

29^e NATIONALE SCHEIKUNDE OLYMPIADE



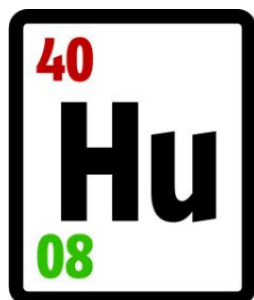
Universiteit Utrecht

4 – 11 juni 2008

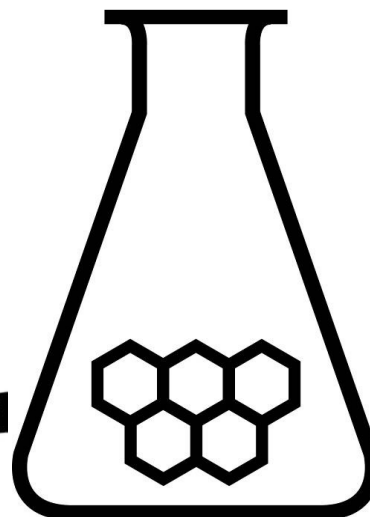
EINDTOETS PRACTICUM

opdrachten/antwoordbladen

dinsdag 10 juni 13.30 – 17.30 u



**40th International
Chemistry Olympiad**
2008 Budapest, Hungary



**SCHEIKUNDE
OLYMPIADE**

Faculteit Bètawetenschappen

Departement Scheikunde

dr. P.S. Peijzel

drs. I.K. Caris-Dentener

R.J. Baars

F.T. Rabouw

C.M. van der Wel

Aanwijzingen/hulpmiddelen

- Deze toets bestaat uit **drie onderdelen** en **drie antwoordbladen**.
- De volgorde van de experimenten mag zelf gekozen worden.
- De practicumtoets duurt maximaal 4 klokuren. Binnen deze tijd moeten ook de antwoordbladen ingevuld en ingeleverd zijn.
- Lever tijdens de toets de gesynthetiseerde stof in. **Laat dit aftekenen** op je antwoordblad door de assistent.
- Na afloop kan het glaswerk nog schoongemaakt en opgeruimd worden (tot ongeveer 18.00 uur).
- De maximumscore bedraagt 40 punten.
- Bij elk practicumonderdeel is het maximum aantal punten vermeld.
- Je wordt beoordeeld op praktische vaardigheid, netheid en veiligheid met maximaal 10 punten.
- Vermeld op elk antwoordblad je naam.
- Benodigde hulpmiddelen: rekenmachine
- Binas is niet toegestaan, een periodiek systeem met molmassa's vind je op de laatste pagina van deze toets.
- Lees eerst alle opdrachten door en begin daarna pas met de uitvoering.

Extra:

- Dit is een toets, het is niet toegestaan te overleggen met andere deelnemers.
- Wanneer je een vraag hebt, dan kan je deze stellen aan de assistent.
- Mocht er iets niet in orde zijn met je glaswerk of apparatuur, meld dit dan zodra je het ontdekt bij de assistent. Leen geen spullen van je buurman.

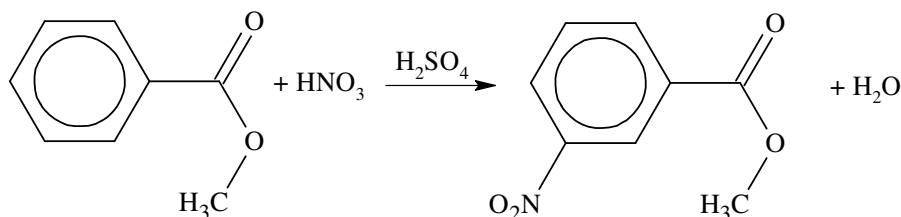
Practicumonderdeel 1: Synthese van methyl *m*-nitrobenzoaat

(12 punten)

Inleiding:

Methylbenzoaat is een ester die veel gebruikt wordt in de parfumindustrie. Het heeft een wat zware en zoetige geur.

In dit experiment ga je methylbenzoaat nitreren. Dit gebeurt bij lage temperatuur met nitreerzuur, een mengsel van salpeterzuur en zwavelzuur:



Dit is een voorbeeld van een elektrofiële aromatische substitutie. Het elektrofiel is in dit geval het nitroniumion, NO_2^+ , welke wordt gevormd door de reactie van salpeterzuur met zwavelzuur, gevolgd door afsplitsing van water.

