

PRACTICUM TOETS



**51st — International
Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019**

Making science together!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

MINISTÈRE
DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR,
DE LA RECHERCHE
ET DE L'INNOVATION

Algemene instructies

- Deze practicumtoets bevat 29 pagina's.
- Als het **Lees-signaal** wordt gegeven krijgt je 15 minuten leestijd voordat je met de experimenten mag beginnen.
Je mag **uitsluitend lezen en niet werken, schrijven of berekeningen uitvoeren** (met of zonder rekenmachine). Doe je dat toch dan word je gediskwalificeerd.
- Je mag pas beginnen als het **“Start”** signaal wordt gegeven.
- Je hebt na de leestijd 5 uur om de practicumtoets uit te voeren en de vragen te beantwoorden.
- Je wordt geadviseerd met opdracht P1 te beginnen, maar uiteraard mag je zelf bepalen in welke volgorde je de opdrachten uitvoert.
- Alle resultaten en antwoorden moeten duidelijk opgeschreven worden in de daarvoor bestemde antwoordboxen. Buiten de antwoordboxen genoteerde antwoorden worden niet beoordeeld.
- Alleen met pen genoteerde antwoorden worden beoordeeld. Gebruik dus niet het potlood of de markeerstift om je antwoorden te noteren. Je mag ook uitsluitend gebruik maken van de verstrekte rekenmachine.
- Als kladpapier kun je de achterzijden van de blaadjes van de practicumtoets gebruiken. **Denk er aan dat je geen antwoorden buiten de daarvoor bestemde antwoordboxen mag schrijven, want die worden niet beoordeeld.**
- Op verzoek kun je de **officiële Engelse versie** van deze practicumtoets ter inzage krijgen.
- Indien je naar het toilet wilt of de practicumzaal moet verlaten om wat te eten of drinken, moet je vooraf toestemming vragen aan de zaalassistent; houd daarvoor de juiste kaart omhoog.
- De schappen boven de labtafel mag je niet gebruiken (vanwege gelijke werkplekken voor alle deelnemers).
- **Je moet de veiligheidsregels van de IChO opvolgen.** Wanneer de zaalassistent constateert dat je de veiligheidsregels van de IChO overtreedt, krijg je een **éénmalige waarschuwing**. Iedere volgende overtreding van de IChO veiligheidsregels leidt onherroepelijk tot verwijdering van de practicumzaal en diskwalificatie van de practicumtoets en een score van nul punten voor de gehele practicumtoets.
- Chemicaliën en andere benodigdheden worden in principe niet aangevuld of vervangen, tenzij anders aangegeven. Bij wijze van uitzondering wordt bij de eerste keer dat je extra chemicaliën of materiaal nodig hebt dit zonder strafpunten verstrekt. Bij ieder volgend verzoek wordt per keer 1 punt afgetrokken van de maximaal beschikbare 40 punten voor de practicumtoets.
- De zaalassistent geeft aan wanneer er nog 30 minuten werktijd beschikbaar is voordat het **“Stop”** signaal gegeven wordt.
- Wanneer je niet binnen **één minuut** nadat het **“Stop”** signaal gegeven is daadwerkelijk bent gestopt met werken en/of schrijven, leidt dat onherroepelijk tot je diskwalificatie van de practicumtoets.
- Nadat het **“Stop”** signaal gegeven is, komt de zaalassistent naar je toe om je antwoordbladen af te tekenen.
- Nadat zowel de zaalassistent als jij de antwoordbladen afgetekend hebben, stop je de antwoordbladen, samen met de TLC-plaatjes en producten in de examenenvelop om te laten beoordelen.

Labregels en veiligheid

- Je moet een labjas dragen en deze helemaal sluiten. Je moet 'dichte' schoenen dragen.
- Op de labzaal is het dragen van een veiligheidsbril of je eigen bril verplicht (draag geen contactlenzen).
- Je mag niet eten of drinken in de labzaal. Ook kauwgum is verboden.
- Je mag alleen werken binnen de jou toegewezen ruimte. Houd deze ruimte opgeruimd. Als je gebruik maakt van gemeenschappelijke apparatuur en/of een gemeenschappelijke werkplek moet je die na gebruik schoon achterlaten.
- Je mag absoluut geen andere experimenten uitvoeren dan die beschreven zijn. Ook eigen modificaties daarvan zijn niet toegestaan.
- Je mag niet met de mond pipetteren, gebruik voor het pipetteren altijd de pipetteerballon.
- Als je per ongeluk knoeit of glaswerk stuk maakt, ruim dit dan onmiddellijk op. Houd de labtafel en de vloer schoon.
- Alle afval moet op de juiste wijze verwijderd worden om contaminatie en verwondingen te voorkomen. Niet schadelijk wateroplosbaar labafval mag door de gootsteen gespoeld worden. Al het andere labafval moet in de daarvoor bestemde afsluitbare containers gedeponeerd worden.

Fysische constanten en formules

Bij de opdrachten in deze practicumtoets mag je er van uit gaan dat de activiteiten van alle in water opgeloste deeltjes gelijkgesteld (kunnen) worden aan hun concentraties uitgedrukt in mol L⁻¹.

Verder is overal ter vereenvoudiging de standaardconcentratie $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ weggelaten.

constante van Avogadro

$$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

gasconstante

$$R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

standaarddruk

$$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

atmosferische druk

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1,013 \text{ bar} = 1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

nulpunt van de celcius-schaal (0 °C)

$$273,15 \text{ K}$$

constante van Faraday

$$F = 9,649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

watt

$$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$$

kilowatt uur

$$1 \text{ kWh} = 3,6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

constante van Planck

$$h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

lichtsnelheid in vacuum

$$c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

elementair ladingsquantum

$$e = 1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

elektrisch vermogen

$$P = U \times I$$

vermogens rendement

$$\eta = P_{\text{nuttig(effectief)}} / P_{\text{toegevoegd(max)}}$$

energie van een foton

$$E = hc/\lambda$$

algemene gaswet

$$pV = nRT$$

gibbs vrije energie

$$G = H - TS$$

$$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$$

$$\Delta_r G^\circ = -z F E_{\text{cell}}^\circ$$

$$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$$

concentratiebreuk Q voor de reactie

$a \text{ A(aq)} + b \text{ B(aq)} \rightleftharpoons c \text{ C(aq)} + d \text{ D(aq)}$:

$$Q = \frac{[\text{C}]^c [\text{D}]^d}{[\text{A}]^a [\text{B}]^b}$$

bufferformule (vergelijking van Henderson–Hasselbalch)

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{[\text{A}^-]}{[\text{AH}]}$$

vergelijking van Nernst–Peterson

$$E = E^\circ + \frac{RT}{zF} \ln \frac{[\text{OX}]}{[\text{RED}]}$$

$$\text{bij } T = 298 \text{ K, } \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0,059 \text{ V}$$

$$A = \epsilon lc \text{ (} A = \text{absorbance) of}$$

$$E = \epsilon lc \text{ (} E = \text{extinctie)}$$

wet van Lambert–Beer

reactiesnelheid:

- nulde (0^e) orde

$$[\text{A}] = [\text{A}]_0 - kt$$

- eerste (1^e) orde

$$\ln[\text{A}] = \ln[\text{A}]_0 - kt$$

- tweede (2^e) orde

$$1/[\text{A}] = 1/[\text{A}]_0 + kt$$

halfwaardetijd bij een eerste orde reactie:

$$t_{1/2} = (\ln 2)/k$$

getalgemiddelde molecuulmassa M_n

$$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$$

gewichtsgemiddelde molecuulmassa M_w

$$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$$

Polydispersiteit I_p :

$$I_p = \frac{M_w}{M_n}$$

Opmerking

De eenheid van (molaire) concentratie of molariteit is “M” of “mol L⁻¹”.

