholder for et bilde av krystallene ved endt vekst.]

[Alt i klammeparantes skal fjernes eller endres på sluttrapporten. De er plassholdere for deler av rapporten som ikke er skrevet enda]

## Sammendrag

I dette forsøket ble det fremstilt flere krystaller av kaliumjern(III)oksalattrihydrat ved å løse  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  og  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  i vann, etterfulgt av inndamping. [Sett inn resultater]

## 1 Innledning

Kaliumjern(III)oksalattrihydrat er en oktaedrisk krystall. Den blir tradisjonelt benyttet ved universiteter til å lære studenter om krystallisering.<sup>[1]</sup>

Forbindelsen er tungtløselig i vann. Den har tetthet  $2,13 \text{ g ml}^{-1}$  og en molvekt på  $491,25 \text{ g mol}^{-1}$ . Krystallvannet koker av ved  $100^\circ\text{C}$ , og forbindelsen dekomponerer fullstendig ved  $365^\circ\text{C}$ .<sup>[2]</sup>

## 2 Teori

For at en krystall skal dannes ved utfelling fra løsning, må løsningen til en viss grad være overmettet. For å starte krystallveksten, må det fremprovoseres en nukleering. Enten ved å skape et miljø hvor heterogen nukleering skjer, eller ved at løsningen er tilstrekkelig overmettet til at homogen nukleering skjer. Etter nukleeringen, kommer krystallveksten. Farten i dette steget må kontrolleres for å få store og fine krystaller med liten grad av defekter.<sup>[3]</sup>

### 2.1 Metningsgrad

I en mettet løsning er forbindelsen løst i løsemiddelet i likevekt med det fast stoff. I en undermettet løsning vil konsentrasjonen av forbindelsen være lav nok til at forbindelsen er fullstendig løst. Ved tilsats av fast stoff vil dette løses i løsningen frem til likevekt er oppnådd.

I en overmettet løsning er forbindelsens konsentrasjon større enn den ville vært ved likevekt. Det vil derfor felles ut fast forbindelse. Utfelling krever en viss aktiveringsverdi, slik at en løsning kan være overmettet uten at fast stoff feller ut.

Likevektspunktet i en løsning er temperaturavhengig. Det er dermed mulig å løse mer av en forbindelse ved høye temperaturer enn ved lave.<sup>[4]</sup>

### 2.2 Nukleering

Første steg i krystalldannelse er nukleering. Det er når de første ionene kobler seg sammen, og begynner å danne grunnlag for krystallvekst. Det skilles mellom homogen og heterogen nukleering.

Heterogen nukleering skjer på et eksisterende nukleeringssenter i løsningen, slik at aktiveringsenergien for utfellingen senkes. Dette gjør at det kreves mindre grad av metning for løsningen. Eksempler på nukleeringssentre er riper i beholderen, urenheter i løsningen eller tilsatt frøkrystall. Tilsats av frøkrystall er også betegnet som sekundær nukleering.

Homogen nukleering er spontan og skjer uassistert. Nukleeringen skjer fordi løsningen er overmettet, og det er ingen påvirkning av urenheter eller annet som senker aktiveringsenergien for utfelling. En måte å fremprovosere homogen nukleering på er å sørge for at løsningen går fra å være mettet til å være overmettet. For eksempel ved nedkjøling av mettet løsning.<sup>[5]</sup>

## 2.3 Krystallvekst

Krystallvekst skjer etter nukleeringen. Ioner fra løsningen felles ut på de eksisterende krystallene fra nukleeringen. Det er viktig å kontrollere hastigheten på dette steget, ettersom for hurtig krystallvekst fører til defekter i krystallen.

For hurtig krystallvekst kan også føre til dannelsen av polykrystaller ved at det oppstår flere nukleeringssentre på samme krystall. Dette er ikke ønskelig ettersom dette er en ansamling av flere små krystaller, istedet for en stor og ren krystall.

For å få en monokrystall med liten grad av defekter må løsningen være svakt overmettet, og krystalliseringen må ta sted over lang tid. Dette minimerer sjansen for urenheter og defekter.<sup>[6]</sup>

## 2.4 Reaksjonslikning for forsøket

Likning (2.1) viser reaksjonen som skjer når reaktantene løses i vann, og danner produktet (ved krystallisering). Krystallvann er ikke tatt høyde for.



