



42^e Internationale Chemieolympiade
Tokio, 19-28 juli, 2010
Chemistry: the key to our future

42nd International Chemistry Olympiad Japan, 2010

Practicumtoets Opdrachten



Chemistry : the key to our future

22 juli 2010, Waseda University, Japan

Country	The Netherlands
Name	
Student Code	NLD-S1
Language	Dutch



Instructies

Toetsprocedure

- Je hebt **5 uur** de tijd om de drie onderdelen 1, 2 en 3 van deze practicumtoets uit te voeren. Je kunt de drie onderdelen in een zelf gekozen volgorde uitvoeren.
- Er is voordat de toets begint **15 minuten extra leestijd**.
- **BEGIN NIET** met het praktische werk voordat het signaal **START** is gegeven.
- Wanneer aan het eind van de 5 uur wordt aangekondigd dat je moet stoppen met werken, moet je dat ook onmiddellijk doen. Als je dat niet doet, kan dat ertoe leiden dat je voor dit examen wordt gediskwalificeerd.
- **Blijf op je plek** nadat het stopsein is gegeven. Er komt een surveillant naar je toe om je werkplaats te controleren. Je moet de volgende zaken op je tafel **laten liggen**:
 - ✓ Deze practicumopdrachten (dit setje)
 - ✓ Al je antwoordbladen (het antwoordensetje)
 - ✓ De geselecteerde TLC platen in de hersluitbare plastic zakjes 'A' en 'B' waar je studentcode op staat (uit onderdeel 1).
 - ✓ Je product en het microglasvezel-filtreerblaadje in een petrischaaltje met deksel in een hersluitbaar plastic zakje 'C'.
Zet hierop je studentcode (uit onderdeel 1).
- Je mag de examenzaal pas **verlaten na toestemming van de surveillanten**.

Veiligheid

- **Veiligheid** is uiterst belangrijk in het laboratorium. Houd je aan de **veiligheidsregels** uit de IChO reglementen. In de practicumzaal moet je **altijd** een **veiligheidsbril** en een **laboratoriumjas** dragen. Indien noodzakelijk moet je **veiligheidshandschoenen** dragen.
- Indien je je op een onveilige manier gedraagt, krijg je **één waarschuwing**. Daarna word je verzocht het laboratorium te verlaten. Je mag dan niet meer terugkeren en je krijgt een score van nul punten voor het gehele praktische examen.
- Eten en drinken is in de practicumzaal **NIET** toegestaan.
- Volg in geval van nood de instructies op van je zaalassistenten.

Opmerkingen over de boekjes en de manier van beantwoorden

- Het **vragenboekje** bestaat inclusief de voorpagina uit 20 pagina's.
- Het **antwoordenboekje** bestaat uit 6 pagina's. Haal deze blaadjes niet van elkaar.



- Controleer in het opdrachtnetje je studentcode en schrijf **je naam en studentcode op elk blad van het antwoordboekje**.
- Gebruik alleen de verstrekte pen voor het invullen van de antwoordbladen. Je mag ook de verstrekte liniaal en rekenmachine gebruiken.
Gebruik het verstrekte (vul)potlood alleen voor de experimenten van opdracht 1 en dus niet voor het invullen van de **antwoordbladen**.
- Geef antwoorden en berekeningen alleen **binnen de aangegeven kaders**. Alles buiten de kaders wordt niet beoordeeld. Als je **kladpapier** nodig hebt, kun je daarvoor de achterzijde van de antwoordbladen gebruiken.
- Numerieke antwoorden moeten gegeven worden in het juiste aantal significante cijfers.
- Bewaar je antwoordenboekje in de verstrekte envelop. Neem het boekje er alleen uit als je antwoorden moet opschrijven. Sluit de envelop niet.

Opmerkingen over het examen

- Als je bepaald glaswerk vaker wilt gebruiken tijdens je experimenten dan moet je dit zelf goed schoonmaken. Gebruik daarvoor de dichtstbijzijnde wasbak.
- Wanneer je **vragen** hebt over de opdrachten, of wanneer je een **verfrissing** nodig hebt, of **naar het toilet** moet, neem dan contact op met een surveillant.
- Gebruik de afvalvaten (voorzien van etiket) in de afzuigkast of bij de vensters voor het verwijderen van vloeistoffen en vaste stoffen. Op elk tafelblad staat ook een afvalvat (plastic beker) voor mengsels in water.
Doe de gebruikte glascapillairtjes in een plastic buis met etiket.
- Wanneer je **extra chemicaliën** of **labspullen** nodig hebt, neem dan contact op met een surveillant. Wat je nodig hebt, wordt verstrekt. Het eerste verzoek zal je vergeven worden, maar je verliest voor elke volgende melding **1 punt** van de 40 practicum punten.
Het bijvullen van het spuitflesje met water is altijd toegestaan.
- De officiële Engelstalige versie van dit examen is op verzoek beschikbaar wanneer iets niet duidelijk is.



