

**Face your challenge,
Be smart**



PRACTICUM TOETS

**18 JULI, 2013
MOSKOU, RUSLAND**

Algemene instructies

- **Veiligheidsregels** Houd je aan de **veiligheidsregels** uit het IChO reglement zoals beschreven in het Preparatory Problems boekje. Je mag niet eten of drinken in het laboratorium.
- **Overtreden van veiligheidsregels** Indien je je op een onveilige manier gedraagt, krijg je **ÉÉN WAARSCHUWING**. Bij een tweede incident word je verzocht het laboratorium te verlaten. Je wordt dan gediskwalificeerd en je krijgt een score van nul punten voor de gehele practicumtoets.
- **Experimenten en antwoordboekje** De practicumtoets bestaat uit drie experimenten. Begin met experiment 1. Het boekje beslaat 26 pagina's (inclusief het voorblad en het blad met het periodiek systeem).
- **Tijd** Je hebt 15 minuten leestijd voordat je met het experimentele werk mag beginnen. Daarna heb je nog 5 uur voor de drie experimenten. Een half uur voor het einde van de practicumtoets wordt een waarschuwingssignaal gegeven (STOPsignaal).
- **Studentcode** Schrijf je studentcode op **iedere bladzijde**.
- **Antwoorden** Geef antwoorden en berekeningen alleen binnen de aangegeven kaders. Alles buiten de kaders wordt niet beoordeeld. Relevante berekeningen moeten ook opgeschreven worden.
- **Gebruik alleen de pen, het potlood en de rekenmachine die verstrekt zijn.**
- **Buret** Lees de buret zo nauwkeurig mogelijk af.
- **Meer chemicaliën nodig?** Vraag de zaalassistent. Je krijgt hiervoor in principe geen puntenaftrek behalve wanneer je om één van de volgende chemicaliën vraagt: **extra aldehyde, 2,4-dinitrofenylhydrazine, HCl, EDTA of polymeeroplossing**: 1 punt aftrek per vraag (van de maximaal 40 te behalen punten).
- **Let op! Als je de viscositeitmeter (viscometer) stuk maakt krijg je geen nieuwe!**
- **Vragen** met betrekking tot veiligheid, apparatuur, chemicaliën, sanitaire stop: **vraag de zaalassistent**.
- **Chemisch afval** Deponeer het chemisch afval uitsluitend in het daarvoor bestemde 800 mL bekersglas met het label "WASTE".
- **Officiële Engelse versie** De officiële Engelstalige versie van deze practicumtoets is op verzoek beschikbaar wanneer iets niet duidelijk is. Vraag de zaalassistent.
- Doe, **nadat het STOPsignaal is gegeven**, het antwoordenboekje en alle grafiekpapier in de verstrekte envelop (plak deze niet dicht) en laat die op de tafel liggen.
- **Je moet direct stoppen met werken als het STOPsignaal wordt gegeven. Als je niet binnen 5 minuten nadat het STOPsignaal is gegeven daadwerkelijk bent gestopt, word je gediskwalificeerd van de practicumtoets en krijg je 0 punten voor dit onderdeel.**
- **Bij deze practicumtoets worden sommige hulpmiddelen (glas en/of plastic) meerdere malen gebruikt. Maak deze, indien nodig, grondig schoon.**

Chemicaliënlijst

Reagens	hoeveelheid	zit in	gelabeld	Veiligheid
Experiment 1				
2,4-dinitrofenylhydrazine	200 mg elk, 2 potjes	klein potje met schroefdop	2,4- dinitrofenylhydrazine	H228, H302
zwavelzuuroplossing, geconcentreerd	1 mL elk, 2 buisjes	plastic buisje met schroefdop	H ₂ SO ₄ concentrated	H314
aldehyde-oplossing 1 mmol in ethanol	4 mL elk, 2 flesjes	30 mL kleine glazen flesjes met stop	Aldehyde 1 en Aldehyde 2	H319 en H302
ethanol	30 mL	glazen flesje met stop	Ethanol	H225
NaOH oplossing (gebruikt in experiment 1 en 2)	27 mL	60 mL glazen flesje met stop	NaOH 2M	H314
aceton	30 mL	bruin glazen flesje met schroefdop	Acetone	H225, H319, H336
Experiment 2				
EDTA, 0,0443M* standaardoplossing	70 mL	125 mL glazen flesje met stop	EDTA 0,05M	H319
HCl, 0,0535M* standaardoplossing	70 mL	125 mL glazen flesje met stop	HCl	H314, H335
methyloranje, 0,1% in water	25 mL	druppelflesje	Methyl orange	H301
Murexide-indicator, vaste stof gemengd met NaCl (1:250 massadelen)	in 10 mL flesje	klein potje met schroefdop	Murexide	
watermonster	500 mL	0,5 L plastic vat	Water sample	
Experiment 3				
poly(vinyl) alcohol	40 mL elk, 5 potjes	bruin glazen potjes met schroefdop	P1, P2, P3, P4 en X	
te gebruiken bij alle experimenten				
gedestilleerd water	500 mL	plastic spuitfles	H ₂ O	
op de tafel voor gezamenlijk gebruik				
natriumwaterstofcarbonaat	800 mL	800 mL bekersglas	NaHCO ₃	

***De concentratie die op de labels staat is slechts een indicatie. De exacte waarden zijn weergegeven in de tabel.**

Benodigheden

Item	Hoeveelheid
Op iedere werkplek	
5 mL plastic buisje met schroefdop gelabeld "1" met je studentcode	1
5 mL plastic buisje met schroefdop gelabeld "2" met je studentcode	1
statief	1
50 mL bekerglas	2
25 mL bekerglas	2
25 of 50 mL bekerglas	1
magneetroerder	1
roervlo	2
glasfilter	2
tussenstuk (= opzetstuk)	1
50 mL rondbodemkolf	1
waterstraalpomp	1
2 mL pipet	2
5 mL pipet	2
pipetvuller	1
spatel	2
500 mL spuitfles	1
800 mL bekerglas voor afval	1
10 mL maatscilinder	1
filtreerpapier, rond	2
schaar	1
filtreerpapier	2
glazen roerstaaf	1
pH indicatorpapier (in een hersluitbaar plastic zakje)	3
viscosimeter	1
chronometer (stopwatch)	1
30 mL rubberballon	1
liniaal	1
markeerpen	1
25 mL buret	1
25 mL pipet	1
plastic trechter	1
erlenmeyer	2
teststrips voor bepaling van de totale hoeveelheid opgeloste stoffen in hersluitbaar plastic zakje	1
tissues (op de hoek van iedere labtafel, voor gebruik van 3 personen aan één labtafel)	1 pakje
plastic bakje	1
grafiekenpapier	4 blaadjes
pH-kleurcode (in hersluitbaar plastic zakje)	1
op de tafel voor gezamenlijk gebruik	
filtreerpapier, rond	
filtreerpapier	
handschoenen	
balansen	
fles gelabeld "H ₂ O dist."	
thermometer in H ₂ O	
maatscilinder 100 mL	
pH-meter	

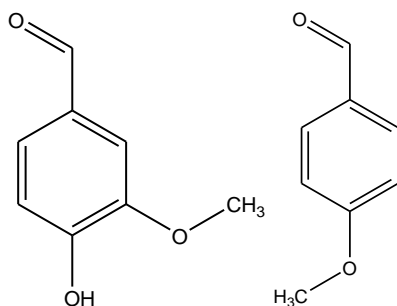
*als je meer filtreerpapier nodig hebt, kun je dat pakken van de tafel voor gezamenlijk gebruik.