## 2.5 Fysikalske data

**Tabell 2.1:** Relevante fysikalske data ved 25 °C<sup>[7]</sup>

| Forbindelse                       | $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ |
|-----------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|
| Molar masse $[\text{g mol}^{-1}]$ | 491,25                                                                     |
| Løselighet i vann                 | Tungtløselig                                                               |
| Tetthet $[\text{g ml}^{-1}]$      | 2,13                                                                       |

## 3 Eksperimentelt

$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$  (ca. 4 g) og  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (ca. 5.5 g) ble løst i vann i et begerglass under oppvarming slik at løsningens totalvolum ble 50 ml. Dette ble gjort i fire paralleller. Deretter ble parallellene dampet inn til ulike volum før de ble avkjølt, tildekt og satt til side. Eksakte verdier for utveide reaktanter og inndamping er gitt i tabell 3.1.

**Tabell 3.1:** Data for utveide reaktanter og inndamping for parallellene

| Parallell | Tilsatt $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ [g] | Tilsatt $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [g] | Volum etter inndamping [ml] |
|-----------|-------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|-----------------------------|
| A         | 4,05                                                              | 5,53                                                                  | 40                          |
| B         | 4,08                                                              | 5,62                                                                  | 35                          |
| C         | 4,03                                                              | 5,67                                                                  | 25                          |
| D         | 4,13                                                              | 5,56                                                                  | 45                          |

En oversikt over hva som videre ble gjort med parallellene er i tabell 3.2.

**Tabell 3.2:** Oversikt over hva som ble gjort med parallellene før de ble satt til side

| Parallell | Tildekt med | Tilsatt frøkrystall      |
|-----------|-------------|--------------------------|
| A         | Urglass     | I bunnen                 |
| B         | Parafilm    | Opphengt i snor          |
| C         | Urglass     | I bunnen                 |
| D         | Urglass     | Ikke tilsatt frøkrystall |

Begerglassene ble sjekket nesten ukentlig. Parallellene med krystallisering ble filtrert, og de største og fineste krystallene ble tilbakeført til filtratet, som ble satt til side for videre krystallisering.

## 4 Resultater

Parallellene B og C fikk utfelling av mange små krystaller etter en uke, og måtte filtreres. Frøkrystallen i parallell C var det ikke mulig å skille fra de andre.

Frøkrystallen som var hengt i snoren i parallell B hadde vokst en god del. Den hadde vokst som en énkrystall, den var derimot ikke gjennomsiktig eller blank.

Parallell D har enda ikke fått noen krystaller i seg.

Parallell A hadde fått vekst på frøkrystallen, men den vokste ikke som en enkelt krystall, men som en sammengrodd polykrystall.

[Videre resultater vil føres inn etterhvert. Denne delen vil bli mer strukturert og ta for seg parallellene når det har vært tid til å notere flere observasjoner. Det har heller ikke blitt gjennomført noen veiing av krystallene enda. Det er derfor heller ikke mulig å kommentere utbyttet per dags dato.]

## 5 Diskusjon

Fellingen av små krystaller i parallell B og C tyder på at løsningen var for mettet, slik at krystalleringen skjedde for fort. Dette bekreftes i parallell B ettersom krystallen ikke var gjennomsiktig eller blank, hvilket tyder på mange defekter i krystallen.

Manglende krystallvekst i parallell D kommer sannsynligvis av at løsningen ikke er mettet nok til å krystalliseres enda. Hvis løsningen får stå urørt lenge nok, vil den antakeligvis begynne krystalleringen.

Polykrystallen i parallell A skyldes også at løsningen var for overmettet. Polykrystaller skyldes for rask nukleering, slik at det skjer krystallisering på flere områder samtidig. Litt mer vann i løsningen ville ha forhindret dette.

[Denne delen vil også bli mer utfylt og strukturert etterhvert som det blir mer å skrive om.]

## 6 Konklusjon

Per nå er det lite å kommentere annet enn at det virker som at det ideelle volumet etter inndamping av forberedt løsning etter metoden beskrevet i avsnitt 3, er på 40-45 ml.

Trondheim, 8. oktober 2020

---

Erlend Sørli

## Referanser

- [1] John Olmsted. Preparation and analysis of potassium tris(oxalato)ferrate(iii)trihydrate: A general chemistry experiment, 1984. URL <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ed061p1098>.
- [2] ACM14883342. Potassium iron(iii)oxalate 3-hydrate, 2019. URL [https://www.alfa-chemistry.com/cas\\_14883-34-2.htm?fbclid=IwAR1Yro3kGNGQ60JvpRdHbsuJ5V1YLSNhXuif9Hnf\\_Ako2pIBM0zfm9iKzNU](https://www.alfa-chemistry.com/cas_14883-34-2.htm?fbclid=IwAR1Yro3kGNGQ60JvpRdHbsuJ5V1YLSNhXuif9Hnf_Ako2pIBM0zfm9iKzNU).
- [3] N. Årtun, T. og Nesse. krystallisasjon, 2020. URL <https://snl.no/krystallisasjon>.
- [4] Bjørn Pedersen. mettet løsning, 2020. URL [https://snl.no/mettet\\_1%C3%B8sning](https://snl.no/mettet_1%C3%B8sning).
- [5] Åge Frivoll. nukleering, 2019. URL <https://snl.no/nukleering>.
- [6] N. J. Hallas. Crystallization, 2011. URL <http://www.thermopedia.com/content/679/>.
- [7] National Center for Biotechnology Information. Pubchem compound summary for cid 24180941, potassium ferrioxalate, 2020. URL <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Potassium-ferrioxalate>.