Periodiek systeem met relatieve atoommassa's

1 H 1.01																	2 He 4.00
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											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 -



Apparatuur en benodigdheden

apparatuur	aantal
voor meer opdrachten (op je tafel of in Box 1):	
20 mL beker om kleine hoeveelheden spoelvloeistof te nemen	1
papier	3
2 mL speentje	1
5 mL speentje	1
pipetrek	1
200 mL plastic beker voor afval	1
pipetteerballon	1
spatel	1
statief	1
100 mL spuitfles	1
500 mL spuitfles	1
voor opdracht 1 (in Box 1, op je tafel of in het pipetrek):	
büchnertrechter met rubberring	1
klem met mof (klemhouder)	1
200 mL erlenmeyer	1
300 mL erlenmeyer	1
diafragma vacuümpomp met slang en verbindingstuk	1
glazen capillairtjes (in een plastic buis)	8
microglasvezel filtreerblaadje in een petrischaaltje met deksel	1
2 mL maatpipet	3
5 mL maatpipet	1
magneetroerder	1
10 mm roervlo	1
22 mm roervlo	1
10 mL maatglas	1
pH-papier (in hersluitbaar plastic zakje)	3
10 mL plastic maatcilinder	1



plastic buis voor gebruikte capillairtjes	1
afzuigkolf	1
10 mL reageerbuis	1
100 mL reageerbuis	1
TLC ontwikkelkamer met deksel	1
TLC-plaatje (in hersluitbaar plastic zakje)	4
pincet	1
hersluitbare plastic zakjes A en B voor bewaren van TLC-plaatje	1 voor elk
hersluitbare plastic zakje C voor bewaren van microglasvezel filtreerblaadje in een petrischaal	1
voor opdracht 2 (in Box 2 op je tafel of in een pipetrek)	
2 mL maatpipet	1
5 mL maatpipet	1
etiket (in hersluitbaar plastic zakje)	4
LED-lampdoosje (in hersluitbaar plastic zak: haal het hier nooit uit!)	1



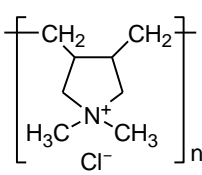
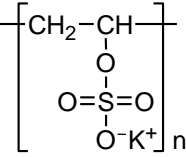
nesslerbuis (met glazen stop afsluitbare buis met schaalverdeling en platte bodem)	5
nesslerbuisrek	1
50 mL maatkolf	2
5 mL volpipet	1
10 mL volpipet	1
voor opdracht 3.1 (in Box 2 of in het pipetrek):	
buret	1
buretklem	1
100 mL erlenmeyer	6
glastrechter (voor het overbrengen van vloeistoffen in de buret)	1
1 mL maatpipet	2
5 mL volpipet	1
10 mL volpipet	1
voor opdracht 3.2 (in Box 2)	
10 mL glazen monsterpotje (in een hersluitbaar plastic zakje)	10
plastic pasteurpipet	1
gedeelde uitrusting	
handschoenen van verschillende maat	
UV-lamp	
tissue	



Chemicaliën op elke tafel

chemicaliën	hoeveelh.	zit in:	R zin	S zin
voor meer opdrachten (in Box 1)				
0,5 mol L ⁻¹ zoutzuur ' 0.5 mol L⁻¹ HCl '	50 mL	plastic fles	—	—
voor opdracht 1 (in Box 1)				
1,4-dihydro-2,6-dimethylpyridine-3,5-dicarbonzuur diethylester ' C₁₃H₁₉NO₄; 1,4-DHP_powder '	1g	potje	36/37/38	26
1,4-DHP voor TLC ' 1,4-DHP_TLC '	3 mg	potje	36/37/38	26
ethanol ' C₂H₅OH '	10 mL	flesje	11	7-16
ethylacetaat ' CH₃COOC₂H₅ '	25 mL	flesje	11-36-66-67	16-26-33
heptaan ' C₇H₁₆ '	20 mL	flesje	11-38-50/ 53-65-67	9-16-29-33- 60-61-62
kaliumjodide ' KI '	150 mg	flesje	—	—
natriummetabisulfiet ' Na₂S₂O₅ '	1 g	flesje	22-31-41	26-39-46
verzadigde natriumwaterstofcarbonaatoplossing ' Sat. NaHCO₃ solution '	25 mL	flesje	—	—
ureum.waterstofperoxide ' CH₄N₂O.H₂O₂; UHP '	1 g	potje	8-34	17-26- 36/37/39-45
voor opdracht 2 (in Box 2)				
monsteroplossing ' Sample solution '	30 mL	plastic fles	—	—
standaard Fe(bpy) ₃ ²⁺ oplossing 1 (met 2,0 mg ijzer in 1 L oplossing) ' Standard Fe(bpy)₃²⁺ solution 1 '	50 mL	plastic fles	—	—
standaard Fe(bpy) ₃ ²⁺ oplossing 2 (met 3,0 mg ijzer in 1 L oplossing) ' Standard Fe(bpy)₃²⁺ solution 2 '	50 mL	plastic fles	—	—



acetaatbufferoplossing (pH 4,6; 1 : 1 mengsel van azijnzuur en natriumacetaat; ' CH₃COOH-CH₃COONa solution '	50 mL	plastic fles	—	—
0,1 mol L ⁻¹ natriummonowaterstoffsfaatoplossing ' 0.1 mol L⁻¹ Na₂HPO₄ '	25 mL	plastic fles	—	—
0,2% (m/v) 2,2'-bipyridine oplossing in water ' 0.2% (w/v) C₁₀N₂H₈ '	25 mL	plastic fles	—	—
natriumthioglycolaat ' C₂H₃NaO₂S '	20 mg	potje	22-38	36
voor opdracht 3.1 (in Box 2 of op je tafel)				
polysacharideoplossing ' Polysaccharide solution '	50 mL	plastic fles	—	—
polydiallyldimethylammoniumchloride oplossing in water  ' PDAC '	240 mL	flesje	—	—
kaliumpolyvinylsulfaatoplossing in water (0,0025 mol L ⁻¹ ; monomeereenheidconcentratie)  ' 0.0025 mol L⁻¹ PVSK '	240 mL	flesje	36/37/38	26-36
0,5 mol L ⁻¹ natronloog ' 0.5 mol L⁻¹ NaOH '	50 mL	plastic fles	34	26-37/39-45
1 g L ⁻¹ toluidineblauw TB) oplossing in water ' 1 g L⁻¹ C₁₅H₁₆N₃SCI '	6 mL	glazen flesje	—	—



voor opdracht 3.2 (in Box 2)				
'Solution X-1' (X: A-H)	10 mL	plastic potje	36/37/38	26-36
'Solution X-2' (X: A-H)	10 mL	plastic potje		
'Solution X-3' (X: A-H)	10 mL	plastic potje		
'Solution X-4' (X: A-H)	10 mL	plastic potje		
'Solution X-5' (X: A-H)	10 mL	plastic potje		