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ } \mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$$

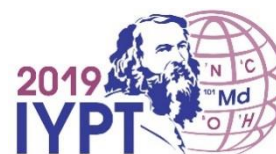
Periodiek Systeem van de Elementen																	
1 1A																	18 18B
1 H 1,008	2 He 4,003																
3 Li 6,941	4 Be 9,012																
11 Na 22,99	12 Mg 24,31	13 Al 26,98	14 Si 28,09	15 P 30,97	16 S 32,06	17 Cl 35,45	18 Ar 39,95										
19 K 39,10	20 Ca 40,08	21 Sc 44,96	22 Ti 47,87	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 78,97	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 95,95	43 Tc (98)	44 Ru 101,1	45 Rh 102,9	46 Pd 106,4	47 Ag 107,9	48 Cd 112,4	49 In 114,8	50 Sn 118,7	51 Sb 121,8	52 Te 127,6	53 I 126,9	54 Xe 131,3
55 Cs 132,9	56 Ba 137,3	57 La 138,9	72 Hf 178,5	73 Ta 180,9	74 W 183,8	75 Re 186,2	76 Os 190,2	77 Ir 192,2	78 Pt 195,1	79 Au 197,0	80 Hg 200,6	81 Tl 204,4	82 Pb 207,2	83 Bi 209,0	84 Po (209)	85 At (210)	86 Rn (222)
87 Fr (223)	88 Ra (226)	89 Ac (227)	104 Rf (261)	105 Db (262)	106 Sg (263)	107 Bh (262)	108 Hs (265)	109 Mt (266)	110 Ds (281)	111 Rg (272)	112 Cn (285)	113 Nh (286)	114 Fl (289)	115 Mc (289)	116 Lv (293)	117 Ts (294)	118 Og (294)

Lanthaniden

58 Ce 140,1	59 Pr 140,9	60 Nd 144,2	61 Pm (145)	62 Sm 150,4	63 Eu 152,0	64 Gd 157,3	65 Tb 158,9	66 Dy 162,5	67 Ho 164,9	68 Er 167,3	69 Tm 168,9	70 Yb 173,0	71 Lu 175,0
--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------

Actiniden

90 Th 232,0	91 Pa 231,0	92 U 238,0	93 Np (237)	94 Pu (244)	95 Am (243)	96 Cm (247)	97 Bk (247)	98 Cf (251)	99 Es (252)	100 Fm (257)	101 Md (258)	102 No (259)	103 Lr (262)
--------------------------	--------------------------	-------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------



Definities van GHS-veiligheidszinnen

De GHS-veiligheidszinnen (H-zinnen) betrokken bij de materialen en chemicaliën die bij deze practicumtoets gebruikt worden. De betekenis is als volgt.

Gevarenaanduidingen voor materiële gevaren

- H225 Licht ontvlambare vloeistof en damp.
- H226 Ontvlambare vloeistof en damp.
- H228 Ontvlambare vaste stof.
- H271 Kan brand of ontploffingen veroorzaken; sterk oxiderend.
- H272 Kan brand bevorderen; oxiderend.
- H290 Kan bijtend zijn voor metalen.

Gevarenaanduidingen voor gezondheidsgevaren H301 Toxic if swallowed.

- H302 Schadelijk bij inslikken.
- H304 Kan dodelijk zijn als de stof bij inslikken in de luchtwegen terechtkomt.
- H311 Giftig bij contact met de huid.
- H312 Schadelijk bij contact met de huid.
- H314 Veroorzaakt ernstige brandwonden en oogletsel.
- H315 Veroorzaakt huidirritatie.
- H317 Kan een allergische huidreactie veroorzaken.
- H318 Veroorzaakt ernstig oogletsel.
- H319 Veroorzaakt ernstige oogirritatie.
- H331 Giftig bij inademen.
- H332 Schadelijk bij inademen.
- H333 Kan schadelijk zijn bij inademen.
- H334 Kan bij inademing allergie- of astmasymptomen of ademhalingsmoeilijkheden veroorzaken.
- H335 Kan irritatie van de luchtwegen veroorzaken.
- H336 Kan slaperigheid of duizeligheid veroorzaken.
- H351 Verdacht van het veroorzaken van kanker.
- H361 Kan mogelijk de vruchtbaarheid of het ongeboren kind schaden.
- H371 Kan schade aan organen veroorzaken.
- H372 Veroorzaakt schade aan organen bij langdurige of herhaalde blootstelling.
- H373 Kan schade aan organen veroorzaken bij langdurige of herhaalde blootstelling.

Gevarenaanduidingen voor milieugevaren

- H400 Zeer giftig voor in het water levende organismen.
- H402 Schadelijk voor in het water levende organismen.
- H410 Zeer giftig voor in het water levende organismen, met langdurige gevolgen.
- H411 Giftig voor in het water levende organismen, met langdurige gevolgen
- H412 Schadelijk voor in het water levende organismen, met langdurige gevolgen.

Chemicaliën

Voor alle opdrachten

Chemicaliën	met label	GHS veiligheidszinnen
Demiwater in: - spuitfles (labtafel) - plastic fles (labtafel) - plastic vat (zuurkast)	Deionized Water	Niet schadelijk
Ethanol, in spuitfles	Ethanol	H225, H319
Monster van witte wijn, 300 mL in amber kleurig plastic flesje	Wine sample	H225, H319

Voor opdracht P1

Chemicaliën	met label	GHS-veiligheidszinnen
4-nitrobenzaldehyde, 1,51 g in geelbruin flesje	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Loopvloeistof A, 20 mL in glazen flesje	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Loopvloeistof B, 20 mL in glazen flesje	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (kalium peroxomonosulfaat zout); 7,87 g in plastic fles	Oxone[®]	H314
Sample van 4-nitrobenzaldehyde voor TLC	TLC standard	H317, H319

Voor opdracht P2

Chemicaliën	met label	GHS-veiligheidszinnen
1 M kaliumthiocyanaatoplossing, 20 mL in een plastic fles	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M kaliumthiocyanaat oplossing, 60 mL in plastic fles	KSCN 0.00200 M	Niet schadelijk
1 M perchloorzuuroplossing, 10 mL in plastic fles	HClO₄	H290, H315, H319
0,00200 M ijzer(III)oplossing, 80 mL in plastic fles	Fe(III) 0.00200 M	Niet schadelijk
0,000200 M ijzer(III)oplossing, 80 mL in plastic fles	Fe(III) 0.000200 M	Niet schadelijk
0,3% waterstofperoxide oplossing, 3 mL in bruine glazen fles	H₂O₂	Niet schadelijk

Voor opdracht P3

Chemicaliën	met label	GHS-veiligheidszinnen
0,01 M joodoplossing, 200 mL in bruine plastic fles	I₂	H372
0,03 M natriumthiosulfaatoplossing, 200 mL in plastic fles	Na₂S₂O₃	Niet schadelijk
1 M NaOH oplossing, 55 mL in plastic fles	NaOH	H290, H314
2,5 M zwavelzuuroplossing, 80 mL in plastic fles	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M kaliumjodide-oplossing, 25 mL in plastic fles	KI	H372
kaliumjodaat, ongeveer 100 mg (exacte massa staat op het label), in glazen flesje	KIO₃	H272, H315, H319, H335
zetmeeloplossing, 25 mL in plastic fles	Starch	Niet schadelijk

