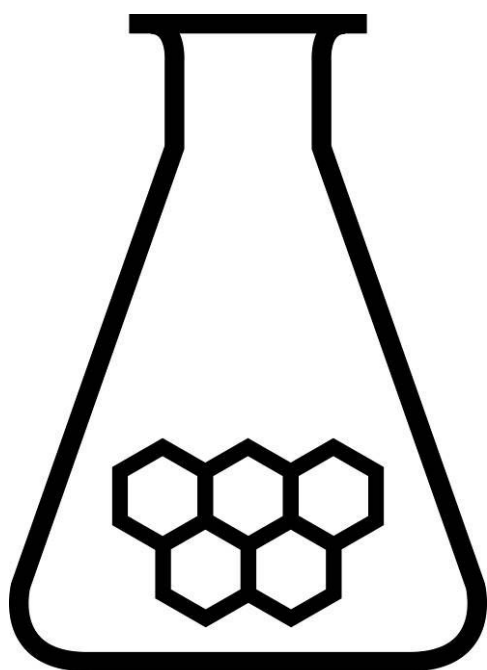


NATIONALE SCHEIKUNDEOLYMPIADE

EINDTOETS PRACTICUM

Universiteit Twente
Enschede

dinsdag 13 juni 2006

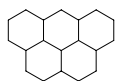


**SCHEIKUNDE
OLYMPIADE**



- Deze eindtoets bestaat uit 3 practicumonderdelen en 3 antwoordbladen
- De toets duurt maximaal 4 klokuren. Binnen deze tijd moeten ook de antwoordbladen ingevuld en ingeleverd zijn
- De maximumscore voor dit practicum bedraagt 40 punten
- Bij elk practicumonderdeel is het maximale aantal punten vermeld
- Je wordt beoordeeld op praktische vaardigheid en veiligheid met maximaal 10 punten
- Vermeld op elk antwoordblad je naam (rechts boven)
- Benodigde hulpmiddelen: rekenapparaat en BINAS 5^e druk (of 4^e druk)
- Begin met het tweede gedeelte (d.m.v. verwarmen) van practicumonderdeel 2. Voer direct daarna practicumonderdeel 1 uit. Probeer vervolgens de overige practicumonderdelen zo goed mogelijk in het geheel in te passen
- Werk snel en efficiënt. Geschatte tijd/aantal punten:

onderdeel	uur	pt
1	1½	12
2	1¼	12
3	1	6



Isomerisatie van dimethylmaleaat naar dimethylfumaraat

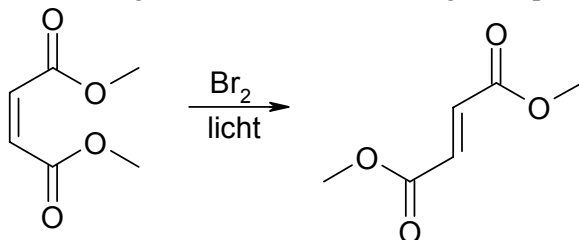
Veiligheid

Broom is giftig en corrosief; broomdampen zijn erg schadelijk. Dichloormethaan kan schadelijk zijn wanneer het ingeslikt, ingeademd of op de huid gekregen wordt. Vermijd contact met broom en dichloormethaan en adem geen dampen in.

Werk in de zuurkast!

Theorie

De dimethylester van 2-buteendizuur komt in twee configuraties voor: de *cis*- en de *trans*-configuratie. De *cis*-configuratie wordt dimethylmaleaat genoemd; de *trans*-configuratie heet dimethylfumaraat. Wanneer aan dimethylmaleaat broom wordt toegevoegd en het mengsel wordt beschenen met licht, zal er een omzetting van de *cis*-configuratie naar de *trans*-configuratie plaats vinden.



De reactie van dimethylmaleaat naar dimethylfumaraat

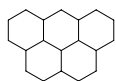
Voorschrift

In een erlenmeyer vind je 2,0 gram dimethylmaleaat. Voeg hieraan enkele druppels 1 M broom in dichloormethaan toe. Ga door met druppelen totdat de bruine kleur blijft. Plaats de erlenmeyer in een 100 mL bekersglas halfvol warm (40 °C) water en zet het geheel in het licht. Verwarm minstens 15 minuten; haal dan de erlenmeyer (met inhoud) weg en koel deze tot de kristallisatie compleet is (gebruik indien nodig ijswater). Verzamel het product door vacuümfiltratie over een büchnertrichter, was het product met een kleine hoeveelheid koud 1:1 ethanol-water mengsel en droog het op het filter door afzuiging.