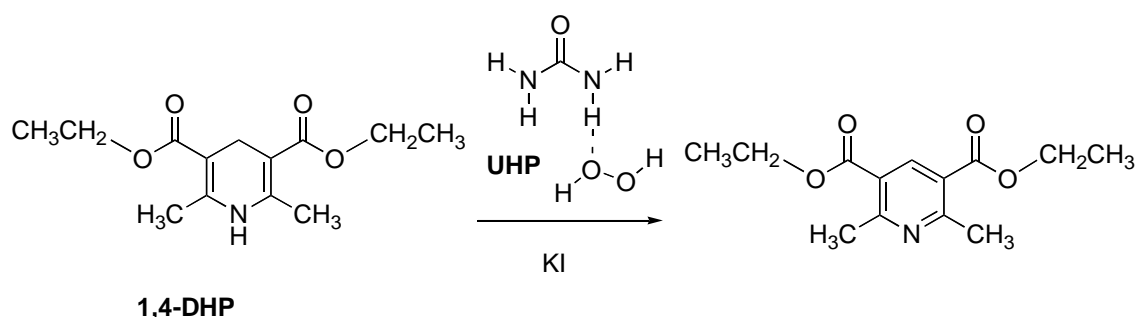
Risico- en Veiligheidszinnen

nr.	risicozin (R-zin)
8	Bevordert de ontbranding van brandbare stoffen
11	Licht ontvlambaar
22	Schadelijk bij opname door de mond
31	Vormt vergiftige gassen in contact met zuren
34	Veroorzaakt brandwonden
36	Irriterend voor de ogen
38	Irriterend voor de huid
41	Gevaar voor ernstig oogletsel
65	Schadelijk: kan longschade veroorzaken na verslikken
66	Herhaalde blootstelling kan een droge of gebarsten huid veroorzaken
67	Dampen kunnen slaperigheid en duizeligheid veroorzaken
36/37/38	Irriterend voor de ogen, de ademhalingswegen en de huid
50/53	Zeer vergiftig voor in het water levende organismen; kan in het aquatisch milieu op lange termijn schadelijke
nr.	veiligheidszin (S-zin)
7	In goed gesloten verpakking bewaren.
9	Op een goed geventileerde plaats bewaren.
16	Verwijderd houden van ontstekingsbronnen-niet roken.
17	Verwijderd houden van brandbare stoffen
26	Bij aanraking met de ogen onmiddellijk met overvloedig water afspoelen en deskundig medisch advies inwinnen.
29	Afval niet in de gootsteen werpen
33	Maatregelen treffen tegen ontladingen van statische elektriciteit.
36	Draag geschikte beschermende kleding.
37	Draag geschikte handschoenen
39	Een beschermingsmiddel voor de ogen/voor het gezicht dragen
45	In geval van ongeval of indien men zich onwel voelt, onmiddellijk een arts raadplegen (indien mogelijk hem dit
46	In geval van inslikken onmiddellijk een arts raadplegen en verpakking of etiket tonen
60	Deze stof en/of de verpakking als gevaarlijk afval afvoeren.
61	Voorkom lozing in het milieu. Vraag om speciale instructies/veiligheidskaart.
62	Bij inslikken niet het braken opwekken; direct een arts raadplegen en de verpakking of het etiket tonen
24/25	Vermijd contact met de huid en met de ogen.
36/37/39	Draag deugdelijke beschermende kleding, handschoenen, en oog/gezichtsbescherming.
37/39	Draag geschikte handschoenen en een beschermingsmiddel voor de ogen/voor het gezicht

Practicumonderdeel 1

Reactie van de Hantzsch' ester met ureum.waterstofperoxide

In dit experiment ga je pyridinedicarboxylaat-derivaat synthetiseren uit 1,4-dihydro-2,6-dimethylpyridine-3,5-dicarbonzure diethylester (1,4-DHP of Hantzsch' ester) door oxidatie met ureum.waterstofperoxide (UHP), een milieuvriendelijke oxidator.



Werkwijze

- (1) Doe de 22 mm roervlo in een 100 mL reageerbuis. Zet de reageerbuis vast met een klem boven de magneetroerder. Doe 1 g 1,4-DHP (met label '1,4-DHP_powder'), en 150 mg kaliumjodide in de reageerbuis en voeg met een 5 mL pipet (voorzien van schaalverdeling) 5 mL ethanol toe.
- (2) Voeg 1 g UHP toe (draag handschoenen!) en roer het mengsel.
(Let op: deze reactie is exotherm.)
- (3) Maak, voor de dunnelaagchromatografie (TLC), een mengsel van ethylacetaat:heptaan (volumeverhouding 1 : 2) gebruik makend van een maatcilinder, en doe een geschikte hoeveelheid van dit mengsel in de TLC-ontwikkelkamer. Voeg 1 mL ethylacetaat toe aan het potje (met label '1,4-DHP_TLC') om het 1,4-DHP (3 mg) op te lossen.
- (4) Controleer je TLC-plaatjes voordat je ze gebruikt. Indien deze beschadigd zijn kun je nieuwe vragen zonder strafpunten. Teken met potlood aan de onderkant van het TLC-plaatje een startlijn (zie Fig. 1.1).
- (5) Het reactiemengsel wordt helder tijdens de reactie (gewoonlijk binnen 20 minuten). Als het reactiemengsel helder geworden is (er kan een neerslag ontstaan terwijl het mengsel afkoelt, maar dit beïnvloedt de TLC-analyse niet), neem dan een