Vraag 1 :

Geef op antwoordblad 1 de reactievergelijking van de vorming van NO_2^+ uit salpeterzuur en zwavelzuur (beide geconcentreerd) en geef daarbij het NO_2^+ ion met de elektronenformule weer.

Deze substitutie vindt met name plaats op de *meta*-positie. Er ontstaat ook een klein beetje van de *ortho*- en *para*-vorm, die verwijderden we in de zuiveringsstap.

Wanneer de temperatuur te hoog wordt vindt er ook vorming van een dinitroproduct plaats.

Vraag 2:

Geef op antwoordblad 1 de systematische naam van het meest waarschijnlijke dinitroproduct dat gevormd kan worden.

Veiligheid:

Nitreerzuur en zwavelzuur zijn sterke zuren en zijn erg corrosief. Voeg nooit water toe aan nitreerzuur of zwavelzuur, andersom mag wel.

Bij contact met de huid onmiddellijk afspoelen met veel water.

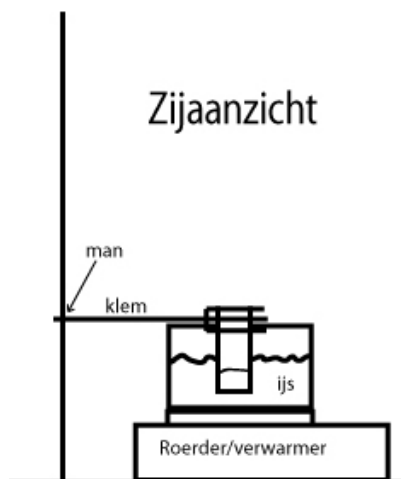
Methylbenzoaat werkt irriterend op de huid. Bij huidcontact wassen met water en zeep.

Ether is vluchtig en brandbaar. Werk altijd in de zuurkast met ether.

Nitroverbindingen zijn giftig en kunnen door de huid worden opgenomen. Vermijd huidcontact en was na afloop je handen. Gebruik indien nodig handschoenen.

Uitvoering:

Zet op een groot statief een roerder, en plaats op de roerder een pan. Dit wordt je ijsbad. Bevestig een man met klem aan het statief en bevestig een 100 mL hoog bekeerglas in de klem. Probeer het bekeerglas zo diep mogelijk in de pan te krijgen, maar zorg er wel voor dat het bekeerglas nog goed vastgeklemd zit.



Haal het bekeerglas uit de klem en neem de pan van de roerder.

Vul de pan met ijs en voeg een beetje water toe.

Zet de pan weer op de roerder en breng het bekeerglas nu in het ijs. Zorg dat er voldoende ijs in de pan zit, anders wordt het bekeerglas niet gekoeld.

Bevestig met een aparte klem een thermometer zodat die met de punt op de bodem van het bekeerglas komt.

Breng 12 mL geconcentreerd zwavelzuur en een roermagneetje in het bekeerglas en koel dit tot onder de 5 °C.

Doe dit al rustig roerend.

Weeg het potje met methylbenzoaat, en schrijf de massa op.

Voeg de methylbenzoaat bij het zwavelzuur en laat dit koelen.

Koel intussen ook 8 mL nitreerzuur; dit is een 1 : 1 mengsel van 68% HNO₃ en 100% H₂SO₄. Zorg ervoor dat dit niet omvalt in het ijsbad.

Weeg het lege potje van de methylbenzoaat, en noteer de massa op het antwoordblad. Nu weet je hoeveel uitgangsstof je hebt.

Voeg het koude nitreerzuur druppel voor druppel toe aan het bekeerglas met methylbenzoaat en zwavelzuur. Zorg er voor dat de temperatuur niet boven de 15 °C komt.

Laat als alles is toegevoegd het reactiemengsel op kamertemperatuur komen.

Doe 50 g ijs in een 250 mL bekeerglas en giet hier je reactiemengsel in uit.

Roer het even goed door en wacht met de volgende stap totdat al het ijs gesmolten is.

Filtreer onder verminderde druk over een büchnertrichter en was het product met 2 × 25 mL ijskoud water, en vervolgens 2 × met 10 mL ijskoude methanol.