Lever het product in op een petrischaaltje: de practicumassistent zal het voor je in de stoof zetten, zodat het product kan drogen. Bepaal later de massa van je product.

Vragen

- 1 Waarom is dimethylmaleaat een vloeistof en dimethylfumaraat een vaste stof? ½pt
- 2 Waarom verloopt de reactie naar rechts en reageert het intermediair niet terug naar dimethylmaleaat? 1pt
- 3 Bereken het rendement van de door jou uitgevoerde reactie. Het kan zijn dat dit rendement hoger is dan 100%, omdat er nog water in je product aanwezig is. ½pt



Kwantitatieve bepaling van het kristalwatergehalte in kaliumtrioxalatoferraat.hydraat, $K_3Fe(C_2O_4)_3 \cdot x H_2O$

Veiligheid

Wees voorzichtig met het werken met geconcentreerd zwavelzuur. Voeg altijd geconcentreerd zuur toe aan water en nooit water aan geconcentreerd zuur. Kaliumpermanganaatoplossing heeft een intens paarse kleur, vermijd contact met de oplossing.

Met behulp van een titratie

Weeg ongeveer 150 mg van het kaliumtrioxalatoferraat¹ nauwkeurig² af in een weegschuitje en breng dit kwantitatief over in een 250 mL erlenmeyer.

Zorg dat er minstens 50 mL water in de erlenmeyer zit en voeg 3,5 mL geconcentreerd zwavelzuur toe (pas op voor spatten!) en verdun met water tot ongeveer 100 mL.

Titreer bij een temperatuur van 55-60 °C met 0,02 M $KMnO_4$ tot de paarse kleur net niet meer verdwijnt. Herhaal deze procedure 2 maal.

Met behulp van verwarmen

Het watergehalte kan ook bepaald worden door het meten van gewichtsverschillen voor en na verwarming. Hiertoe moet je ook het gewicht van het petrischaaltje kennen.

Weeg in een petrischaaltje ongeveer 1 g nauwkeurig af en verwarm dit in een droogstoof (vraag een assistent om het in de stoof te zetten) bij een temperatuur van 120 °C gedurende tenminste 2½ uur. Petrischaaltje merken met viltstift. Om 16.30 uur worden alle monsters door de assistent uit de stoof gehaald.

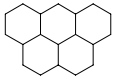
Laat het petrischaaltje afkoelen en weeg het met inhoud nogmaals.

Vragen

- 1 Geef de reactievergelijking die tijdens de titratie optreedt. 1pt
- 2 Bereken het watergehalte van het kaliumtrioxalatoferraat uitgaande van de titratiegegevens. ½pt
- 3 Bereken het watergehalte van het kaliumtrioxalatoferraat uitgaande van het gewichtsverlies na verwarmen. ½pt

¹ Denk erom: dit preparaat is lichtgevoelig!

² Dit betekent dat de exacte hoeveelheid **nauwkeurig** gewogen moet worden, en ongeveer 150 mg moet zijn.



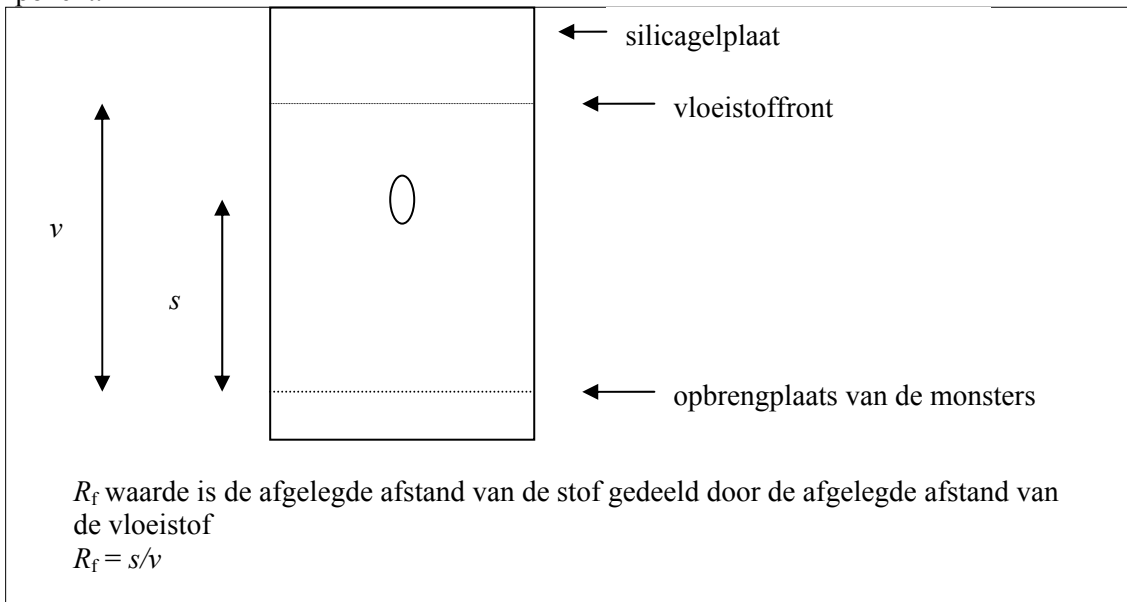
Onderdeel 3.