**Apparatuur
Voor alle opdrachten**

Apparatuur voor eigen gebruik	Hoeveelheid
Pipetteerballon	1
Veiligheidsbril	1
1 L plastic fles voor organisch afval, met label “ Organic waste ”	1
Papieren doekjes	15 stuks
Schoonmaak papiertjes/doekjes	30 stuks
Spatel (groot)	1
Spatel (klein)	1
Stopwatch	1
Potlood	1
Gum	1
Zwarte pen	1
Viltstift voor glaswerk	1
Liniaal	1

Apparatuur voor gemeenschappelijk gebruik	Hoeveelheid
UV lamp voor TLC visualisatie	2 per lab
Colorimeter	5 per lab
Handschoenen	Alle maten (S, M, L, XL) verkrijgbaar op verzoek aan de zaalassistent
IJsbad	1 per lab

Voor opdracht P1

Voor eigen gebruik	Aantal
Statief met:	1
- Kleine klem	2
- Grote klem	1
Erlenmeyer met slijpstuk, 100 mL	1
Erlenmeyer met slijpstuk, 50 mL	1
Refluxkoeler	1
Verwarmplaat en roerder	1
Kristallisatieschaal	1
Magneetroerder (=vlo)	1
Afzuigerlenmeyer	1
Büchnertrechter met rubber ring	1
Hersluitbaar zakje met 3 filtreerpapiertjes	1
Petrischaaltje	1
TLC ontwikkelkamer, gelabeld “ TLC elution chamber ”	1
Hersluitbaar zakje met 3 TLC platen (met fluorescentie indicator), gelabeld met Studentcode	1
TLC capillairen (in de petrischaal)	4
Plastic pincet	1
Glazen roerstaaf	1
Maatcilinder, 25 mL	1
Bekerglas, 150 mL	2

Plastic vastestoftrechter	1
Wegwerp plastic pipetten	2
Geelbruin flesje voor TLC sample, 1,5 mL, met dopje, gelabeld C en R	2
Een reeds gewogen geelbruin flesje, 10 mL, met dopje, gelabeld met Studentcode	1
Magneetstaaf om je magneetroerder terug te halen	1

Voor opdracht P2

Voor eigen gebruik	Aantal
Volumepipet, 10 mL	1
Maatpipet (met schaalverdeling), 10 mL	3
Maatpipet (met schaalverdeling), 5 mL	3
Reageerbuisrek	1
Reageerbuis	15
Rubberen stop voor reageerbuis	7
Cuvet (voor colorimeter), weglengte 1,0 cm	2
Bekerglas, 100 mL	2
Plastic pasteurpipet met schaalverdeling	15

Voor opdracht P3

Voor eigen gebruik	Aantal
Statief met buretklem	1
Buret, 25 mL	1
Glazen trechter	1
Erlenmeyer, 100 mL	3
Erlenmeyer, 250 mL	3
Bekerglas, 150 mL	1
Bekerglas, 100 mL	2
Maatkolf, 100 mL, met stop	1
Volumepipet, 50 mL	1
Volumepipet, 25 mL	1
Volumepipet, 20 mL	1
Maatcilinder, 25 mL	1
Maatcilinder, 10 mL	1
Maatcilinder, 5 mL	1
Plastic pasteurpipet met schaalverdeling	3
Parafilm	20 velletjes

Opgave P1 13% van het totaal	Opgave	Opbrengst	Zuiverheid	TLC	P1.1	P1.2	Totaal
	Max score	12	12	8	2	3	37
	Score						

Opgave 1. Het vergroenen van de oxidatiereactie van nitrobenzaldehyde.

Chemici hebben de afgelopen decennia geprobeerd om schadelijke reagentia in oxidatiereacties te vervangen om op deze manier de hoeveelheid schadelijke afvalstoffen te verminderen. In deze opgave is kaliumperoxomonosulfaat gekozen als oxidator omdat er niet-giftige en niet-vervuilende sulfaat-zouten ontstaan. In deze opgave wordt hiervoor Oxone[®] gebruikt. De reactie wordt bovendien in een mengsel van water en alcohol uitgevoerd en dit mengsel wordt als een groen oplosmiddel beschouwd.

Jouw opdracht is om 4-nitrobenzaldehyde te oxideren, het product te herkristalliseren, verschillende TLC loopvloeistoffen te vergelijken en de zuiverheid van het product te bepalen met TLC.

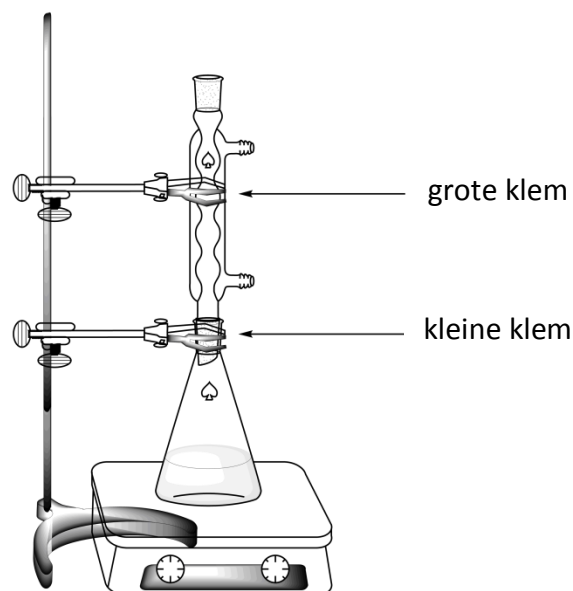
Opmerking: Het afval van de ethanol en de TLC loopvloeistof moeten in de afvalfles met het label “Organic waste” worden gedeponeerd.

Werkwijze

I. Oxidatie van 4-nitrobenzaldehyde

- Meng** 20 mL water met 5 mL ethanol.
- Doe** de staafmagneetje (=vlo) in de 100 mL erlenmeyer met slijpstuk.
- Breng** de reeds afgewogen 1,51 g 4-nitrobenzaldehyde over in de erlenmeyer. **Voeg** de volledige hoeveelheid van je gemaakte water/ethanol mengsel toe. **Bevestig** de erlenmeyer in de klem op het statief. **Start het roeren** van het mengsel, en vervolgens **voeg** je de reeds afgewogen 7,87 g Oxone[®] toe.
- Maak de grote klem los en **bevestig** de refluxkoeler op de erlenmeyer en zorg dat de slijpstukken goed passen (zie figuur 1). **Houd** je HELP kaart ophoog. Een zaalassistent zal komen om het water en de verwarmingsplaat aan te zetten.