Experiment 1	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	Totaal
	Studentcode: _____	Punten	3.5	1.5	1	3	35	44

Experiment 1. Synthese van 2,4-dinitrofenylhydrazonen (13 punten)

Hydrazonen behoren tot de zogenoemde klasse van de imine-verbindingen. De moleculen van deze verbindingen bevatten een enkelvoudige stikstof-stikstof binding direct naast een dubbele koolstof-stikstof binding. Een hydrazone wordt gevormd door hydrazine onder de juiste omstandigheden te laten reageren met een aldehyde of een keton. Een molecuul hydrazine bevat een NH_2 groep. Het gevormde hydrazone is vaak een stabiele, kristallijne en fel gekleurde vaste stof. Hydrazonen worden daarom vaak gebruikt voor de identificatie van een aldehyde of een keton.

In dit experiment ga je onderstaande stoffen, twee gesubstitueerde benzaldehydes, identificeren aan de hand van de producten die worden gevormd in de reactie van deze gesubstitueerde benzaldehydes met 2,4-dinitrofenylhydrazine.



Voorschrift

Synthese van 2,4-dinitrofenylhydrazonen

Let op! Voer de synthese van de twee verbindingen niet tegelijkertijd uit maar na elkaar, omdat je anders het risico loopt dat één van de bekers van de magneetroerder afvalt en je opnieuw moet beginnen.

Doe een roervlo in een 50 mL bekersglas. Plaats het bekersglas met roervlo in de speciale metalen houder aan het statief. Breng de inhoud van het potje (200 mg 2,4-dinitrofenylhydrazine) over in het bekersglas en zet de roerder voorzichtig aan. **De volgende stap mag je alleen uitvoeren in aanwezigheid van de zaalassistent:** Voeg voorzichtig 1 mL geconcentreerd zwavelzuur toe aan de vaste stof in het bekersglas. Daarna voeg je met de beschikbare pipetten 1,6 mL water en ongeveer 4 mL ethanol toe aan het mengsel in het bekersglas. Vervolgens neem je het potje gelabeld “**aldehyde 1**” of “**aldehyde 2**” en voeg je de inhoud met een pipet druppelsgewijs toe aan het reactiemengsel. De hoeveelheid van het aldehyde die je hebt toegevoegd, bedraagt 1 mmol. Direct na toevoegen van het aldehyde ontstaat een neerslag. Roer vervolgens nog 10 minuten en voeg dan 10 mL water toe. Hierna roer je nog 3 minuten extra.

Experiment 1	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	Totaal
	Studentcode: _____	Punten	3.5	1.5	1	3	35	44

Verkrijgen en zuiveren van het product.

Knip met een schaar het filtreerpapiertje op een zodanige wijze dat je een rond filtreerpapiertje verkrijgt dat net (ca. 1 cm) iets groter is dan het glasfilter. Plaats het filtreerpapiertje in het glasfilter en maak het een beetje nat zodat je het goed kunt fixeren. Het filtreerpapiertje moet nu goed vlak en stevig op het glasfilter zitten. **Als dit niet is gelukt dan neem je een nieuw filtreerpapiertje van de tafel voor gezamenlijk gebruik.** Zet het glasfilter, tussenstuk en rondbodemkolf in elkaar en sluit de opstelling aan op de waterstraalpomp. Haal de roervlo met de spatel uit het bekersglas en breng de inhoud van het bekersglas over op je filterpapiertje. Zet de waterstraalpomp aan (**vraag de zaalassistent om hulp als dit niet lukt**) en filtreer het neerslag af. Voeg een beetje water toe aan het bekersglas en zorg dat ook het restant (de volledige inhoud dus) van het bekersglas op het filter terechtkomt. Vervolgens ga je de stof op het filter wassen met water net zolang totdat de pH van het filtraat neutraal is geworden. Als de rondbodemkolf vol is, dan breng je de inhoud over in het **afvalbekersglas**. Na deze stap was je de vaste stof tweemaal met telkens maximaal 3 mL ethanol. (**Pas op, het gevormde hydrazon is een beetje oplosbaar in ethanol**). Droog de vaste stof op het filter door met de glazen roerstaaf af en toe te roeren in de vaste stof gedurende ongeveer 20 à 30 minuten, en laat tijdens dit proces de waterstraalpomp aan staan. Vouw ondertussen van een filtreerpapiertje een vierkant doosje. Breng de vaste stof kwantitatief over in dit doosje. Plaats dit doosje op een veilige plaats op je labtafel, bijvoorbeeld op de plank, en laat de vaste stof verder aan de lucht drogen. **Als je de waterstraalpomp niet meer nodig hebt dan zet je deze af!** We raden aan om het verkregen product te wegen zodra je denkt dat het droog is. Op deze manier zorg je ervoor dat er geen lange wachtrij komt te staan bij de balans. Verzamel alle vaste stof in het plastic potje met je studentcode erop. Vul in onderstaande tabel de massa's in. **Let op:** jouw gesynthetiseerde producten worden later nog gecheckt door het laboratoriumpersoneel.

Herhaal deze volledige procedure voor het andere aldehyde.