(6 punten)

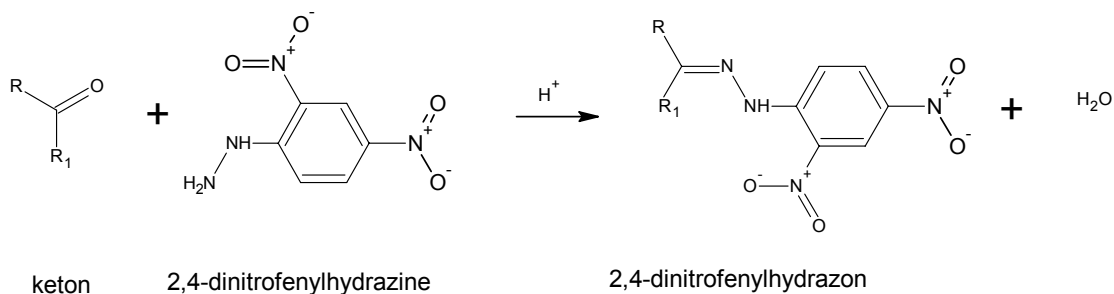
Identificatie van een keton(mengsel) met dunne-laagchromatografie

Inleiding

Bij dit experiment ga je een mengsel van twee onbekende ketonen (verbinding met een C=O) identificeren door gebruik te maken van dunne-laagchromatografie. Dunne-laagchromatografie lijkt veel op papierchromatografie. Ook bij dunne-laagchromatografie onderscheiden we een stationaire fase (plaatje bedekt met een laagje adsorberend poeder) en een mobiele fase (de loopvloeistof). Dunne-laagchromatografie kan zowel gebruikt worden om zuivere stoffen te identificeren, als om de samenstelling van mengsels vast te stellen. Als we een onbekende stof hebben die gelijk is aan een stof uit een beperkte hoeveelheid kan dunne-laagchromatografie uitsluitsel geven. Op de plaat worden dan monsters van de onbekende stof en van de bekende stoffen opgebracht, waarna de plaat met een geschikte loopvloeistof wordt ontwikkeld. Indien de berekende R_f waarden (zie inzet) voor de onbekende stof en voor een van de bekende stoffen overeenkomen, is er sprake van eenzelfde component.



Omdat gekleurde vlekken goed op een dunne-laagplaat te zien zijn, worden de ketonen eerst omgezet in een gekleurd derivaat. We gebruiken daar in dit geval 2,4-dinitrofenylhydrazine voor. Het maken van een derivaat kun je zien als een synthese op kleine schaal, omdat je maar weinig stof nodig hebt voor de dunne-laagscheiding. Van het 2,4-dinitrofenylhydrazine wordt een oplossing gemaakt in ethanol en daaraan wordt zwavelzuur toegevoegd. Na de omzetting van het keton met de oplossing met 2,4-dinitrofenylhydrazine wordt het product afgefilterd en daarna gewassen met water. Het derivaat wordt daarna gezuiverd door herkristallisatie.



Veiligheid

Voer de syntheses uit in de zuurkast. Het dunne-laagexperiment kan gewoon in de labzaal.

Uitvoering

Je krijgt een mengsel van twee ketonen en een viertal bekende ketonen.