Weeg je ruwe product en noteer de massa op antwoordblad 1.

Herkristalliseer het product uit een gelijke massa methanol. De dichtheid van methanol is $0,79 \text{ g mL}^{-1}$.

Isoleer het product en laat het goed drogen. Weeg het droge product en bepaal de opbrengst en het rendement (= mol% van de maximale omzetting) van de synthese (antwoordblad 1).

Los een spatelpunt van je product op in 5 mL methanol. Breng dit met een capillair op een TLC plaatje. Maak een TLC van je product, met een mengsel van ethylacetaat : ethanol 10 : 1 als eluens (Dit staat klaar, vraag de assistent waar het staat).

Bekijk je TLC na afloop onder de UV-lamp en markeer de vlekken.

Bepaal de R_f waarde van het product en noteer deze op antwoordblad 1. Maak ook een schets van het TLC op antwoordblad 1.

Lever het product in bij een van de assistenten in het daarvoor beschikbare potje. Geef ook het TLC plaatje aan de assistent.

Na afloop zal er nog een smeltpunt bepaald worden. Het smeltpunt, het uiterlijk van het product, het IR spectrum en de TLC zuiverheid (door de leiding bepaald) levert de beoordeling voor de zuiverheid. Voor de opbrengst worden aparte punten toegekend.

Antwoordblad 1:

naam:

massa potje met methylbenzoaat		50
massa lege potje		50
hoeveelheid methylbenzoaat		50
massa ruw product		50
massa geherkristalliseerd product		50

Paraaf assistent voor inleveren product:

rendement:%
berekening

schets van TLC:

R_f waarde:
berekening

Antwoorden op de vragen:

vraag 1:	
vraag 2:	

Practicumonderdeel 2: Bepaling van kristalwater

(12 punten)

Je krijgt een voorgewogen monster CuCl_2 dat ook kristalwater bevat, het is dus $\text{CuCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, x is niet per se een geheel getal.

Je gaat dit monster oplossen en titreren met EDTA, met Fast Sulfon Black F als indicator.

Met deze titratie bepaal je de hoeveelheid koper in het monster.

Aan de hand van de massa van het monster is vervolgens uit te rekenen hoeveel mol kristalwater $\text{CuCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ bevat.

Uitvoering:

Op het potje staat de nauwkeurig bekende massa van het $\text{CuCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.
Schrijf dit op antwoordblad 2.

Breng het monster kwantitatief over in een bekersglas van 100 mL en los het op in demiwater.
Breng de oplossing kwantitatief over in een 250 mL maatkolf en vul aan tot de streep en homogeniseer de oplossing.

Haal in een erlenmeyer ongeveer 150 mL van de 0,01 M EDTA oplossing die op de zaal klaar staat. De exacte concentratie EDTA staat vermeld op de voorraadfles.

Vul de buret met de EDTA oplossing. De vloeistof die eventueel in de buret zit is demiwater.

Pipetteer 25 mL van de koperoplossing in een 250 mL erlenmeyer en voeg ongeveer 100 mL demiwater toe.

Voeg 5 mL 25% ammonia toe en 7 druppels van de indicatoroplossing.

Titreer met de 0,01 M EDTA oplossing tot de kleur verandert van paars naar donkergroen.

Voer de titratie in triplo uit.

Noteer de begin- en eindstanden van de buret op antwoordblad 2.

Bereken het aantal mol kristalwater in $\text{CuCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

Noteer je berekening ook op antwoordblad 2.

Antwoordblad 2:

naam:

massa $\text{CuCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$:

	titratie 1	titratie 2	titratie 3
beginstand buret	mL	mL	mL
eindstand buret	mL	mL	mL
volume EDTA-oplossing	mL	mL	mL

aantal mol kristalwater:

berekening:

Practicumonderdeel 3: Identificatie van onbekende stoffen

(6 punten)

In 7 genummerde reageerbuizen (rb.) zitten verschillende vaste stoffen.

Het zijn:

- KI
- KNO₃
- KOH
- Fe(SO₄).7H₂O
- Fe(NO₃)₃.9H₂O
- CoCl₂
- CuSO₄.5H₂O

Door de stoffen op te lossen kan je door de oplossingen te combineren onderscheid maken tussen de verschillende stoffen. Ook de kleur zegt vaak al iets.