Plastic potje 1	Plastic potje 2
Massa leeg potje _____ mg	Massa leeg potje _____ mg
Massa gevuld potje _____ mg	Massa gevuld potje _____ mg
Massa product _____ mg	Massa product _____ mg

Handtekening zaalassistent _____

Experiment 1	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	Totaal
	Studentcode: _____	Punten	3.5	1.5	1	3	35	44

1.1. Teken de structuurformule van 2,4-dinitrofenylhydrazine en van beide reactieproducten.

1.2. Welke vorm van stereo-isomerie is mogelijk voor de gevormde hydrazonen? Vink het juiste antwoord aan.

R/S E/Z threo/erythro manno/glucos D/L

2.1. Welke rol speelt de zwavelzuuroplossing bij de vorming van 2,4-dinitrofenylhydrazonen? Vink het juiste antwoord aan.

stoichiometrisch reagens katalysator reductor oxidator

2.2. Hoe verandert de reactiesnelheid als de synthese in neutraal milieu wordt uitgevoerd? Vink het juiste antwoord aan.

sterke toename zwakke toename
 geen verandering de reactie verloopt zeer langzaam

2.3. Hoe verandert de reactiesnelheid als de synthese in basisch milieu wordt uitgevoerd? Vink het juiste antwoord aan.

sterke toename zwakke toename
 geen verandering de reactie zou niet optreden

Experiment 1	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	Totaal
	Studentcode: _____	Punten	3.5	1.5	1	3	35	44

Karakterisering

Doe een kleine hoeveelheid (een spatelpuntje) stof van elk gevormd product in een 25 mL bekersglas. Voeg aan elk bekersglas 10 mL aceton toe. **In de verdere uitvoering van dit experiment wordt het beste resultaat verkregen als in beide bekersglazen de oplossingen dezelfde gele kleur hebben met dezelfde intensiteit.** Voeg aan elk bekersglas 5 mL NaHCO₃ oplossing toe. Roer met een glazen roerstaaf. Gebruik verschillende kanten van de roerstaaf voor de twee verschillende oplossingen.

3.1. Vink aan welke kleurverandering je hebt waargenomen.

- geen kleurverandering in beide bekersglazen
 significante kleurverandering in beide bekersglazen
 significante kleurverandering in één van de bekersglazen

Voeg vervolgens aan elk bekersglas 2 mL NaOH oplossing toe. Roer de mengsels met de glazen roerstaaf.

3.2. Vink aan welke kleurverandering je hebt waargenomen.

- geen kleurverandering in beide bekersglazen
 significante kleurverandering in beide bekersglazen
 significante kleurverandering in één van de bekersglazen

4.1. Welke structurele verandering geeft een verklaring voor de kleurverandering tijdens de reactie met NaHCO₃? Vink het juiste antwoord aan.

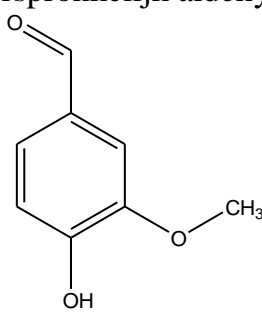
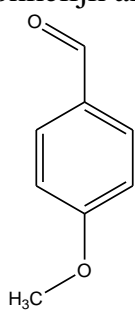
- de aanwezigheid van een MeO groep op positie 4 in de benzeenring
 de aanwezigheid van een MeO groep op positie 3 in de benzeenring
 de aanwezigheid van een OH groep op positie 4 in de benzeenring
 de aanwezigheid van zowel een MeO groep als een OH groep

4.2. Welk van de volgende processen is verantwoordelijk voor de geobserveerde kleurverandering in de reactie van de 2,4-dinitrofenylhydrazonen met de NaOH oplossing? Vink het juiste antwoord aan.

- basische hydrolyse dehydratatie hydratatie
 deprotonatie dehydrogenatie

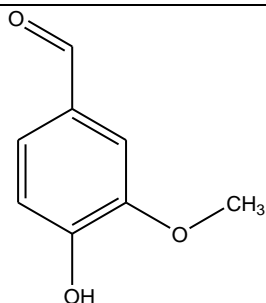
Experiment 1	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	Totaal
	Studentcode: _____	Punten	3.5	1.5	1	3	35	44

4.3. Teken in de antwoordblokken hieronder de structuurformule van de meest-voorkomende organische verbinding in het gespecificeerde medium.

<p>oorspronkelijk aldehyde</p> 	<p>oorspronkelijk aldehyde</p> 
<p>NaHCO₃ oplossing</p>	<p>NaHCO₃ oplossing</p>
<p>NaOH oplossing</p>	<p>NaOH oplossing</p>

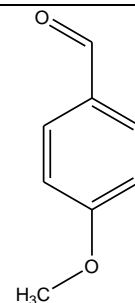
Experiment 1	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	Totaal
	Studentcode: _____	Punten	3.5	1.5	1	3	35	44

5. Zet onder elke structuur het juiste nummer van de stof (aldehyde 1 of aldehyde 2) die je gebruikt hebt bij de syntheses. Bereken vervolgens de opbrengst in procenten.



nummer: _____

berekening van de opbrengst:



nummer: _____

berekening van de opbrengst:

opbrengsten:

nummer 1 _____ %

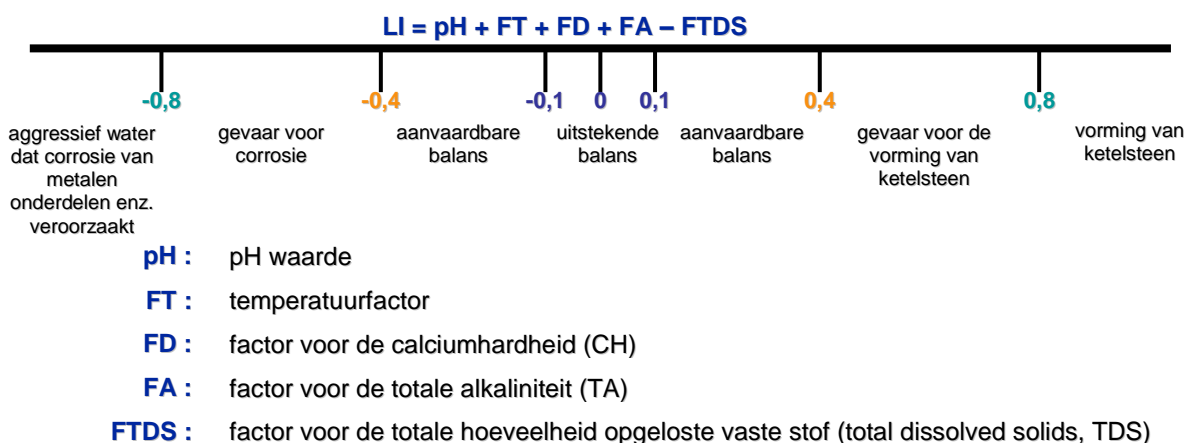
nummer 2 _____ %

vervanging van materiaal of extra chemicaliën	handtekening zaalassistent	strafpunten
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Exp. 2	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode: _____	Pnt.	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

Experiment 2. Bepaling van de Langelier verzadigingsindex van zwembadwater (12 punten)