Zet eerst de ontwikkeltank klaar. Doe in een jampotje een filtreerpapierje, een deel ligt op de bodem en de randen steken naar boven. De bedoeling is dat de vloeistof erin trekt en doordat er nu een groter oppervlak is, gemakkelijk verdampt. Giet loopvloeistof (dichloormethaan) in het potje tot een hoogte van ongeveer een halve centimeter. Doe de deksel op het potje en zet het weg. Zet op een chromatografieplaatje een dun potloodstreepje op ongeveer 1 cm van de onderkant (de streep moet boven de vloeistof in het jampotje staan nadat het plaatje in het potje is gezet). Markeer op deze lijn met potlood met vijf puntjes de opbrengplaatsen van de stoffen. Houd goed bij welke stof je waar opbrengt.

Zet reageerbuisjes klaar om daar het onbekende ketonmengsel en de bekende methylketonen in te doen. Pas 1 mL van de 2,4-dinitrofenylhydrazine-oplossing af in elke reageerbuis en voeg aan elke buis 1 druppel van een bekende methylketon toe. Houd je een oplossing over, dan kun je die zo gebruiken voor de dunne-laagchromatografie. Ontstaat er een neerslag, laat dit dan bezinken en gebruik de bovenstaande oplossing voor de chromatografie. Indien nodig kun je het monster voor opbrengen op de plaat verdunnen met een beetje dichloormethaan.

Breng met een capillair buisje op je dunne-laagplaat een spot van elk van de oplossingen aan op de gemarkeerde plaatsen. Maak het capillairtje schoon door het in een oplossing van dichloormethaan te dopen en op een filtreerpapierje leeg te laten lopen. Stip tweemaal kort aan om de vlek niet te groot te maken. Als je dat handig lijkt mag je ook zelf gemaakte mengsels op de plaat opbrengen. Ontwikkel de plaat in een ontwikkeltank gebruik makend van dichloormethaan als loopvloeistof. Haal de plaat uit de vloeistof en markeer het vloeistoffront met een potlood zodat je na droging de R_f waarden kunt bepalen.

Vragen

- 1 Lever de plaat in en de berekende R_f waarden. Lever ook je derivaat van het onbekende ketonmengsel in. 2pt
- 2 Welk onbekend ketonmengsel had je? Motiveer je antwoord. 3pt
- 3 De loopvloeistof die je gebruikt hebt, heeft een bepaalde polariteit. Leg uit waarom in dit geval deze loopvloeistof geschikt is (en we bv. beter niet methanol kunnen gebruiken). 1pt

Practicumtoets antwoordblad naam:

onderdeel 1: Isomerisatie van dimethylmaleaat naar dimethylfumaraat 12pt

massa product (voor drogen): 2,0... g	beoordeling preparaat:	Kleur (6pt)
massa product (na drogen): g (4pt)		kristalvorm
	paraaf assistent:	vochtgehalte

Antwoorden bij de vragen:

1 dimethylmaleaat is een vloeistof omdat: ½pt

dimethylfumaraat is een vaste stof omdat:

2 de reactie verloopt naar rechts omdat: 1pt

3 berekening rendement in %: ½pt

m.b.v. titratie:

molariteit KMnO_4 -oplossing:

Paraaf zaalassistent:

mol L^{-1}

inweeg: (g)	1	2	3	
weegschuitje + monster	
weegschuitje	gemiddeld:
monster

titratie mL	1	2	3	
eindstand	
beginstand	gemiddeld:
verbruik

Nauwkeurigheid: 5pt

Reproduceerbaarheid: 2pt

m.b.v. verwarmen:

inweeg: petrischaaltje + monster: g

Paraaf zaalassistent:

petrischaaltje g

massa monster (voor) g

massa monster (na) g (3pt)

Antwoorden bij de vragen:

1 reactievergelijking: 1pt

2 berekening x (kristalwatergehalte) (titratie): ½pt

3 berekening x (verwarmen): ½pt

onderdeel 3: Identificatie van een onbekend keton

6pt

TLC-plaat beoordeling: (1pt) | Paraaf zaalassistent:

Antwoorden bij de vragen:

1 1pt

keton	1	2	3	4	5
v (mm)					
s (mm)					
R_f					

2 Keton(mengsel): 3pt
Motivatie:

3 Deze loopvloeistof is geschikt omdat: 1pt