Official Dutch Version

kleine hoeveelheid van het mengsel met behulp van een glascapillair en breng hiermee twee stippen aan op het TLC-plaatje: in het midden en op de positie rechts. Breng een geschikte hoeveelheid 1,4-DHP-oplossing, die gemaakt is bij werkwijze (3), aan op het TLC-plaatje: in het midden en op de positie links, zodat er dus drie stippen op het TLC-plaatje staan, waarbij de stip in het midden zowel het reactiemengsel als 1,4-DHP bevat (zie Fig. 1.1). Ontwikkel het TLC-plaatje in de TLC-ontwikkelkamer (zie Figuren 1.1 en 1.2). Geef het vloeistoffront aan met een potlood. Bekijk het TLC-plaatje onder een UV-lamp (254 nm) en teken een potloodlijn rondom de vlekken die oplichten. Bepaal met behulp van het resultaat van het TLC-plaatje of de reactie volledig verlopen is. Als er nog een significante hoeveelheid van het 1,4-DHP in het reactiemengsel aanwezig is, herhaal dan na 10 minuten de TLC-analyse. [Denk erom dat je deze TLC-analyse ook moet toepassen bij werkwijze (8)]. Stop het TLC-plaatje in het hersluitbare zakje met label 'A'.

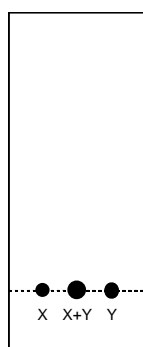


Fig. 1.1 Stippen op het TLC-plaatje vóór ontwikkeling;
X: 1,4-DHP,
Y: Reactiemengsel.

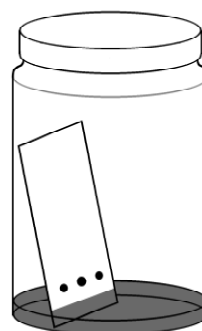


Fig. 1.2 TLC-plaatje geplaatst in de TLC-ontwikkelkamer.

- (6) Maak de opstelling voor de afzuigfiltratie gereed (zie Fig. 1.3). Sluit de afzuigkolf aan op de diafragmavacuumpomp. Plaats de büchnertrechter met de rubber ring op de afzuigkolf. Plaats het filter (microglasvezel filtreerblaadje) in de trechter.
- (7) Voeg met behulp van een 10 mL maatcilinder (voorzien van schaalverdeling) 5 mL water toe aan het reactiemengsel. Voeg 1 g natriummetabisulfiet toe aan de reageerbuis en breng de gehele inhoud (inclusief de roervlo) over in een 200 mL erlenmeyer en spoel de reageerbuis na met 30 mL water. Zet de 200 mL erlenmeyer op de magneetroerder en roer de oplossing. Voeg met behulp van een 2 mL pipet (voorzien van schaalverdeling) in kleine porties verzadigde

natriumwaterstofcarbonaatoplossing toe, totdat de pH van de vloeistof net iets over de $\text{pH}=7$ is (Controleer de pH van de oplossing met een pH-testpapiertje.). Filtreer met behulp van de büchnertrechter en de diafragmavacuümpomp het gevormde neerslag af en was het neerslag met een kleine hoeveelheid water. Om het product te drogen moet nog een minuut lang lucht door het neerslag gezogen worden.

- (8) Breng het filtraat uit de afzuigkolf over in een 300 mL erlenmeyer. Breng met behulp van een 2 mL pipet (voorzien van schaalverdeling) 2 mL van het filtraat over in een 10 mL reageerbuis. Doe de 10 mm roervlo in de reageerbuis en zet de buis vast met een klem. Voeg met behulp van een 2 mL pipet (voorzien van schaalverdeling) 1 mL ethylacetaat toe aan de reageerbuis en roer de oplossing krachtig gedurende 30 seconden op de magneetroerder. Stop het roeren en wacht tot de oplossing gescheiden is in twee lagen. Analyseer de bovenlaag m.b.v. TLC om te onderzoeken of er nog een restje product in het filtraat zit. Breng het filtraat op dezelfde manier als in werkwijze (5) aan op het TLC-plaatje. Markeer het vloeistoffront en de vlekken, indien die tenminste aanwezig zijn. Stop het TLC-plaatje in het hersluitbare zakje met label 'B'. Indien je toch nog het product op het TLC-plaatje waarneemt, voeg dan meer verzadigde natriumwaterstofcarbonaatoplossing toe.

- (9) In deze fase moet je het neerslag filtreren en wassen, als je tenminste een neerslag hebt aangetroffen. Anders kun je het filterproces overslaan.

- (10) Om het product te drogen moet je gedurende 10 minuten lucht door het neerslag zuigen. Stop het product samen met het filter (microglasvezel filterbladje) in het petrischaaltje. Dek het schaalje af met het deksel dat voorzien is van jouw code. Voorkom dat de roervlo in het schaalje terecht komt. Stop het petrischaaltje in een hersluitbare zakje met het label 'C'.