De Langelier verzadigingsindex (LI) van (zwembad)water geeft aan in welke mate het water corrosief is en in welke mate calciumcarbonaat oplost of neerslaat. Wanneer de LI ongeveer nul is, zegt men dat het water “in balans” is. Wanneer de LI groter dan nul is, slaat calciumcarbonaat neer en ontstaat ketelsteen. Wanneer de LI negatief is, is het water corrosief en wordt calciumcarbonaat opgelost. De LI is een combinatie van de fysische en chemische kenmerken uit tabel 1 en kan worden berekend met de volgende formule:



Tabel 1. Waarden en bijbehorende factoren

temperatuur, °C	FT	calcium-hardheid (CH), mg/L CaCO ₃	FD	totale alkaliniteit (TA), mg/L CaCO ₃	FA	totale opgeloste vaste stof (TDS), in mg/L NaCl	FTDS
0	0,0	5	0,3	5	0,7	0	12,0
3	0,1	25	1,0	25	1,4	-	-
8	0,2	50	1,3	50	1,7	1000	12,1
12	0,3	75	1,5	75	1,9	-	-
16	0,4	100	1,6	100	2,0	2000	12,2
19	0,5	150	1,8	125	2,1	-	-
24	0,6	200	1,9	150	2,2	3000	12,25
29	0,7	250	2,0	200	2,3	-	-
34	0,8	300	2,1	300	2,5	4000	12,3
41	0,9	400	2,2	400	2,6	-	-
53	1,0	600	2,35	800	2,9	5000	12,35
-	-	800	2,5	1000	3,0	-	-
-	-	1000	2,6	-	-	6000	12,4

Exp. 2	Naam: _____ Studentcode: _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
		Pnt.	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

In dit experiment ga je de LI waarde bepalen van een watermonster. Merk op dat de hardheid wordt uitgedrukt als het aantal mg opgelost CaCO_3 per liter. De totale alkaliniteit is de hoeveelheid zuur die equivalent is aan de hoeveelheid carbonaat en waterstofcarbonaat, eveneens uitgedrukt in mg CaCO_3 per liter, terwijl de TDS wordt omgerekend naar het aantal mg NaCl per liter.

Procedures

De **calciumhardheid** wordt bepaald door middel van een complexometrische titratie met EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$). De titratie wordt uitgevoerd in een sterk basisch milieu om magnesium te maskeren (grote hoeveelheden Mg^{2+} interfereren vanwege de co-precipitatie van Ca^{2+} met $\text{Mg}(\text{OH})_2$; bovendien wordt de indicator aan het $\text{Mg}(\text{OH})_2$ geadsorbeerd, wat de waarneming van de kleurverandering bemoeilijkt). Om te vermijden dat CaCO_3 neerslaat, moet je zo snel mogelijk na toevoeging van de base met de titratie beginnen.

1.1. Schrijf de vergelijking op van de reactie die optreedt tijdens de titratie met $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$:

Procedure voor de calciumbepaling

- Vul de buret met de standaard **EDTA**-oplossing (de exacte concentratie is 0,0443 M).
- Pipetteer 20 mL van het **Watermonster** in een erlenmeyer.
- Voeg met behulp van een 10 mL maatcilinder 3 mL 2 M NaOH oplossing toe.
- Voeg met behulp van de spatel zoveel van de murexide-indicator toe dat de oplossing duidelijk rose gekleurd is.
- Titreer binnen enkele minuten het mengsel met de EDTA-oplossing tot de kleur van de oplossing verandert van rose naar paars.

1.2. Vul tabel 2 in.

Tabel 2

<i>Calciumtitratie</i>	Titratie no.			
beginstand van de buret, mL				
eindstand van de buret, mL				
verbruikt volume, mL				

Volume gebruikt voor de berekening, _____ mL

Exp. 2	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode: _____	Pnt.	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

2. Bereken de hardheid van het watermonster in mg CaCO₃ per liter. Schrijf de uitkomst op in tabel 4 (zie vraag 7).

Berekening:

Meting van de pH. Ga na waar je een pH meter kunt vinden (of vraag het aan de zaalassistent).

- Doe ongeveer 80 mL van het watermonster in een schone erlenmeyer.
- Verwijder de beschermingsdop van de pH-meter (houd de dop zodanig dat de oplossing die erin zit er niet uit kan lopen).
- Spoel de elektrode met gedestilleerd water. Gebruik de plastic spuitfles.
- Zet de meter aan door de ON/OFF schakelaar te verschuiven.
- Plaats de meter in de oplossing en roer voorzichtig door de erlenmeyer te zwenken.
- Zet de erlenmeyer op de tafel en wacht tot het display een constante waarde vertoont (wacht niet langer dan 1 minuut).
- Lees de pH waarde af en schrijf die op.
- Zet de meter uit, spoel de elektrode weer met gedestilleerd water en zet de beschermingsdop er weer op (wanneer er een wachtrij is, geef de meter dan door aan de volgende student).

3.1. Schrijf de pH waarde op in tabel 4 (zie vraag 7).

3.2. In welke vorm komt het carbonaat hoofdzakelijk voor in je watermonster? Licht je antwoord toe met een berekening en zet een vinkje in één van de vierkantjes.
Gegevens: de dissociatieconstanten van koolzuur zijn: $K_1 = 4,5 \cdot 10^{-7}$; $K_2 = 4,8 \cdot 10^{-11}$.

Berekening:

carbonaat waterstofcarbonaat koolzuur

Exp. 2	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode: _____	Pnt.	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

3.3. Schrijf de vergelijking op van de reactie die optreedt tijdens de titratie van het watermonster met zoutzuur. Gebruik formules van ionen en de formule van de meest voorkomende vorm van het carbonaat.

Bepaling van de totale alkaliniteit. Om de waarde voor de totale alkaliniteit te verkrijgen, moet het watermonster worden getitreerd tot alle carbonaat is omgezet tot H_2CO_3 . Als zuur-base indicator kan methyloranje worden gebruikt. Deze kleur van deze indicator begint bij een pH van ongeveer 4,5 te veranderen van geel naar oranje.

- Spoel de buret met gedestilleerd water en vul hem daarna met de standaardoplossing van HCl (de exacte concentratie is 0,0535 M).
- Pipetteer 50,0 mL van het watermonster in een erlenmeyer en voeg 3 druppels methyloranje-oplossing toe.
- Als het monster oranje kleurt, is de totale alkaliniteit 0. Als het monster een gele kleur krijgt, titreer dan met de standaard HCl oplossing. Stop met titreren als je voor het eerst een duidelijke kleurverandering naar oranje waarneemt.