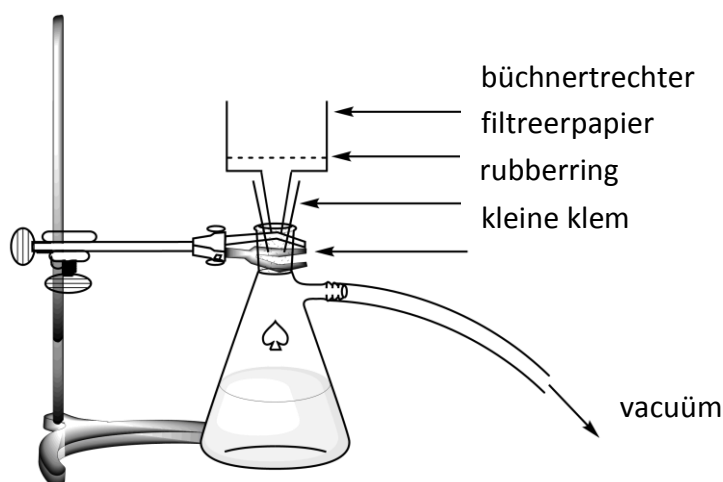
5. **Verwarm** het reactiemengsel met een milde reflux (dat betekent 1 refluxdruppel per seconde) gedurende 45 minuten. De markering op de verwarmingsplaat geeft de juiste stand aan om een milde reflux te verkrijgen.



Figuur 1. Opstelling voor het verwarmen met reflux van het reactiemengsel

6. Vervolgens **zet je** de roerder en de verwarmingsplaat uit. **Verwijder** de verwarmingsplaat en **laat** het reactiemengsel gedurende 10 minuten afkoelen. **Plaats** dan de erlenmeyer in de kristallisatieschaal die gevuld is met een ijswater mengsel. **Laat** de opstelling gedurende 10 minuten staan.

7. **Bouw** de vacuümfiltratieopstelling met een büchnertrechter, een filtreerpapier en een afzuigerlenmeyer die met een kleine klem aan het statief is bevestigd volgens figuur 2. **Houd** je HELP kaart ophoog. Een zaalassistent zal komen om te laten zien hoe de afzuigerlenmeyer aan de vacuümapparatuur moet worden bevestigd.



Figuur 2. Opstelling voor vacuümfiltratie

8. **Bevochtig** het filtreerpapier met water en **zorg ervoor** dat het filtreerpapier alle gaatjes van de büchnertrechter afdekt.

9. **Schenk** de suspensie van je ruwe product in de büchnertrechter en **zet** het vacuüm **aan**. **Was** de vaste stof grondig met demiwater (ten minste 4×20 mL).

10. **Laat** de vacuümopstelling gedurende 5 minuten draaien met de vaste stof op het filtreerpapier zodat het product wordt voorgedroogd. **Koppel** de vacuümopstelling los. **Gebruik** de kleine spatel om een klein beetje van je product in de 1,5 mL geelbruin flesje gelabeld **labeled C** te brengen. **Sluit** het flesje en **bewaar** het voor deel III.
11. **Breng** de rest van de vaste stof over in de 50 mL erlenmeyer met slijpstuk.
12. **Breng** het filtraat over in de afvalfles gelabeld “Organic waste” en **spoel** zowel de afzuigerlenmeyer als de büchnertrechter met ethanol en met water. **Gebruik** de “Organic waste” afvalfles om al je ethanolafval in te deponeren.

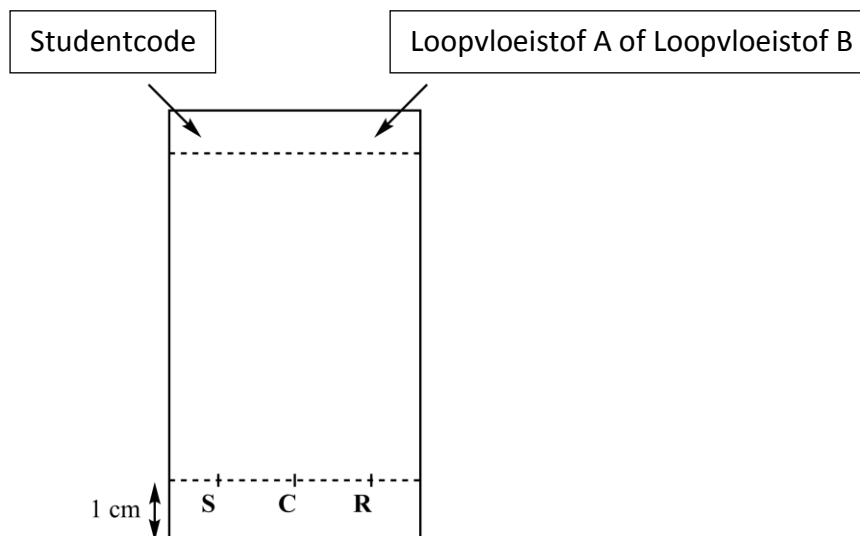
II. Herkristallisatie van het product

1. **Meng** 9 mL water met 21 mL ethanol.
2. **Voer** de herkristallisatie van het ruwe product met de 50 mL erlenmeyer met slijpstuk uit met de juiste hoeveelheid water/ethanol mengsel, en gebruik dezelfde refluxverwarmopstelling als weergegeven in Figuur 1. **Houd** je HELP kaart omhoog. Een zaalassistent zal komen om het water en de verwarmingsplaat aan te zetten. **Voeg** indien noodzakelijk het mengsel via de bovenkant van de refluxkoeler toe.
3. Als het product is uitgekristalliseerd, **gebruik** je dezelfde procedure zoals eerder beschreven (I.7 tot I.10) om de vaste stof te verzamelen. **Gebruik** de kleine spatel om een klein beetje van je product in het 1,5 mL geelbruin flesje gelabeld **labeled R** te brengen. **Sluit** het flesje en **bewaar** het voor deel III.
4. **Breng** je gezuiverde vaste stof over in het reeds gewogen flesje gelabeld met je Studentcode. **Sluit** het flesje.
5. **Breng** het filtraatafval over in de afvalfles gelabeld “Organic waste” en houd je HELP kaart omhoog. Een zaalassistent zal komen om het water van de refluxkoeler uit te zetten

III. TLC analyse

1. **Maak de ontwikkelkamer klaar: Breng** loopvloeistof A (ongeveer 0,5 cm hoog) over in de ontwikkelkamer. Dek de ontwikkelkamer af met een petrischaaltje. **Wacht** totdat de loopvloeistof de atmosfeer in de ontwikkelkamer heeft verzadigd.
2. **Maak je samples klaar:**. Je hebt een sample gekregen van 4-nitrobenzaldehyde in een geelbruin flesje gelabeld **TLC standard** (label **S** op de TLC plaat). Je hebt een klein beetje van je ruwe product bewaard (geelbruin flesje **C**) en van je geherkristalliseerd product (geelbruin flesje **R**). **Voeg** ongeveer 1 mL ethanol toe aan elk geelbruin flesje om de vaste stof op te lossen.

3. **Prepareren van de TLC plaat:** **Teken** voorzichtig met een potlood de startlijn (1 cm boven de onderkant van de plaat) en **markeer** de plaats waar je de drie samples gaat aanbrengen. **Label** de posities met **S** (startmateriaal), **C** (ruw product) en **R** (geherkristalliseerd product), zoals weergegeven in Figuur 3. Linksboven op de TLC plaat **schrijf** je jouw **Studentcode**. Rechtsboven op de TLC plaat **schrijf** je de loopvloeistof die je hebt gebruikt (eerst **Loopvloeistof A**, vervolgens **Loopvloeistof B**). **Breng** de drie samples met een capillair aan op de TLC plaat.