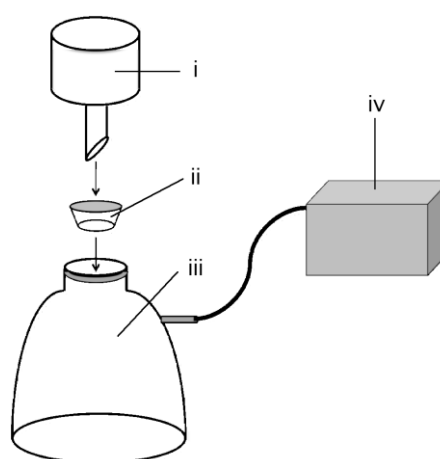


Fig. 1.3 opstelling voor filtratie onder afzuiging: i, büchnertrechter; ii, rubbering; iii, afzuigkolf; iv, diafragmavacuümpomp



- a) Teken (schets) het TLC-plaatje in zakje 'A' na op je antwoordblad.
- b) Bepaal en noteer de R_f waarden (in twee decimalen) van de vlekken op het TLC-plaatje in zakje 'A'.
- c) Teken de structuurformule van het organisch kation, zoals dat is voordat het natriumwaterstofcarbonaat toegevoegd is.
- d) Wat is (zijn) het (de) eindproduct(en) verkregen uit UHP.
Noteer de formule(s) van het (de) product(en).
- e) Lever de volgende zaken in:
 - i) TLC-plaatje in zakje 'A'
 - ii) TLC-plaatje in zakje 'B'
 - iii) je product en het filter in het petrischaaltje dat in zakje 'C' zit.



Practicumonderdeel 2

Bepaling van Fe(II) en Fe(III) met behulp van visuele colorimetrie

Bij dit experiment wordt je gevraagd om door visuele colorimetrische analyse het gehalte aan Fe(II) en Fe(III) te bepalen in een monsteroplossing (die een opgelost magnetieterts moet voorstellen). Hierbij wordt gebruik gemaakt van een kleurreactie tussen Fe(II) en 2,2'-bipyridine (bpy) waarbij een complex ontstaat, $\text{Fe}(\text{bpy})_3^{2+}$, met een intensief rode kleur.

De hoeveelheid $\text{Fe}(\text{bpy})_3^{2+}$ complex kan bepaald worden met een visuele colorimetrische meting gebruik makend van nesslerbuizen. Dit is een heel eenvoudige techniek die gebruikt werd voordat apparatuur voor lichtmeting beschikbaar kwam. Hiermee kun je tot op $\pm 5\%$ nauwkeurig meten. Bij deze techniek wordt een tweetal nesslerbuizen vergeleken: één is gevuld met een referentieoplossing, de andere is gevuld met de te onderzoeken oplossing. De intensiteit van de kleur van de twee oplossingen wordt dan onderling gelijk gemaakt door de hoogte van één van de twee vloeistofkolommen aan te passen.

Wanneer de twee kleurintensiteiten hetzelfde lijken, kan de concentratie van de onbekende oplossing berekend worden uit die van de bekende referentieoplossing en de hoogten van de twee vloeistofkolommen. Dit is gebaseerd op de wet van Lambert-Beer:

$$E = \epsilon c l$$

waarin E de extinctie is, c de concentratie, l de afgelegde weglengte van het licht en ϵ de molaire extinctiecoëfficiënt. Deze techniek oefen je eerst door **metingen A en B** uit te voeren, waarna je de concentraties van Fe(II) en Fe(III) bepaalt met **metingen C en D**.

Werkwijze

- (1) Voeg 5 mL acetaatbufferoplossing, 5 mL natriummonowaterstoffsfaatoplossing (om Fe(III) te maskeren), 5 mL 2,2'-bipyridineoplossing en 10,00 mL monsteroplossing toe aan een 50 mL maatkolf; gebruik hierbij steeds de daarvoor geschikte pipetten en verdun de verkregen oplossing met water tot de maatstreep. Doe de stop op de maatkolf en meng grondig. Laat deze daarna minimaal **20 minuten** staan om de kleur volledig te laten stabiliseren. Deze oplossing wordt genoemd '**sample 1**'.
- (2) Voeg 5 mL acetaatbufferoplossing, 5 mL 2,2'-bipyridineoplossing en 5,00 mL monsteroplossing toe aan een 50 mL maatkolf. Voeg dan 20 mg natriumthioglycolaatpoeder toe (dit is een overmaat) om Fe(III) naar Fe(II) te reduceren. Vul deze oplossing dan met water aan tot de maatstreep, zet een stop op de kolf en meng



de oplossing grondig. Laat deze daarna minimaal **20 minuten** staan. Deze oplossing wordt '**sample 2**' genoemd.

- (3) Voer de visuele colorimetrische metingen A - D uit zoals hieronder beschreven is in 'Instructies voor visuele colorimetrische meting'.

Instructies voor de visuele colorimetrische meting

Zet een tweetal nesslerbuizen in een nesslerbuisrek op een LED-lampdoos (haal deze nooit uit het zakje) en schakel het licht aan (zie Fig. 2.1). Giet de verstrekte '**standard Fe(bpy)₃²⁺ solution 1**' in een buis tot de geschikte hoogte (70 - 90 mm wordt aanbevolen) vanaf de bodem (de ingeëtste markeringen op de buis geven de hoogte vanaf de bodem aan in mm) en gebruik dit als referentie voor de **metingen A – D**. Giet de te meten oplossing in de andere buis en vergelijk zijn kleurintensiteit met die van de referentieoplossing door van boven af door de oplossingen te kijken naar de LED-lampdoos.

Pas de hoogte van de vloeistofkolom van de testoplossing aan door meer van deze oplossing toe te voegen of te verwijderen met een pasteurpipet tot de intensiteit van de kleur in de twee buizen identiek is. Probeer je aflezing af te schatten op tenminste 1 mm nauwkeurig.

Denk eraan dat de kleurintensiteit door het menselijk oog binnen een zekere marge wordt herkend als identiek. De geschikte waarde voor de hoogte van de testoplossing, *h*, moet worden bepaald door deze marge in beschouwing te nemen. Bijvoorbeeld, als je de hoogte van de vloeistofkolom van de testoplossing alleen door toename (of afname) van het volume aanpast, dan kun je uitkomen op een lagere (of hogere) waarde dan de werkelijke. Een mogelijke manier om de werkelijke waarde te schatten is het nemen van het gemiddelde van deze beide grenswaarden.