4.1. Vul tabel 3 in.

Tabel 3

<i>Alkaliniteitbepaling</i>	Titratie no.			
beginstand van de buret, mL				
eindstand van de buret, mL				
verbruikt volume, mL				

Volume gebruikt voor de berekening, _____ mL

4.2. Bereken de totale alkaliniteit (in mg $CaCO_3$ per liter). Schrijf de uitkomst op in tabel 4 (zie vraag 7).

Berekening:

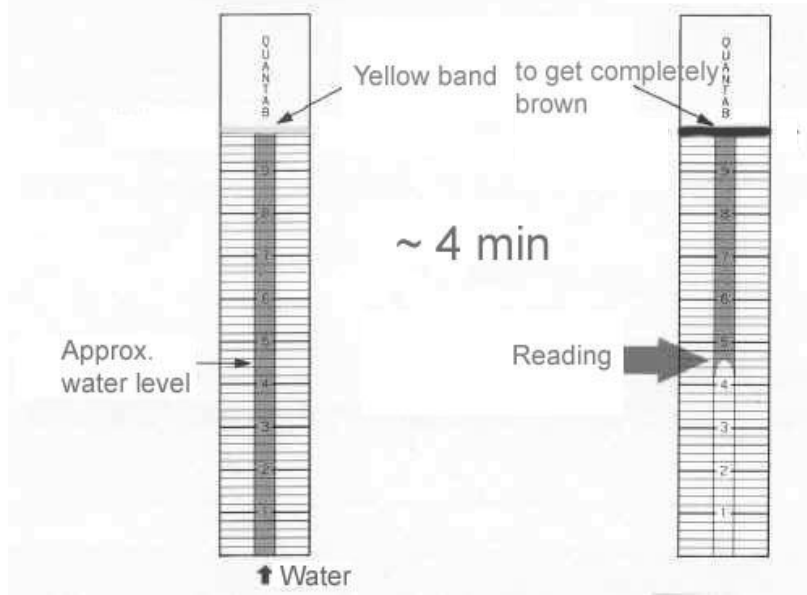
Exp. 2	Naam: _____ Studentcode: _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
		Pnt.	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

5. **Bepaling van de temperatuur.** Lees de thermometer af die op de tafel voor gezamenlijk gebruik staat en schrijf die op in tabel 4 (zie vraag 7).

6. **Bepaling van de TDS** van het watermonster met de teststrip.

- Vul een beker met het watermonster tot een hoogte van ongeveer 3 cm. Doop de strip in het water; zorg ervoor dat de gele band bovenaan de strip de vloeistof niet raakt.
- Wacht 3-4 minuten tot de gele band helemaal bruin wordt. Neem de afleeswaarde ("Reading"), in één decimaal, zoals is weergegeven in onderstaande figuur.
- Schrijf de afleeswaarde ("Reading") op:

- Zoek je TDS concentratie in mg NaCl per liter in de tabel rechts van de figuur.
- Schrijf de NaCl concentratie op in tabel 4 (zie vraag 7).



Reading	NaCl conc., mg/L
1,4	360
1,6	370
1,8	420
2,0	430
2,2	470
2,4	530
2,6	590
2,8	660
3,0	730
3,2	800
3,4	880
3,6	960
3,8	1050
4,0	1140
4,2	1240
4,4	1340
4,6	1450
4,8	1570
5,0	1700

Exp. 2	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode: _____	Pnt.	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

7. Vul alle lege cellen in tabel 4 in. Bereken de LI en schrijf de uitkomst op in tabel 4. Neem de waarden op met een nauwkeurigheid van twee cijfers achter de komma.

Berekening:

Tabel 4. Berekening van de LI van het watermonster

Watermonster nummer _____					
CH, mg/L CaCO ₃	TA, mg/L CaCO ₃	<i>t</i> , °C	pH	TDS, mg/L NaCl	LI
FD	FA	FT		FTDS	

Theoretische vragen. Correctie van de waterbalans.

Als de LI significant afwijkt van nul, is het noodzakelijk om die op nul te brengen.

Stel dat je een monster zwembadwater op bovenstaande manier hebt geanalyseerd en dat de resultaten als volgt waren: CH = 550 mg/L; FD = 2,31; TA = 180 mg/L; FA=2,26; *t*° = 24°C; FT = 0,6; TDS = 1000 mg/L; FTDS = 12,1; pH = 7,9; LI = 0,97.

De beheerder van het zwembad voegde 10 mL van 0,0100 M oplossingen van een aantal reagentia toe aan monsters zwembadwater van 200 mL. Hij gebruikte oplossingen van NaHCO₃, NaOH, NaHSO₄, CaCl₂, EDTA (het dinatriumzout dihydraat, Na₂H₂Y.2H₂O) en HCl; één reagens voor elk monster.

Exp. 2	Naam: _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode: _____	Pnt.	27	0	5	25	0	4	8	1	9	79

8. Ga na of bij het toevoegen van de NaHSO₄ oplossing een neerslag van CaSO₄ ontstaat. Gegeven: Het oplosbaarheidsproduct van CaSO₄ is $5 \cdot 10^{-5}$. Neem aan dat geen neerslag van CaCO₃ ontstaat bij toevoeging van bovengenoemde reagentia.

Berekening:

Ontstaat bij het toevoegen een neerslag? Vink het antwoord aan: ja nee

9. Vul in tabel 5 voor elke factor in hoe die verandert bij toevoeging van elk van de reagentia aan dit speciale watermonster. (gebruik “+” als de factor toeneemt, “-“ als de factor afneemt en “0” als de factor niet veandert).

Tabel 5

Reagens	pH	FA	FD	FTDS	LI
NaHCO ₃					
NaOH					
NaHSO ₄					
CaCl ₂					
Na ₂ H ₂ Y					
HCl					

vervanging van materiaal of extra chemicaliën	handtekening zaalassistent	strafpunten
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____

Exp. 3	Naam _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode _____	Pnt.	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	62

Experiment 3. Bepaling van de molecuulmassa door middel van viscosimetrie (15 punten)

De viscositeitscoëfficiënt van een vloeistof is een maat voor de weerstand tegen stroming. Deze eigenschap kan worden bepaald door te meten met welke snelheid een vloeistof door een dun capillair buisje stroomt. Voor de viscositeit van een oplossing van een polymeer geldt dat hoe hoger de concentratie van het polymeer is, hoe groter de viscositeit. Bij een constante concentratie is de viscositeit een functie van de sterkte van de interacties tussen de moleculen van het oplosmiddel en de moleculen van het polymeer. Hoe sterker deze interacties, des te meer de polymeerketens uitgerokken worden en des te hoger de viscositeit.