Figuur 3. Prepareren van de TLC plaat

4. **Uitvoeren van de TLC analyse:** **Breng** de TLC plaat met een pincet over in de ontwikkelkamer en **dek** de ontwikkelkamer af met een petrischaaltje. **Laat** de loopvloeistof **lopen** tot ongeveer 1 cm onder de top van de TLC plaat. **Verwijder** de TLC plaat met een pincet en markeer het vloeistoffront met een potlood en laat de TLC plaat vervolgens drogen.
5. **Zichtbaar maken van de TLC plaat:** **Plaats** de TLC plaat onder de UV lamp die op de gezamenlijke tafel staat. **Omcirkel** alle zichtbare vlekken met een potlood.
6. **Breng het loopvloeistofafval over in de afvalfles gelabeld “Organic waste”.**
7. **Herhaal** stappen 1, 3, 4, 5, en 6 met loopvloeistof B.
8. **Berg** je TLC platen op in het hersluitbaar zakje met je Studentcode erop.

Resultaten van jouw TLC analyse (**geef** je TLC resultaten weer in het schema op de volgende bladzijde). Je kan dit schema gebruiken om de vragen te beantwoorden. Je krijgt geen punten voor dit schema.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

Aan het eind van de practicumtoets zal de laboratorium supervisor het volgende komen ophalen:

- Glazen flesje met jouw geherkristalliseerd product gelabeld met jouw **Studentcode**;
- TLC platen A en B in het hersluitbaar zakje met je **Studentcode**.

Ingeleverde artikelen		
Geherkristalliseerd product	☐	
TLC plaat A	☐	
TLC plaat B	☐	
Handtekening	Student	Lab Supervisor

Vragen

1. **Teken** de structuurformule van het organische eindproduct van de reactie van 4-nitrobenzaldehyde met Oxone[®].

2. **Beantwoord** de volgende vragen gebaseerd op je TLC resultaten.

- Welke loopvloeistof is beter om de reactievoortgang te volgen?

☐ **A** ☐ **B**

- Het ruwe product (C) bevat sporen van 4-nitrobenzaldehyde.

☐ **Juist** ☐ **Onjuist**

- Het geherkristalliseerde product (R) bevat sporen van 4-nitrobenzaldehyde.

☐ **Juist** ☐ **Onjuist**

Opdracht P2 14% van het totaal	Vraag	IJklijn	IJzer bepaling	P2.1	P2.2	P2.3	Stoichiometrie bepaling	P2.4	P2.5	Totaal
	Max. score	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Score									

Opdracht P2. De ijzertijd van wijn

IJzer is een element dat van nature aanwezig is in wijn. Wanneer de ijzerconcentratie hoger is dan 10 tot 15 mg per liter, kan de oxidatie van ijzer(II) tot ijzer(III) tot een kwaliteitsverlies leiden door de vorming van neerslagen. Het is daarom noodzakelijk dat het ijzergehalte tijdens de productie van de wijn wordt bepaald.

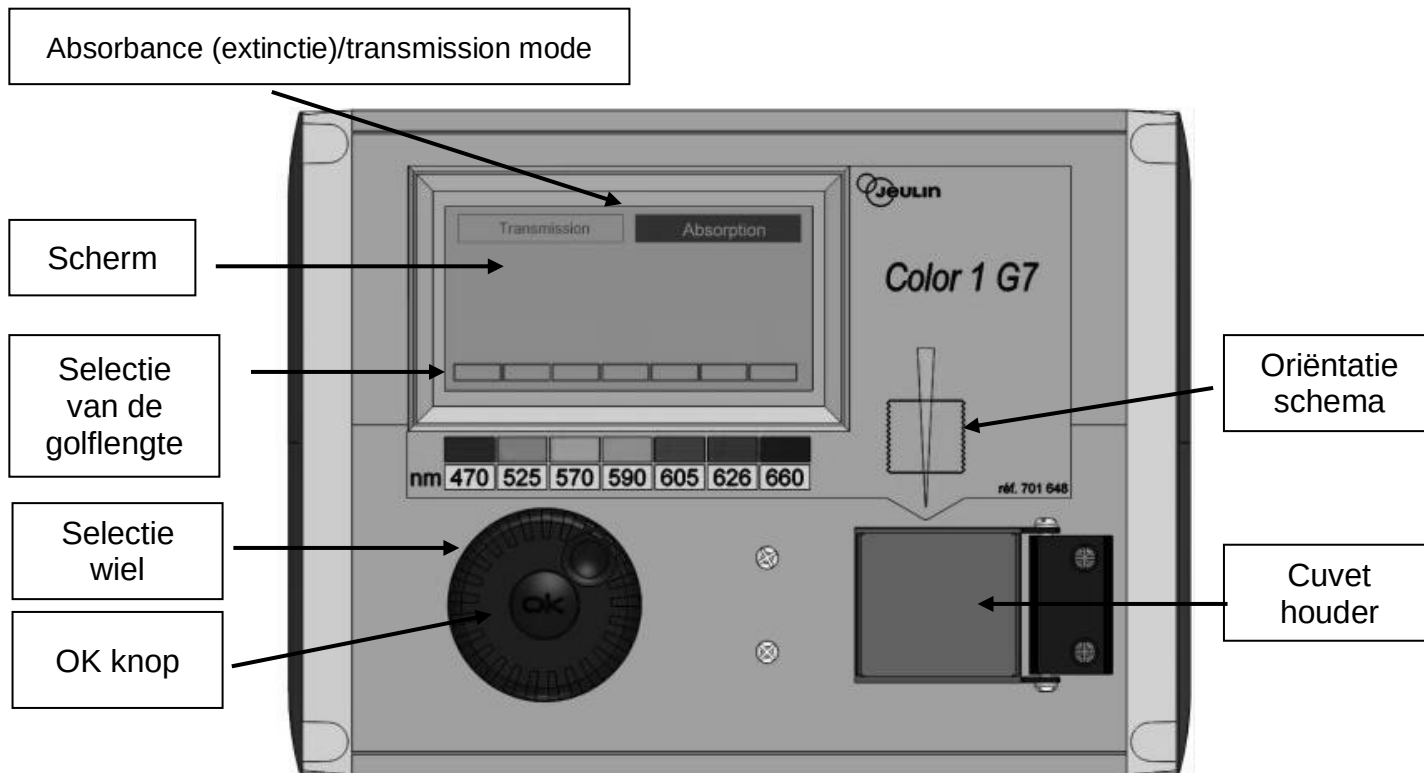
Gezien de zeer lage concentraties van de ijzerdeeltjes wordt het ijzergehalte bepaald via spectrofotometrische metingen door gebruik te maken van een gekleurd complex van ijzer(III) met thiocynaat SCN^- als ligand.

Het is jouw opdracht om de totale ijzerconcentratie in de verstrekte witte wijn spectrofotometrisch te bepalen en ook de stoichiometrie van het thiocynaat-ijzer(III) complex.