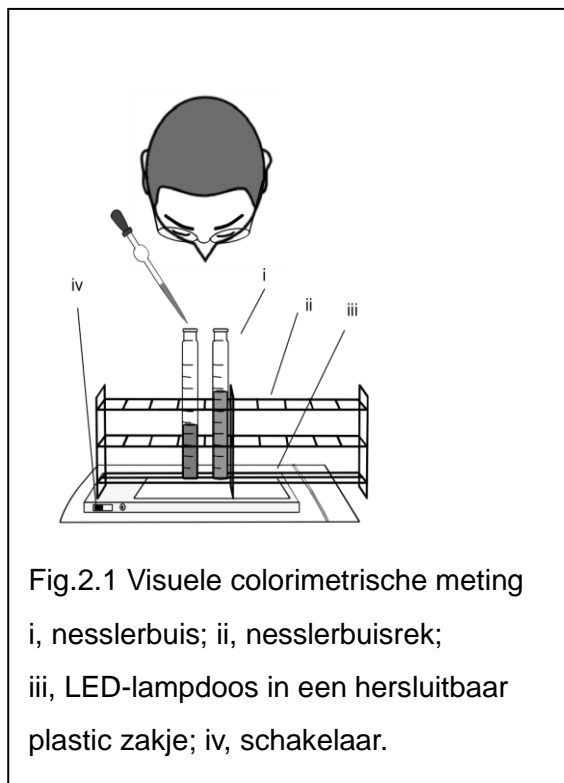


Fig.2.1 Visuele colorimetrische meting
i, nesslerbuis; ii, nesslerbuisrek;
iii, LED-lampdoos in een hersluitbaar plastic zakje; iv, schakelaar.



Meting A: Voer een meting uit met de '**standard Fe(bpy)₃²⁺ solution 1**' als referentieoplossing en als testoplossing. Bij deze meting moet de referentieoplossing tot de geschikte hoogte gegoten worden (70 - 90 mm wordt aanbevolen) in de ene nesslerbuis, en giet dan zoveel testoplossing in de andere nesslerbuis tot de twee kleuren met elkaar overeenstemmen. (IDEALITER moeten dan de hoogten van de twee oplossingen aan elkaar gelijk zijn.) Voeg dan meer testoplossing toe tot je ziet dat de kleurintensiteiten van elkaar verschillen. Vermeld zowel de onder- als de bovengrens van de vloeistofkolom van de testoplossing met dezelfde kleurintensiteit als de referentieoplossing.

a) Noteer je resultaten van **meting A** in de daarvoor bestemde tabel op het antwoordblad.

Meting B: Voer een meting uit met '**standard Fe(bpy)₃²⁺ solution 2**' als testoplossing en '**standard Fe(bpy)₃²⁺ solution 1**' als referentie.

b) Noteer je resultaten van **meting B** in de daarvoor bestemde tabel op het antwoordblad.

Meting C: Voer de meting uit met **sample 1**.

c) Noteer je resultaten van **meting C** in de daarvoor bestemde tabel op het antwoordblad.

Meting D: Voer de meting uit met **sample 2**.

d) Noteer je resultaten van **meting D** in de daarvoor bestemde tabel op het antwoordblad.

e) Druk de concentratie van de testoplossing (c) uit in de concentratie van de referentieoplossing (c') en de hoogte van elke vloeistofkolom, h en h' .

f) Bereken de concentraties van Fe(II) en Fe(III) in de oplossing van de oorspronkelijke monsteroplossing in mg L^{-1} .



Practicumonderdeel 3

Polymeren bij analyse

Polymeren kunnen worden gebruikt bij verscheidene analyses. Bij deze opdracht moet je eerst een polysacharide analyseren door gebruik te maken van een interactie tussen twee polymeren. In het tweede deel van de opdracht ga je een aantal polymeren identificeren door gebruik te maken van de resultaten verkregen in deel 1.

3.1 Analyse van een polysacharide met behulp van een neerslagtitratie

Je hebt een polysacharideoplossing ter beschikking. Het polysacharide bevat sulfonaat- ($-\text{SO}_3^-$) en carboxylaat- ($-\text{COO}^-$) groepen. Je bepaalt de concentraties van de twee groepen m.b.v. een neerslagtitratie in een zure en basische omgeving. Deze titratie is gebaseerd op een verschillend protoneringsgedrag van deze zure groepen. Hierbij wordt een terugtitratie gebruikt.

Wanneer deze zure groepen worden geïoniseerd, wordt het polysacharide een meervoudig anion. Bij toevoeging van een meervoudig kation, polydiallyldimethylammonium (is ter beschikking als het chloridezout, PDAC), vormt het polysacharide een meervoudig ion complex. De PDAC-oplossing wordt gestandaardiseerd door gebruik te maken van een oplossing van kaliumpolyvinylsulfaat (PVSK). Bij het eindpunt van de neerslagtitratie is het aantal aniongroepen gelijk aan het aantal kationgroepen.

Werkwijze

- (1) Neem exact 20 mL van de PDAC-oplossing door gebruik te maken van een volumetrische pipet en breng deze hoeveelheid over in een 100 mL erlenmeyer. Voeg 2 druppels toluïdineblauw (TB) toe aan de oplossing. Titreer de verkregen blauwe oplossing met de $0,0025 \text{ mol L}^{-1}$ PVSK-standaardoplossing (concentratie van het monomeer). Bij het eindpunt krijgt de oplossing een paarse kleur. Merk op dat de oplossing troebel wordt in de buurt van het eindpunt. Het eindpunt wordt vastgesteld wanneer de paarse kleur van de oplossing 15-20 seconden aanwezig blijft. Herhaal, indien nodig, de titratie.