Indien de dichtheid van een verdunde oplossing weinig of niet verschilt van die van het zuivere oplosmiddel, dan wordt het verband tussen de ‘gereduceerde viscositeit’ η_{red} (in mL/g) van de polymeeroplossing en de concentratie c (in g/mL) uitgedrukt als:

$$\eta_{red} = \frac{t - t_0}{t_0 c}$$

Hierin zijn t en t_0 de doorstroomtijden van respectievelijk de polymeeroplossing en het zuivere oplosmiddel.

De gereduceerde viscositeit van verdunde polymeeroplossingen varieert met de concentratie volgens de vergelijking:

$$\eta_{red}(c) = [\eta] + kc,$$

Hierin is k een parameter (mL^2/g^2), en is $[\eta]$ de ‘intrinsieke viscositeit’ (mL/g). De intrinsieke viscositeit $[\eta]$ wordt bepaald door extrapolatie van de gereduceerde viscositeit naar een polymeerconcentratie gelijk aan nul. Over het algemeen wordt het verband tussen de intrinsieke viscositeit en de molecuulmassa M van het polymer gegeven door de Mark-Kuhn-Houwink vergelijking:

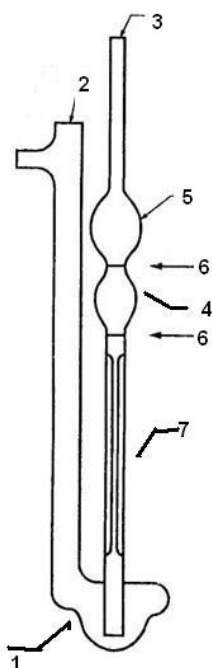
$$[\eta] = KM^\alpha,$$

Hierin zijn K en α constanten/parameters voor een specifiek oplosmiddel-polymeerpaar bij een gegeven temperatuur.

Dus, M kan afgeleid worden uit de Mark-Kuhn-Houwinkvergelijking met behulp van de experimenteel bepaalde $[\eta]$ en referentiegegevens voor K en α .

Exp. 3	Naam _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode _____	Pnt.	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	62

Hoe wordt er gewerkt met een viscosimeter?



- | |
|---|
| <p>1 – Opvangreservoir
 2, 3 – Verlengstukken (glazen buisjes)
 4 – Meetreservoir
 5 – Toevoegreservoir
 6 – Maatstreepjes
 7 – Capillair</p> |
|---|

- Monteer de viscosimeter op het statief. Het verlengstuk (3) staat vertikaal, en het opvangreservoir (1) rust op de basis van het statief. Verschuif de bevestigingsklem naar een zo laag mogelijke stand.
- Breng 10 mL van de te meten vloeistof in het opvangreservoir via het verlengstuk (2). Maak gebruik van een pipet.
- Plaats de pipetvuller of de rubberen zuigballon op het bovineinde van verlengstuk (3) en zuig de vloeistof in het meetreservoir (4). De vloeistof moet opgezogen worden tot in het toevoegreservoir (5). Tijdens het opzuigen mogen geen luchtballen gevormd worden in het capillair (7) en in de reservoirs (4, 5). Zulke ballen veroorzaken significante experimentele meetfouten. De vloeistofmeniscus moet zich ongeveer 10 mm boven de bovenste maatstreep (6) bevinden.
- Zet de chronometer (stopwatch) op nul en verwijder de pipetvuller of rubberen ballon uit verlengbuis (3). De vloeistof begint nu naar beneden te stromen in opvangreservoir (1).
- Meet de **doorstroomtijd**: start de tijdmeting op het ogenblik dat de vloeistofmeniscus de bovenste maatstreep (6) passeert; stop de tijdmeting wanneer de vloeistofmeniscus de onderste maatstreep (6) passeert.

**Let op: Behandel de viscosimeter met de grootste voorzichtigheid!
Bij een eventuele breuk wordt de viscosimeter niet vervangen!
Als je de viscosimeter breekt, meld dit dan aan de zaalassistent. Je kan dan, in overleg met de zaalassistent, proberen het experiment toch uit te voeren met behulp van een 25 mL pipet en een beker.**

Exp. 3	Naam _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode _____	Pnt.	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	62

Reinig de viscosimeter driemaal met kraanwater en eenmaal met gedestilleerd water voordat je een nieuw polymeermonster begint te meten. Het is niet nodig om te spoelen met de polymeeroplossing omdat dit slechts een verwaarloosbaar kleine meetfout veroorzaakt.

Het is NIET vereist om alle tabelvakjes of 'antwoordvakjes' in te vullen. Voer zoveel metingen uit als nodig is om een accuraat gemiddelde te berekenen.

Procedure

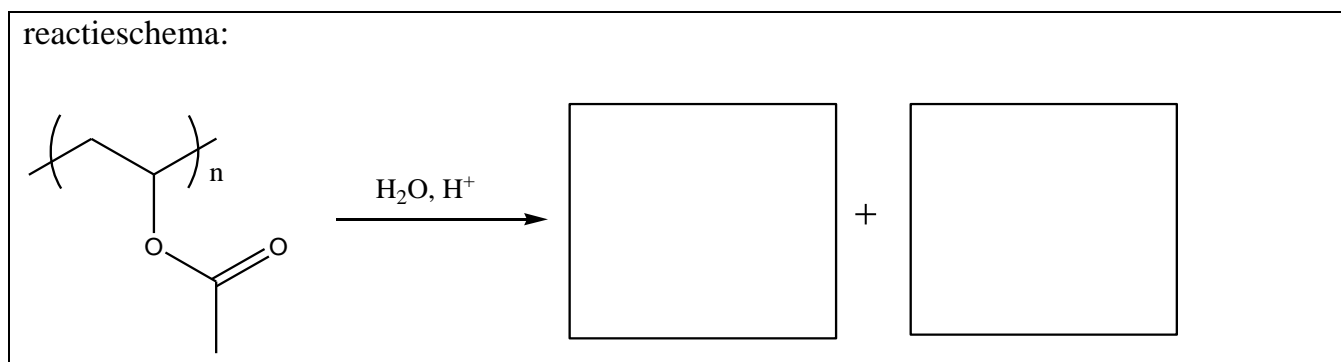
Je ontvangt een set van waterige polymeeroplossingen (0,01 g/mL, stockoplossingen). Drie van de P1 tot P4 gemerkte flesjes bevatten oplossingen van polyvinylalcohol. Een vierde flesje bevat een oplossing van partieel gehydrolyseerd polyvinylacetaat met *ca.* 10% niet-gehydrolyseerde eenheden. Het is niet bekend welke van de vier P1 tot P4 gemerkte flesjes het partieel gehydrolyseerd polyvinylacetaat bevat. De molecuulmassa's van de polymeren P1 tot P4 staan in de onderstaande Tabel.

globale molecuulmassa	monstercode
26650	P2
50850	P1
65300	P4
91900	P3

Monster X is een oplossing van polyvinylalcohol met een onbekende molecuulmassa.