Schrijf op antwoordblad 3 achter elke stof in welk buisje jij vindt dat deze stof zit en geef een toelichting. Dit kan bijvoorbeeld een reactievergelijking zijn, of een opmerking over de kleur.

Je krijgt de stoffen maar 1 keer, dus bedenk goed wat je gaat doen.

Antwoordblad 3:

naam:

stof	nr. rb.	beredening:
KI		
KNO ₃		
KOH		
Fe(SO ₄).7H ₂ O		
Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O		
CoCl ₂		
CuSO ₄ .5H ₂ O		

Periodiek systeem met relatieve atomaire massa's

1											18						
1 H 1.008											2 He 4.003						
3 Li 6.94	4 Be 9.01											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.30	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.64	33 As 74.92	34 Se 78.96	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.96	43 Tc -	44 Ru 101.07	45 Rh 102.91	46 Pd 106.42	47 Ag 107.87	48 Cd 112.41	49 In 114.82	50 Sn 118.71	51 Sb 121.76	52 Te 127.60	53 I 126.90	54 Xe 131.29
55 Cs 132.91	56 Ba 137.33	57-71	72 Hf 178.49	73 Ta 180.95	74 W 183.84	75 Re 186.21	76 Os 190.23	77 Ir 192.22	78 Pt 195.08	79 Au 196.97	80 Hg 200.59	81 Tl 204.38	82 Pb 207.2	83 Bi 208.98	84 Po -	85 At -	86 Rn -
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -							

57 La 138.91	58 Ce 140.12	59 Pr 140.91	60 Nd 144.24	61 Pm -	62 Sm 150.36	63 Eu 151.96	64 Gd 157.25	65 Tb 158.93	66 Dy 162.50	67 Ho 164.93	68 Er 167.26	69 Tm 168.93	70 Yb 173.05	71 Lu 174.97
89 Ac -	90 Th 232.04	91 Pa 231.04	92 U 238.03	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -

Beoordeling:

1 Synthese:

Maximumscore 12 punten

Vragen:

Antwoord vraag 1:	(0,5 punt)
Antwoord vraag 2:	(0,5 punt)
Correcte berekening rendement:	(0,5 punt)
Correcte berekening R_f	(0,5 punt)

Opbrengst:

(1 tot 4 punten)

Wordt bepaald in een van tevoren gewogen monsterpotje.

Zuiverheid:

TLC	(1 punt)
Smeltpunt	(2 punten)
IR (MeOH)	(1 punt)
kleur/vorm van de kristallen	(2 punten)

Wordt na afloop onderling vergeleken.

2 Analyse:

Maximumscore 12 punten.

Triplo consistent:	(4 punten) (alleen als x correct is)
Berekening correct	(3 punten)
Nauwkeurigheid:	(5 punten)

Voor de nauwkeurigheid wordt de gemiddelde uitkomst als basis voor de waardering genomen.

3 Onderscheiden:

Maximumscore 6 punten

Correcte toekenning alle 7	(3 punten)
Foute toekenning	(-0,5 punt)
Correcte redenering alle 7	(3 punten)
Fout in redenering	(-0,5 punt)

Benodigdheden:

Synthese:	Titratie	Buisjes
statief (groot)	monster in potje	rekje met 7 buizen
roerder/verwarmer	bekerglas 100 mL (laag)	gevuld plus 3 lege
man+klem 2×	trechter	
ondiepe pan en diepe pan	maatkolf 250 mL	
100 mL bekerglas (hoog)	sputfles demi	
thermometer	pipet 25 mL	
roermagneetje	25 mL NH ₃ gec., erlenm.	
12 mL zwavelzuur	indicatoroplossing	
50 mL methanol in erlenmeyer	EDTA 0,01 M	
methylbenzoaat 6,5 g in potje	buret	
opbrengspotje (nr)	statief (klein)	
nitreerzuur, 8 mL in maatcilinder		
10 mL		
pipetjes		
spatels		
TLC plaatje		
ontwikkelvat		
eluens		
capillair		
250 mL bekerglas		
büchnertrechter + 250 mL		
filtreerpapiertjes		
maatcil. 50 mL en 25 mL		
UV-lamp		
potloden		