- 1a)** Noteer het verbruikte volume (in mL) van de PVSK-oplossing bij de standaardisatie van de PDAC-oplossing. Noteer het volume met een

Official Dutch Version



nauwkeurigheid van 0,05 mL.

(2) Neem exact 5 mL van de polysacharideoplossing en 20 mL van de PDAC-oplossing door gebruik te maken van volumetrische pipetten en breng deze hoeveelheden over in een andere 100 mL erlenmeyer. Voeg 0,4 mL van een 0,5 mol L⁻¹ NaOH-oplossing en 2 druppels toluidine-blauw (TB) toe aan de oplossing. Titreer op een analoge manier de verkregen blauwe oplossing met de PVSK-standaardoplossing. Herhaal, indien nodig, de titratie. (Het verschijnen van een troebeling kan verschillend zijn van de vorige titratie. Deze hangt af van de pH van de oplossing.)

1b) Noteer het verbruikte volume (in mL) van de PVSK-oplossing bij de titratie onder basische omstandigheden. Noteer het volume met een nauwkeurigheid van 0,05 mL.

1c) Vink op het antwoordblad de zure groep(en) aan, die in basische omstandigheden geïoniseerd is (zijn).

(3) Herhaal de werkwijze beschreven in stap (2). Je voegt 0,5 mL van een 0,5 mol L⁻¹ HCl-oplossing toe in plaats van een 0,5 mol L⁻¹ NaOH-oplossing.

1d) Noteer het verbruikte volume (in mL) van de PVSK-oplossing bij de titratie onder zure omstandigheden. Noteer het volume met een nauwkeurigheid van 0,05 mL.

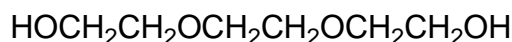
1e) Vink op het antwoordblad de zure groep(en) aan, die in zure omstandigheden geïoniseerd is (zijn).

1f) Bereken de concentraties van de -SO₃⁻ (or -SO₃H) groepen en de -COO⁻ (or -COOH) groepen (in mol L⁻¹) die aanwezig zijn in de oorspronkelijke polysacharideoplossing.

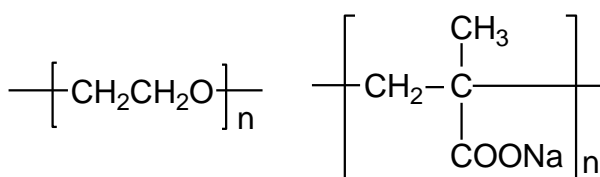


3.2 Identificatie van de verbindingen

Je hebt vijf oplossingen ter beschikking (met label 'X-1~5', 'X' duidt jouw monstercode aan en is een letter van A tot en met H). Elke oplossing bevat één van onderstaande verbindingen. Geen enkele van deze verbindingen komt meer dan éénmaal voor. De opdracht is het identificeren van alle verbindingen door het uitvoeren van de hierna beschreven werkwijze (zie volgende pagina).



(TEG)

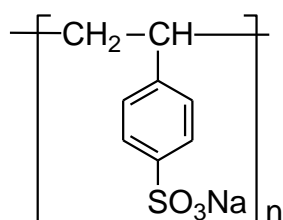


(PEO)

MM = 100.000

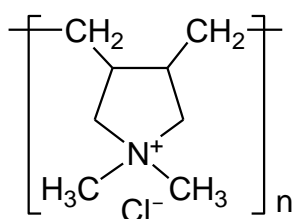
(PMANa)

MM = 9.500



(PSSNa)

MM = 70.000



(PDAC)

MM = 200.000-350.000

[Afkortingen: **TEG**, triethyleenglycol; **PEO**, polyethyleenoxide;

PMANa, polynatriummethacrylaat; **PSSNa**, polynatrium-4-styreensulfonaat;

PDAC, polydiallyldimethylammoniumchloride; MM staat voor molecuulmassa.]

Nuttige tips

- 1) Wanneer twee polymeeroplossingen op een geschikte manier worden gemengd bij **practicumonderdeel 3.1** zal een neerslagvorming worden vastgesteld. Dit wijst op een interactie tussen de twee polymeren. Deze waarnemingen kunnen worden gebruikt om de polymeren in de oplossingen te identificeren.
- 2) Een hoogte van 5 mm gemeten vanaf de bodem van het plastic potje dat de polymeeroplossing bevat, komt overeen met ongeveer 1 mL. Denk eraan dat je van elke oplossing slechts 10 mL hebt.

Official Dutch Version



Werkwijze

- (1) Meng gelijke volumes van twee oplossingen in een glazen monsterpotje (aanwezig in een plastic zak).
- (2) Indien nodig kan je het verkregen mengsel aanzuren. Hiervoor voeg je tien druppels van een waterstofchlorideoplossing ($0,5 \text{ mol L}^{-1} \text{ HCl}$) toe aan het mengsel met een plastic pasteurpipet.

Identificeer de verbinding aanwezig in elke oplossing. De identificatie is gebaseerd op de experimenteel verkregen gegevens.

Vink op het antwoordblad voor elke oplossing één van de vijf verbindingen aan.

Vul in het lege hokje één van de letters A tot en met H in. Deze letter verwijst naar je monstercode.