In deze opdracht moet je uitzoeken welke van de P1 tot P4 gemerkte flesjes de oplossing van het partieel gehydrolyseerd polyvinylacetaat bevat, en moet je ook de molecuulmassa van polymeer X bepalen.

1. Vul het reactieschema van de vorming van polyvinylalcohol door hydrolyse van polyvinylacetaat aan.



Exp. 3	Naam _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode _____	Pnt.	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	62

2. Kruis in het vak hieronder aan welk polymeer de sterkste interacties met water ondergaat. Vergelijk ook de viscositeit van de oplossingen van het volledig en het partieel gehydrolyseerd polyvinylacetaat. Neem aan dat de polymeren dezelfde molecuulmassa hebben en hun oplossingen dezelfde concentratie.

polyvinylalcohol	<input type="checkbox"/>
partieel gehydrolyseerd polyvinylacetaat	<input type="checkbox"/>
vergelijk de viscositeiten:	
η polyvinylalcohol _____	η partieel gehydrolyseerd polyvinylacetaat _____ (vul in <, of >, of \approx)

3. Meet de doorstroomtijd van het zuivere oplosmiddel (gedestilleerd water). Je hoeft niet alle vakjes van de tabel in te vullen; gebruik er zoveel als nodig is. Bereken het gemiddelde van de betrouwbare waarden.

gemiddelde waarde: _____ s

4. Meet de doorstroomtijd van elke stockoplossing P1 tot P4 en van oplossing X. Bereken voor elke oplossing de gereduceerde viscositeit. Je hoeft niet elke cel van de antwoordtabel hieronder in te vullen. Voer zoveel metingen uit als nodig is om een goed gemiddelde te verkrijgen.

monster (<i>M</i>)	P2 (26650)	P1 (50850)	P4 (65300)	P3 (91900)	X
doorstroomtijd (s)					
gemiddelde doorstroomtijd	_____ s	_____ s	_____ s	_____ s	_____ s

Berekeningen:

Exp. 3	Naam _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode _____	Pnt.	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	62

Monster (<i>M</i>)	P2 (26650)	P1 (50850)	P4 (65300)	P3 (91900)	X
gereduceerde viscositeit van de stockoplossingen, (mL/g)					

5. Omcirkel in de tabel hieronder welke oplossing (P1, P2, P3 of P4) de oplossing met het partieel gehydrolyseerd polyvinylacetaat is. **Tip:** Betrek hierin de eerder vermelde molecuulmassa van de polymeren P1 tot P4.

P1	P2	P3	P4
----	----	----	----

GEBRUIK DIT POLYMEER NIET MEER IN HET VOLGENDE GEDEELTE VAN DE OPDRACHT.

6. Kies uit de overblijvende oplossingen van polyvinylalcohol de twee meest geschikte voor de bepaling van de parameters in de Mark-Kuhn-Houwink vergelijking en de berekening van de molecuulmassa van de onbekende X. Omcirkel in de tabel hieronder welke oplossingen met verschillende molecuulmassa je hiertoe kiest. Neem aan dat de absolute fout op de bepaling van de intrinsieke viscositeit niet afhangt van de molecuulmassa van het monster.

P1	P2	P3	P4
----	----	----	----

7. Bereid een aantal verdunningen voor elk van de volgende drie oplossingen van polyvinylalcohol: voor de onbekende (X) en voor de twee monsters gekozen in vraag 6. Maak hiertoe gebruik van het geschikte maatglaswerk om verdunningen te maken. Vul onderstaande tabel stapsgewijs in: NIET elke cel hoeft te worden ingevuld; bepaal zelf hoeveel metingen nodig zijn.

- Meet de doorstroomtijd voor elk van de oplossingen.
- Bereken de overeenkomstige gereduceerde viscositeit. Voor de verdunde oplossingen mag je de dichtheid van de polymeeroplossing gelijkstellen aan die van water. Bepaal de intrinsieke viscositeit voor elk van de bestudeerde monsters.
- Lever de grafiek(en) in samen met je antwoordboekje. **Let op:** indien je de gegevens voor de drie oplossingen wilt uitzetten in één diagram, gebruik dan duidelijk verschillende symbolen voor elke set van gegevens en vermeld welk symbool bij welke oplossing hoort.

Exp. 3	Naam _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode _____	Pnt.	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	62

Monster: ____												
Concentratie (g/mL)												
Stockoplossing (mL)												
Water (mL)												
Doorstroomtijd (s)												
Gemiddelde doorstroomtijd (s)												
Gereduceerde viscositeit (mL/g)												
Intrinsieke viscositeit [η] (mL/g)												

Monster: ____												
Concentratie (g/mL)												
Stockoplossing (mL)												
Water (mL)												
Doorstroomtijd (s)												
Gemiddelde doorstroomtijd (s)												
Gereduceerde viscositeit (mL/g)												
Intrinsieke viscositeit [η] (mL/g)												

Exp. 3	Naam _____	Vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Totaal
	Studentcode _____	Pnt.	3	2	0	27.5	5	0	19.5	4	1	62

Monster: ____					
Concentratie (g/mL)					
Stockoplossing (mL)					
Water (mL)					
Doorstroomtijd (s)					
Gemiddelde doorstroomtijd (s)					
Gereduceerde viscositeit (mL/g)					
Intrinsieke viscositeit [η] (mL/g)					

Overzicht van de experimentele resultaten (uitsluitend de meetwaarden invullen)

Monster	P__	P__	X
Concentratie (c) (g/mL):	0,01	0,01	0,01
Gereduceerde viscositeit (η_{red}) (mL/g)			
c (verdunning 1) (g/mL):			
η_{red} (mL/g)			
c (verdunning 2) (g/mL):			
η_{red} (mL/g)			
c (verdunning 3) (g/mL):			
η_{red} (mL/g)			
c (verdunning 4) (g/mL):			
η_{red} (mL/g)			
c (verdunning 5) (g/mL):			
η_{red} (mL/g)			