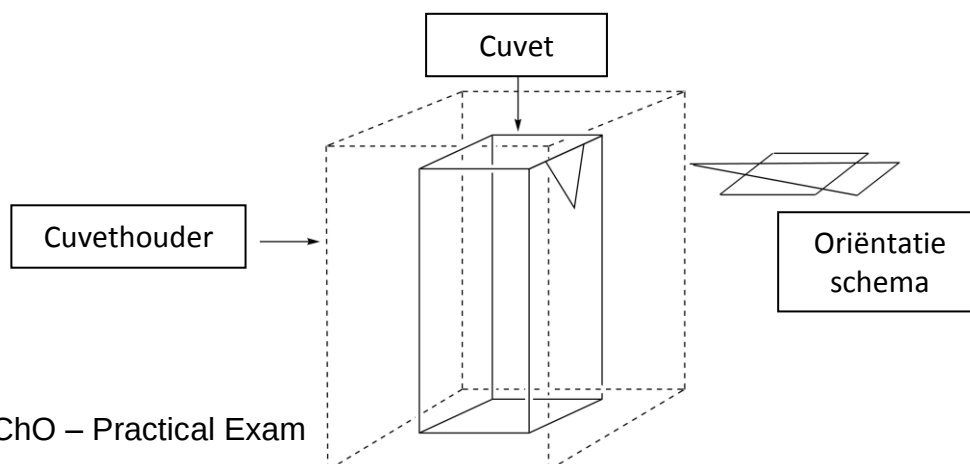
WAARSCHUWING

- Voor deze opdracht zijn twee ijzer(III)oplossingen en twee kaliumthiocyanaatoplossingen met verschillende concentraties beschikbaar. Let op dat je de juiste oplossingen gebruikt.
- Wanneer de oplossingen klaar zijn voor de spectrofotometrische metingen, zorg er dan voor dat de absorbance (= extinctie) binnen het uur na toevoeging van het thiocynaat wordt bepaald.
- Wanneer je een colorimeter wilt gebruiken, steek dan de HELP kaart omhoog. Een zaalassistent zal jou een gelabelde colorimeter geven. Je kan op dat moment maximaal 15 minuten over de colorimeter beschikken. De zaalassistent zal de colorimeter terugnemen wanneer je de metingen hebt beëindigd of wanneer de 15 minuten voorbij zijn. Wanneer er geen colorimeter beschikbaar is, word je op een wachtlijst geplaatst.
- Instructies voor het gebruik van de colorimeter zijn aanwezig op de volgende pagina.
- Je kan voor deze opdracht tot maximaal driemaal gebruik maken van de colorimeter.

Instructies voor het gebruik van de colorimeter



- Steek de kabel van de colorimeter in het stopcontact.
- Controleer of “Absorbance/Absorption” is opgelicht. Als dat niet zo is, draai aan het selectiewiel tot een stippellijn verschijnt rond “Absorbance/Absorption” en druk op de OK knop.
- Draai aan het selectiewiel tot een stippellijn verschijnt bij de gewenste golflengte (470 nm). Druk op de OK knop.
- Vul een cuvet met de blanco-oplossing tot ongeveer 3 cm hoog en plaats deze in de cuvethouder. Let erop dat de cuvet op de juiste wijze wordt gepositioneerd (kijk naar het oriëntatieschema van de colorimeter: de lichtstraal volgt de richting van de gele pijl, zie onderstaande figuur). Duw de cuvet tot beneden en sluit de cuvethouder.
- Draai aan het selectiewiel tot een stippellijn verschijnt rond “Absorbance/Absorption” en druk op de OK knop. Gebruik het selectiewiel om “Calibration” te doen oplichten en druk op de OK knop.
- Wacht tot op het scherm 0.00 (of -0.00) verschijnt.
- Vul een cuvet met de te analyseren oplossing tot ongeveer 3 cm hoog, plaats deze in de cuvethouder en sluit de cuvethouder.
- Lees de waarde voor de absorbance (=extinctie) af.



I. Bepaling van het ijzergehalte in wijn

Voor dit onderdeel heb je de 0,000200 M ijzer(III)oplossing en de 1 M kaliumthiocyanaatoplossing nodig.

Werkwijze

- Vul** 6 reageerbuizen door in elke reageerbuis de vereiste volumes van de verstrekte oplossingen toe te voegen zoals beschreven is in de onderstaande tabel.

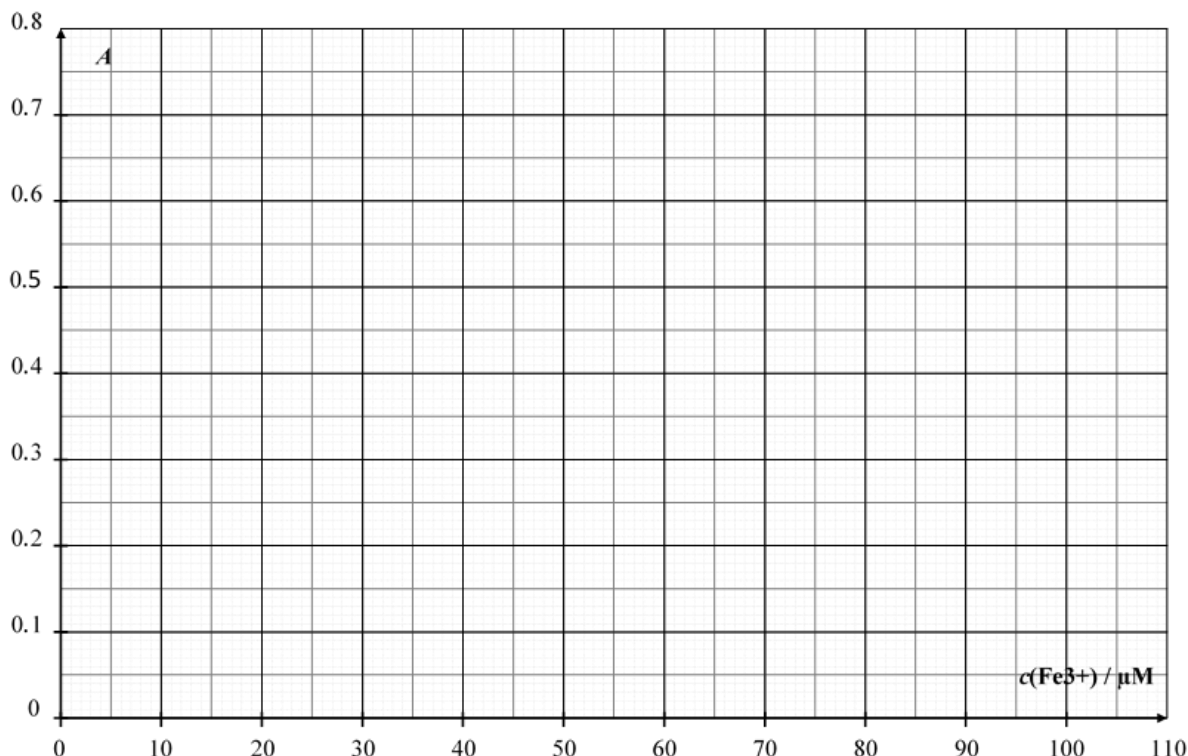
Reageerbuis #	1	2	3	4	5	6
0,000200 M ijzer(III) oplossing	1,0 mL	2,0 mL	4,0 mL	6,0 mL		
1 M perchloorzuur oplossing	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL	1,0 mL
Wijn					10,0 mL	10,0 mL
Waterstofperoxide oplossing					0,5 mL	0,5 mL
Demiwater	9,5 mL	8,5 mL	6,5 mL	4,5 mL		1,0 mL

- Sluit** de reageerbuizen **af** met een rubberen stop en **homogeniseer**.
- Voeg** 1,0 mL 1 M kaliumthiocyanaatoplossing **toe** aan de reageerbuizen **1, 2, 3, 4** en **5**. Voeg dit **niet** toe aan reageerbuis **6**. **Sluit** de reageerbuizen **af** met een rubberen stop en **homogeniseer**.
- Wanneer alle reageerbuizen klaar zijn, **steek** dan je HELP kaart **omhoog** om een colorimeter te krijgen van een zaalassistent.
- Maak** de colorimeter **klaar** voor gebruik via de procedure die eerder is beschreven (zie pagina 18). **Zet** de golflengte op 470 nm. **Gebruik** demiwater voor de blanco-oplossing.
- Noteer** de absorbance (= extinctie) van elke reageerbuis (**1 tot en met 6**) bij deze golflengte. **Noteer** de resultaten in onderstaande tabel. **Steek** je HELP kaart **omhoog** om de colorimeter af te geven.