42nd International Chemistry Olympiad
Tokyo, July 19-28, 2010

Chemistry: the key to our future

42nd International Chemistry Olympiad Japan, 2010

Practicumtoets Antwoordbladen



Chemistry : the key to our future

22 juli 2010, Waseda University, Japan

Country	The Netherlands
Name	
Student Code	NLD-S1
Language	Dutch

Official Dutch Version

NAAM:

STUDENT CODE:

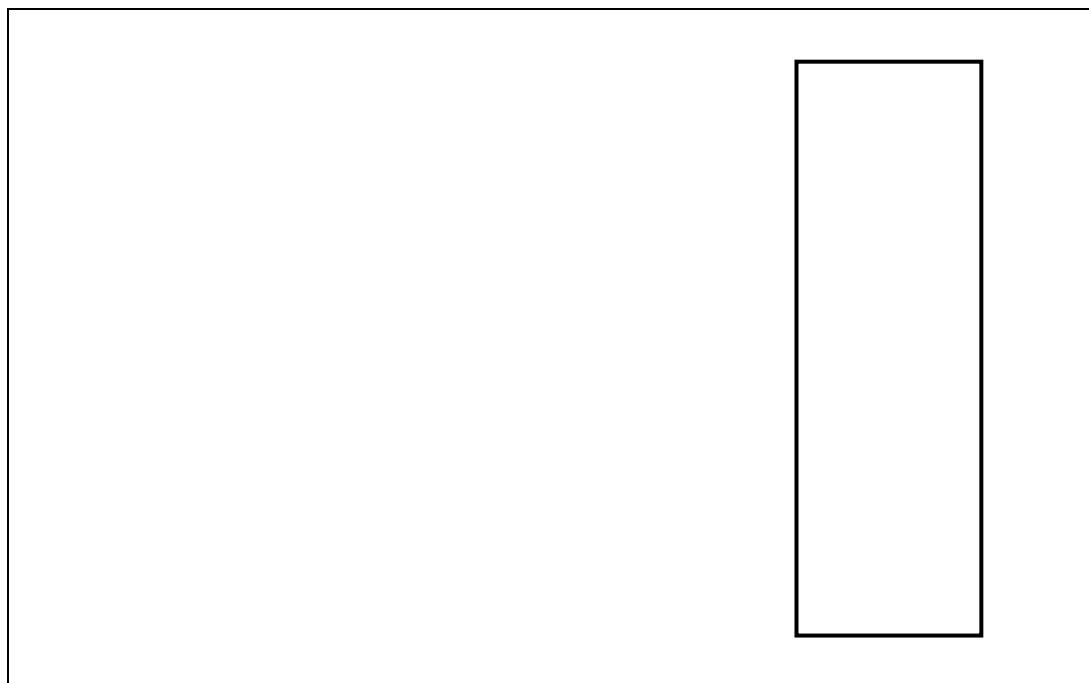
Practicumonderdeel 1

13% van het totaal

Reactie van Hantzsch' ester met ureum.waterstofperoxide

1a	1b	1c	1d	1e			Totaal
				i	ii	iii	
4	4	2	2	2	2	24	40

a)



b)

vlekje	R_f waarde
1,4-DHP	
Product	



42nd International Chemistry Olympiad
Tokyo, July 19-28, 2010

Chemistry: the key to our future

NAAM:

STUDENT CODE:

e)

d)

NAAM:

STUDENT CODE:

Practicumonderdeel 2

11% van het totaal

Bepaling van Fe(II) en Fe(III) door visuele colorimetrie

2a	2b	2c	2d	2e	2f		Totaal
					i	ii	
2	2	15	15	3	3	5	45

a)

	h' (hoogte van 'standard solution 1') / mm	Ondergrens van h / mm	Bovengrens van h / mm	h (geschatte hoogte van de testoplossing) / mm
Meting A				

b)

	h' (hoogte van 'standard solution 1') / mm	h (geschatte hoogte van de testoplossing) / mm
Meting B		

c)

	h' (hoogte van 'standard solution 1') / mm	h (geschatte hoogte van de testoplossing) / mm
Meting C		

d)

	h' (hoogte van 'standard solution 1') / mm	h (geschatte hoogte van de testoplossing) / mm
Meting D		



NAAM:

STUDENT CODE:

e)

$c =$

f)

$\text{Fe}^{2+} / \text{mg L}^{-1}$

$\text{Fe}^{3+} / \text{mg L}^{-1}$



NAAM: _____
STUDENT CODE: _____

Practicumonderdeel 3

16% van het totaal

Polymeren bij analyse

3.1a	3.1b	3.1c	3.1d	3.1e	3.1f	3.2	Totaal
4	10	1	10	1	4	20	50

3.1

1a)

--

mL

1b)

--

mL

1c)

milieu	zure groep	
basisch	<input type="checkbox"/> -SO ₃ H	<input type="checkbox"/> -COOH

1d)

--

mL

1e)

milieu	zure groep	
zuur	<input type="checkbox"/> -SO ₃ H	<input type="checkbox"/> -COOH

1f)

-SO ₃ ⁻ (of -SO ₃ H) groep:	
	mol L ⁻¹
-COO ⁻ (of -COOH) groep:	
	mol L ⁻¹



NAAM:

STUDENT CODE:

3. 2

Monstercode						
<input type="checkbox"/> -1	<input type="checkbox"/> TEG	<input type="checkbox"/> PEO	<input type="checkbox"/> PMANa	<input type="checkbox"/> PSSNa	<input type="checkbox"/> PDAC	
<input type="checkbox"/> -2	<input type="checkbox"/> TEG	<input type="checkbox"/> PEO	<input type="checkbox"/> PMANa	<input type="checkbox"/> PSSNa	<input type="checkbox"/> PDAC	
<input type="checkbox"/> -3	<input type="checkbox"/> TEG	<input type="checkbox"/> PEO	<input type="checkbox"/> PMANa	<input type="checkbox"/> PSSNa	<input type="checkbox"/> PDAC	
<input type="checkbox"/> -4	<input type="checkbox"/> TEG	<input type="checkbox"/> PEO	<input type="checkbox"/> PMANa	<input type="checkbox"/> PSSNa	<input type="checkbox"/> PDAC	
<input type="checkbox"/> -5	<input type="checkbox"/> TEG	<input type="checkbox"/> PEO	<input type="checkbox"/> PMANa	<input type="checkbox"/> PSSNa	<input type="checkbox"/> PDAC	