IUPAC Periodic Table of the Elements

1 H hydrogen [1.007; 1.009]																	18 He helium 4.003																														
3 Li lithium [6.938; 6.997]	4 Be beryllium 9.012											5 B boron [10.80; 10.83]	6 C carbon [12.00; 12.02]	7 N nitrogen [14.00; 14.01]	8 O oxygen [15.99; 16.00]	9 F fluorine 19.00	10 Ne neon 20.18																														
11 Na sodium 22.99	12 Mg magnesium 24.31											13 Al aluminium 26.98	14 Si silicon [28.08; 28.09]	15 P phosphorus 30.97	16 S sulfur [32.05; 32.08]	17 Cl chlorine [35.44; 35.46]	18 Ar argon 39.95																														
19 K potassium 39.10	20 Ca calcium 40.08	21 Sc scandium 44.96	22 Ti titanium 47.87	23 V vanadium 50.94	24 Cr chromium 52.00	25 Mn manganese 54.94	26 Fe iron 55.85	27 Co cobalt 58.93	28 Ni nickel 58.69	29 Cu copper 63.55	30 Zn zinc 65.38(2)	31 Ga gallium 69.72	32 Ge germanium 72.63	33 As arsenic 74.92	34 Se selenium 78.96(3)	35 Br bromine 79.90	36 Kr krypton 83.80																														
37 Rb rubidium 85.47	38 Sr strontium 87.62	39 Y yttrium 88.91	40 Zr zirconium 91.22	41 Nb niobium 92.91	42 Mo molybdenum 95.96(2)	43 Tc technetium	44 Ru ruthenium 101.1	45 Rh rhodium 102.9	46 Pd palladium 106.4	47 Ag silver 107.9	48 Cd cadmium 112.4	49 In indium 114.8	50 Sn tin 118.7	51 Sb antimony 121.8	52 Te tellurium 127.6	53 I iodine 126.9	54 Xe xenon 131.3																														
55 Cs caesium 132.9	56 Ba barium 137.3	57-71 lanthanoids	72 Hf hafnium 178.5	73 Ta tantalum 180.9	74 W tungsten 183.8	75 Re rhenium 186.2	76 Os osmium 190.2	77 Ir iridium 192.2	78 Pt platinum 195.1	79 Au gold 197.0	80 Hg mercury 200.6	81 Tl thallium [204.3; 204.4]	82 Pb lead 207.2	83 Bi bismuth 209.0	84 Po polonium	85 At astatine	86 Rn radon																														
87 Fr francium	88 Ra radium	89-103 actinoids	104 Rf rutherfordium	105 Db dubnium	106 Sg seaborgium	107 Bh bohrium	108 Hs hassium	109 Mt meitnerium	110 Ds darmstadtium	111 Rg roentgenium	112 Cn copernicium		114 Fl flerovium		116 Lv livermorium																																
<table border="1"> <tr> <td>57 La lanthanum 138.9</td> <td>58 Ce cerium 140.1</td> <td>59 Pr praseodymium 140.9</td> <td>60 Nd neodymium 144.2</td> <td>61 Pm promethium</td> <td>62 Sm samarium 150.4</td> <td>63 Eu europium 152.0</td> <td>64 Gd gadolinium 157.3</td> <td>65 Tb terbium 158.9</td> <td>66 Dy dysprosium 162.5</td> <td>67 Ho holmium 164.9</td> <td>68 Er erbium 167.3</td> <td>69 Tm thulium 168.9</td> <td>70 Yb ytterbium 173.1</td> <td>71 Lu lutetium 175.0</td> </tr> <tr> <td>89 Ac actinium</td> <td>90 Th thorium 232.0</td> <td>91 Pa protactinium 231.0</td> <td>92 U uranium 238.0</td> <td>93 Np neptunium</td> <td>94 Pu plutonium</td> <td>95 Am americium</td> <td>96 Cm curium</td> <td>97 Bk berkelium</td> <td>98 Cf californium</td> <td>99 Es einsteinium</td> <td>100 Fm fermium</td> <td>101 Md mendelevium</td> <td>102 No nobelium</td> <td>103 Lr lawrencium</td> </tr> </table>																		57 La lanthanum 138.9	58 Ce cerium 140.1	59 Pr praseodymium 140.9	60 Nd neodymium 144.2	61 Pm promethium	62 Sm samarium 150.4	63 Eu europium 152.0	64 Gd gadolinium 157.3	65 Tb terbium 158.9	66 Dy dysprosium 162.5	67 Ho holmium 164.9	68 Er erbium 167.3	69 Tm thulium 168.9	70 Yb ytterbium 173.1	71 Lu lutetium 175.0	89 Ac actinium	90 Th thorium 232.0	91 Pa protactinium 231.0	92 U uranium 238.0	93 Np neptunium	94 Pu plutonium	95 Am americium	96 Cm curium	97 Bk berkelium	98 Cf californium	99 Es einsteinium	100 Fm fermium	101 Md mendelevium	102 No nobelium	103 Lr lawrencium
57 La lanthanum 138.9	58 Ce cerium 140.1	59 Pr praseodymium 140.9	60 Nd neodymium 144.2	61 Pm promethium	62 Sm samarium 150.4	63 Eu europium 152.0	64 Gd gadolinium 157.3	65 Tb terbium 158.9	66 Dy dysprosium 162.5	67 Ho holmium 164.9	68 Er erbium 167.3	69 Tm thulium 168.9	70 Yb ytterbium 173.1	71 Lu lutetium 175.0																																	
89 Ac actinium	90 Th thorium 232.0	91 Pa protactinium 231.0	92 U uranium 238.0	93 Np neptunium	94 Pu plutonium	95 Am americium	96 Cm curium	97 Bk berkelium	98 Cf californium	99 Es einsteinium	100 Fm fermium	101 Md mendelevium	102 No nobelium	103 Lr lawrencium																																	

Key:
atomic number
Symbol
name
standard atomic weight

Notes

- IUPAC 2009 Standard atomic weights abridged to four significant digits (Table 4 published in *Pure Appl. Chem.* 83, 359-396 (2011); doi:10.1351/PAC-REP-10-09-14). The uncertainty in the last digit of the standard atomic weight value is listed in parentheses following the value. In the absence of parentheses, the uncertainty is one in that last digit. An interval in square brackets provides the lower and upper bounds of the standard atomic weight for that element. No values are listed for elements which lack isotopes with a characteristic isotopic abundance in natural terrestrial samples. See PAC for more details.

- "Aluminum" and "caesium" are commonly used alternative spellings for "aluminium" and "caesium."

- Claims for the discovery of all the remaining elements in the last row of the Table, namely elements with atomic numbers 113, 115, 117 and 118, and for which no assignments have yet been made, are being considered by a IUPAC and IUPAP Joint Working Party.

For updates to this table, see iupac.org/reports/periodic_table/. This version is dated 1 June 2012.

Copyright © 2012 IUPAC, the International Union of Pure and Applied Chemistry.



INTERNATIONAL UNION OF
PURE AND APPLIED CHEMISTRY