Reageerbuis #	1	2	3	4	5	6
Absorbance (= extinctie) (bij 470 nm)						
Analytische concentratie van Fe^{3+} in de reageerbuis $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
Code van de colorimeter						

Vragen

1. **Zet** de absorbance (= extinctie) A van de reageerbuizen **1** tot en met **4** **uit** als functie van de analytische concentratie van Fe^{3+} in de reageerbuis.



- Noteer in onderstaande tabel de data die je wilt gebruiken voor het maken van de ijklijn.

Reageerbuis #	1	2	3	4
Waarden voor absorbance (= extinctie) die gebruikt worden voor de ijklijn				

2. **Teken** in bovenstaand diagram een rechte lijn (de ijklijn) door gebruik te maken van bovenstaand diagram en de door jou gekozen data. **Bepaal** vervolgens de analytische concentratie (in $\mu\text{mol L}^{-1}$) van Fe^{3+} in reageerbuis 5.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{reageerbuis 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol L}^{-1}$$

Als je de waarde van $c(\text{Fe}^{3+})$ niet kunt berekenen, gebruik dan $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ voor de verdere berekeningen.

3. **Bereken** het ijzergehalte, in mg per liter, van de onderzochte witte wijn.

$$c_{\text{m}}(\text{ijzer}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mg L}^{-1}$$

II. Bepaling van de stoichiometrie van het complex

Voor dit onderdeel heb je de 0,00200 M ijzer(III)oplossing en de 0,00200 M kaliumthiocyanaatoplossing nodig.

Werkwijze

In deel I van deze opdracht hebben we de kleur van het ijzer(III)-thiocyanaat complex gebruikt om de concentratie van ijzer in wijn te bepalen. In deel II van deze opdracht is het de bedoeling de stoichiometrie van het $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ complex (de coördinatie van water wordt niet getoond) te onderzoeken. In de gebruikt formule zijn a en b zijn gehele getallen en niet groter dan 3.

De volgende waterige oplossingen worden voor dit onderdeel verstrekt:

- 0,00200 M ijzer(III)oplossing (reeds aangezuurd) (80 mL)
- 0,00200 M kaliumthiocyanaatoplossing (80 mL)

Je hebt reageerbuisen (met rubberen stoppen die je kan wassen en drogen), maatpipetten met schaalverdeling, een cuvet (voor de colorimeter), een colorimeter (op verzoek) en ander bruikbaar labmateriaal dat op je werkplek aanwezig is, tot je ter beschikking.

1. **Vul** de eerste drie rijen van onderstaande tabel in met volumes die het jou mogelijk maken de stoichiometrie van het complex via spectrofotometrische metingen te bepalen. *Je hoeft niet alle kolommen in te vullen.* **Bereken** de molfractie van ijzer(III) in elke reageerbuis via volgende formule.

$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

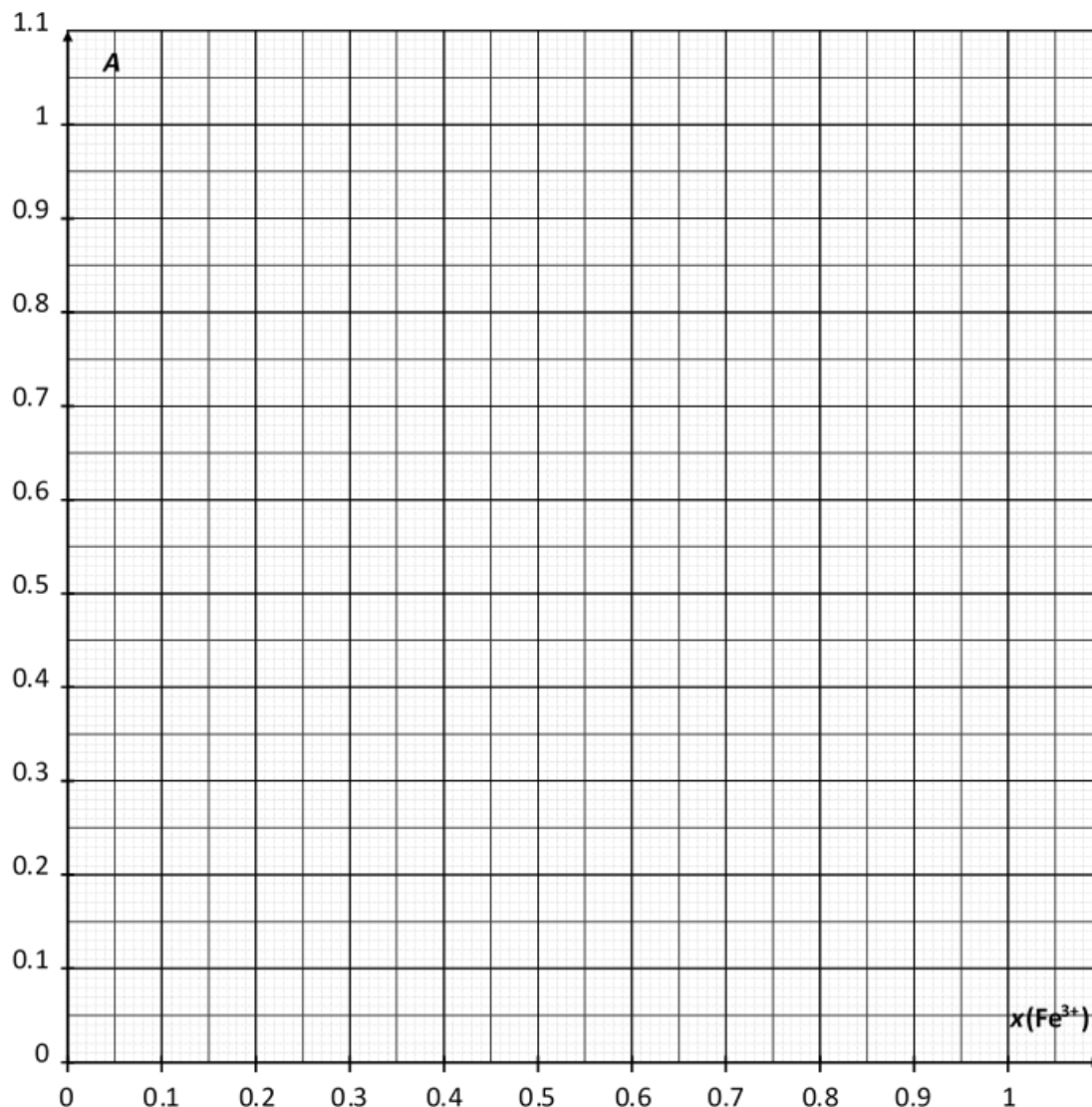
Reageerbuis #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volume 0,00200 M ijzer(III)oplossing $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volume 0,00200 M kaliumthiocyanaat oplossing $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Molfractie van ijzer(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbance (= extinctie) (bij 470 nm)									
Code colorimeter									

2. **Bereid** de door jou gekozen oplossingen in de reageerbuisen. Wanneer die reageerbuisen klaar zijn, **steek** dan je HELP kaart **omhoog** om een colorimeter te krijgen van een zaalassistent.
3. **Maak** de colorimeter klaar voor **gebruik** via de procedure die eerder is beschreven (zie pagina 18). **Zet** de golflengte op 470 nm. **Gebruik** demiwater voor de blanco-oplossing.