## A Vedlegg A - Beregning av teoretisk utbytte

Starter med å gjøre følgende antakelser: Det tilsettes nøyaktig 4 g  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  og 5.5 g  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  til begerglasset i starten av krystalliseringen, og, teoretisk største utbytte beregnes på basisen av at alt vannet har fordampet.

Dermed vil all mulig dannede kaliumjern(III)oksalattrihydrat ha blitt dannet. Starter med å finne begrensende reaktant, ved å finne molmengden av reaktantene og sammenlikne med molforholdet mellom reaktantene.

Molmengde av et stoff kan finnes ved følgende sammenheng:

$$n = \frac{m}{M_m} \quad (\text{A.1})$$

Hvor  $n$  er molmengde,  $m$  er utveid masse og  $M_m$  er molar masse. Ved å bruke de molare massene til reaktantene fra tabell B.1, bestemmes molmengden av reaktantene:

$$n(\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}) = 9,9 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 29,9 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Videre bestemmes forholdet mellom reaktantene:

$$\frac{n(\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})}{n(\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})} = 3,02$$

Reaksjonen er vist i likning (2.1). Det observeres at reaksjonsforholdet mellom de to reaktantene er 3:1 ( $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} : \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ : på molbasis. Ettersom forholdet mellom dem er større enn 3:1, er  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  begrensende reaktant (så vidt).

$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  har et 1:1 molforhold med produktet ( $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$ ). Dermed er teoretisk molmengde for produktet funnet:

$$n(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]) = n(\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}) = 9,9 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Teoretisk utbytte beregnes ved omforming av likning (A.1).

Innsats av molmengden og den molare massen til produktet, gir at teoretisk utbytte av reaksjonen er:

$$m(\text{produkt}) = 4.86 \text{ g}$$

## B Vedlegg B - HMS-skjema

**Navn:** Erlend Sørli

**Plass/Gruppe:** 61-B

**Tildelt preparat:** Kaliumjern(III)oksalattrihydrat  $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

**navn**

**formel**

**Molvekt:** 491,25 g mol<sup>-1</sup> **Densitet:** 2.133 kg dm<sup>-3</sup>

**Sm.p.:** 230 °C (ved 100 °C fordamper krystallvannet) **K.p.:** 365 °C<sup>[2]</sup>

**Krystallform:** Oktaedrisk

**Farge:** Kalkgrønn

**Løselighet:** Tungtløselig

lavere løselighet i etanol enn i vann

**i vann (enheter, temperatur)**

**i andre løsn. midler (kvalitativt)**

**Faremomenter(når faresymbol er gitt, bruk varselord på dette):** Farlig ved svelging, farlig ved hudkontakt, irriterende for hud, øyner og inhalering.

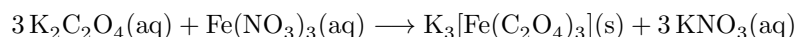
### Kjemikalier for framstilling av preparatet

**Tabell B.1:** Relevante fysiske data og faremomenter for forbindelser under fremstilling av preparatet

| Formel                   | Molvekt [g mol <sup>-1</sup> ] | Løselighet i vann [g l <sup>-1</sup> ] | Faremomenter                                                 |
|--------------------------|--------------------------------|----------------------------------------|--------------------------------------------------------------|
| $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$   | 184,2                          | 380                                    | Farlig ved svelging og hudkontakt                            |
| $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ | 404                            | 870                                    | Oksiderende<br>Irriterer huden<br>Gir alvorlig øyeirritasjon |
| $KNO_3$                  | 101,1                          | 380                                    | Oksiderende                                                  |
| $Fe(C_2O_4)_3^{3-}$      | 375,6                          | -                                      | Farlig ved svelging og hudkontakt                            |

### Andre opplysninger om preparat og kjemikalier:

Beskriv behandling av rester og skriv ev. reaksjonslikninger (bruk ekstra ark om det trengs):



Rester av  $KNO_3$  skal det leveres til egnet destruksjon i en lukket beholder som avfallshåndteres. Det skal ikke skylles ned i vasken.

Alle løsninger inneholder kaliumioner, alt avfall skal derfor samles i egen beholder, og destrueres av fagpersonell.