4. **Noteer** de absorbance (= extinctie) van elke reageerbuis bij deze golflengte. **Noteer** de resultaten in bovenstaande tabel.

Vragen

4. **Zet** de absorbance (= extinctie) A van de reageerbuizen **uit** als functie van de molfractie van ijzer(III) $x(\text{Fe}^{3+})$.



5. **Bepaal** op basis van de resultaten van de door jou uitgevoerde experimenten de stoichiometrie van het complex $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

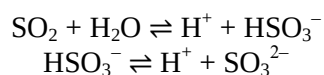
$a = \underline{\hspace{2cm}}$

$b = \underline{\hspace{2cm}}$

Opdracht P3 13% van het totaal	Vraag	Titratie I	Titratie II	Titratie III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Totaal
	Max. score	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Score									

Opdracht P3. Wijn om te bewaren

Zwavel dioxide, SO_2 , wordt gebruikt als conserveermiddel in wijn. Wanneer SO_2 aan wijn wordt toegevoegd, kan het reageren met water tot waterstofsulfietionen, HSO_3^- , en protonen, H^+ . Waterstofsulfiet kan ook worden omgezet tot sulfiet, SO_3^{2-} , door het afstaan van een tweede proton.



Deze drie verschillende vormen van zwavel dioxide in water kunnen reageren met stoffen die in wijn voorkomen, zoals ethanal, kleurstoffen, suikers, enzovoorts. Daarbij worden producten P gevormd. De totale zwavel dioxideconcentratie is de som van de concentratie van de “vrije” vormen (SO_2 , HSO_3^- en SO_3^{2-}) en de producten P.

De concentratie van het conserveermiddel is gereguleerd omdat sulfieten en zwavel dioxide schadelijk kunnen zijn voor sommige mensen. In de EU is het maximum van het totale zwavel dioxidegehalte vastgesteld op 100 mg L^{-1} voor rode wijn en 150 mg L^{-1} voor witte wijn en rosé.

Het is jouw opdracht om de totale zwavel dioxideconcentratie te bepalen van de verstrekte witte wijn door middel van een jodometrische titratie.

Werkwijze

I. Standaardisering van de natriumthiosulfaatoplossing

- Je ontvangt ongeveer 100 mg zuiver kaliumjodaat, KIO_3 . De exacte massa staat op het label van het label van het potje. **Schrijf deze massa op** in de tabel op de volgende bladzijde bovenaan.
- Maak** 100 mL kaliumjodaatoplossing in de 100 mL maatkolf door gebruik te maken van de totale hoeveelheid kaliumjodaat en demiwater. Deze oplossing wordt **S** genoemd.
- Voeg bij elkaar**, in een 100 mL erlenmeyer:
 - 20 mL van oplossing **S**, met een volumepipet;
 - 5 mL kaliumjodide-oplossing ($0,5 \text{ M}$), met een 5 mL maatcilinder;
 - 10 mL zwavelzuuroplossing ($2,5 \text{ M}$), met een 10 mL maatcilinder.
- Zwenk** de erlenmeyer, **sluit hem af** met Parafilm en **plaats** hem gedurende minstens vijf minuten in de kast van je labtafel.
- Vul** de buret met de verstrekte thiosulfaatoplossing, met behulp van een bekeerglas. **Titreer** de inhoud van de erlenmeyer onder constant zwenken. Als de kleur van de vloeistof lichtgeel wordt, **voeg** dan tien druppels zetmeeloplossing **toe** en **ga door met titreren** totdat de oplossing kleurloos wordt. **Noteer** het titratievolume V_1 .
- Herhaal**, zo nodig, de procedure (stappen 3-5).

Massa van kaliumjodaat (neem de waarde van het label over)	
Titratie nummer	V_1 / mL
1	
2	
3	
Gerapporteerde waarde V_1 / mL	

II. Standaardisering van de joodoplossing

1. **Doe** 25 mL van de joodoplossing (gelabeld als I_2) met behulp van een volumepipet in een 100 mL erlenmeyer.
2. **Titreer** de inhoud van de erlenmeyer met de natriumthiosulfaatoplossing. Als de kleur van de vloeistof lichtgeel wordt, **voeg** dan tien druppels zetmeeloplossing **toe** en **ga door met titreren** totdat de oplossing kleurloos wordt. **Noteer** het titratievolume V_2 .
3. **Herhaal**, zo nodig, de procedure (stappen 1-2).

Titratie nummer	V_2 / mL
1	
2	
3	
Gerapporteerde waarde V_2 / mL	

III. Bepaling van de totale hoeveelheid zwaveldioxide

1. **Doe** 50 mL wijn met behulp van een volumepipet in een 250 mL erlenmeyer.
2. **Voeg toe** 12 mL natriumhydroxide-oplossing (1 M), met een 25 mL maatcilinder. **Sluit** de erlenmeyer **af** met Parafilm, **zwenk** de inhoud en laat vervolgens de erlenmeyer gedurende minstens 20 minuten staan.
3. **Voeg toe** 5 mL zwavelzuuroplossing (2,5 M) en ongeveer 2 mL zetmeeloplossing, met behulp van een plastic pasteurpipet met schaalverdeling.
4. **Titreer** de inhoud van de erlenmeyer met de joodoplossing die in de buret zit, totdat een donkere kleur verschijnt en gedurende minstens 15 seconden blijft bestaan. **Noteer** het titratievolume V_3 .
5. **Herhaal**, zo nodig, de procedure (stappen 1-4).

Titratie nummer	V_3 / mL
1	
2	
3	
Gerapporteerde waarde V_3 / mL	

Vragen

1. **Noteer** de reactievergelijkingen van alle reacties die plaatsvinden bij de standaardisering van de natriumthiosulfaatoplossing.

2. **Bereken** de molariteit van de natriumthiosulfaatoplossing. De molaire massa van kaliumjodaat is $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$

Als je $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ niet kunt berekenen, gebruik dan de waarde $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol L}^{-1}$ in het vervolg van deze opdracht.

3. **Bereken** de molariteit van de joodoplossing.

$$c(I_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$$

Als je $c(I_2)$ niet kunt berekenen, gebruik dan de waarde $c(I_2) = 0,00700 \text{ mol L}^{-1}$ in het vervolg van deze opdracht.

4. **Noteer** de reactievergelijking van de reactie tussen jood (I_2) en zwaveldioxide (SO_2). Ga er hierbij vanuit dat zwaveldioxide wordt geoxideerd tot sulfaationen (SO_4^{2-}).

5. **Bereken** het gehalte (c_m), in mg per liter, van de totale hoeveelheid zwaveldioxide in de wijn. De molaire massa van zwaveldioxide is $M(SO_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_m(SO_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

STRAFPUNTEN

Voorval #	Handtekening student	Handtekening Lab supervisor
1 (geen strafpunt)		
2		
3		
4		
5		