

12^e Nationale Chemieolympiade 1991

Akzo–Sassenheim Coatings Division

Dinsdag 18 juni 1991

Duur: 08.30 — 12.30 uur

Deel I: Theorie

1. Bij de beoordeling van het schriftelijk werk zal worden gelet op:
 - a. het vermelden van eenheden in de eindantwoorden, waar dat mogelijk is en
 - b. het compleet formuleren van de antwoorden, dus aangeven op welke wijze je tot het antwoord bent gekomen.

Derhalve geen te grote gedachtesprongen, maar ook niet een zeer uitvoerige beantwoording.

- c. het precies beantwoorden van wat gevraagd wordt: niet meer en niet minder.

2. Het werk bestaat uit 7 opgaven. Er kunnen maximaal 100 punten worden gescoord.

Zij zijn als volgt over de vragen verdeeld:

vraag	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
score	4	4	6	12	15	2	3	9	2	9	4	4	8	2	4	2	2	4	4

Totaal: 100 punten

3. Wij bevelen jullie aan iedere opgave eerst geheel door te lezen, vóór je begint met de beantwoording van de vragen.
4. De volgorde waarin je de opgaven gemaakt kunnen worden is willekeurig, maar maak daarom wel iedere opgave op een apart vel. Dat vereenvoudigt ons werk bij de correctie aanzienlijk. Wij kunnen dan de opgaven onder elkaar verdelen.

VEEL SUCCES, INSPIRATIE EN INVENTIVITEIT !!!

Opgave 1

De algemene molecuulformule van polyfluoralkanen is $C_nH_{2n+2-k}F_k$.

- 1 Geef de molecuulformule van het meest eenvoudige polyfluoralkaan waarin het massadeel koolstof 1/3 is.

Onderstaande vragen gaan over enkele polyfluoralkanen met onvertakte koolstofketen. Een voorbeeld van zo'n verbinding is 1,1,2-trifluorbutaan. In deze naam is 1,1,2 de plaatsaanduiding van de fluoratomen.

- 2 Geef van alle trifluorbutanen die géén asymmetrisch centrum hebben de plaatsaanduiding van de fluoratomen.

Wanneer in een molecuul een asymmetrisch centrum aanwezig is kan met *R* of *S* de absolute configuratie van dat centrum worden aangegeven.

Mesoverbindingen zijn niet optisch actieve verbindingen met meer dan één asymmetrisch centrum.

- 3 Teken van alle *meso*-pentafluorheptanen de Fischerprojectieformules en geef bij de asymmetrische centra in deze formules de absolute configuratie met *R* of *S* aan.

Opgave 2

Een complex ion bestaat uit een positief geladen metaalion met daaromheen neutrale en/of negatief geladen liganden. De stabiliteit van complexe ionen hangt van een aantal factoren af:

- de ruimte die de liganden tot hun beschikking hebben. Als bijvoorbeeld de verhouding tussen de straal van het centrale ion en die van het ligand kleiner wordt dan 0,414 dan is er geen vlakke 4-omringing of octaëdrische omringing meer mogelijk.
- het kristalveld, veroorzaakt door de liganden, kan voor energiewinst zorgen doordat de ontaarding van de d-orbitalen van het centrale ion opgeheven wordt.

- de polariseerbaarheid van de liganden C is de mate waarin de elektronenwolk van het ligand verstoord kan worden door het centrale ion). Sterk polariseerbare liganden zorgen eerder voor neutralisatie van de lading van het centrale ion. Bij extreme polarisatie treedt er zelfs elektronenoverdracht op tussen ligand en centraal ion.

In onderstaande tabel vind je vijf koppels complexe ionen.

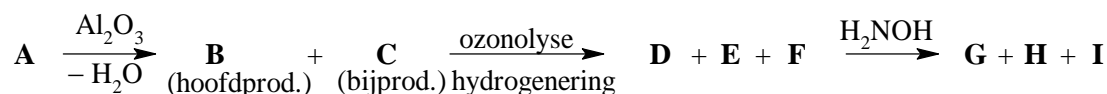
- 4 Neem de laatste twee kolommen van de tabel over en vul deze in. Geef voor elk koppel een korte verklaring van je keuzen.

koppel	I	II	meest stabiel (I of II)	factor (1, 2 of 3)
1	$\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$	$\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6^{2+}$		
2	$\text{Co}(\text{CN})_6^{3-}$	$\text{Co}(\text{CN})_6^{4-}$		
3	CoF_6^{4-}	CoBr_6^{4-}		
4	$\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$	FeI_6^{3-}		
5	FeBr_4^{2+}	FeO_4^{2-}		

Opgave 3

A is een organische verbinding. De dichtheid van A in de gasfase (herleid op 273 K en 1,00 atm) is $4,5615 \text{ g dm}^{-3}$. Dehydratering van A met Al_2O_3 levert per mol A een mol water. Hierbij ontstaat hoofdproduct B en een zeer kleine hoeveelheid bijproduct C. Het mengsel van B en C ondergaat eerst een ozonolyse en dan een katalytische hydrogenering. Dit levert producten D, E en F.

D en E (die allebei uit B zijn ontstaan) reageren beide met Fehling's reagens; F reageert daar niet mee. Het mengsel van D, E en F geeft na behandeling met hydroxylamine slechts drie van de vier theoretisch mogelijke oximen G, H en I. Dit komt doordat de vorming van oximen sterk afhankelijk is van sterische interactie. In schema:



- 5 Geef de structuurformules van de verbindingen A tot en met I.
- 6 Verklaar de vorming van het bijproduct C.

Opgave 4

De Kolbereactie is een methode om alkanen te synthetiseren door middel van de elektrolyse van alkaanzuren. Hiertoe wordt aan een oplossing van een eenwaardig alkaanzuur, RCOOH , in water een ondermaat natronloog toegevoegd. Het zo ontstane alkaanzuur/alkanoaatmengsel wordt vervolgens geëlektrolyseerd. Aan de negatieve elektrode ontstaat daarbij waterstofgas. Aan de positieve elektrode wordt uit RCOO^- -ionen $\text{R}-\text{R}$ gevormd. Het mechanisme van deze reactie kan in drie stappen worden weergegeven. De eerste stap is de afgifte van een elektron door $\text{R}-\text{COO}^-$, waarbij een radicaal ontstaat.

- 7 Geef de drie stappen van het mechanisme van deze halfreactie weer.

In een elektrolysecel brengt men 80 cm^3 van een oplossing die $1,0 \text{ mol}$ van een eenwaardig alkaanzuur per liter bevat. Hieraan voegt men 20 cm^3 $1,0 \text{ M}$ natronloog toe. Men elektrolyseert deze oplossing onder flink roeren en vangt de ontstane gassen op. Men stopt de elektrolyse als er een hoeveelheid lading van $1929,86 \text{ C}$ door de opstelling is gegaan. De vrijgekomen gassen worden verbrand in overmaat zuurstof. De verbrandingsproducten leidt men achtereenvolgens door een wasfles met geconcentreerd zwavelzuur en een wast les met barietwater. Men vindt een massatoename van de wasfles met barietwater van $2,64 \text{ g}$.

- 8 Geef de structuurformule en de naam van het geëlektrolyseerde alkaanzuur.

Het elektrolysemengsel heeft na afloop een pH van $4,57$.

- 9 Bereken de K_z van het alkaanzuur.

■ Opgave 5

Men lost achtereenvolgens $1,0 \cdot 10^{-4}$ mol van een zwak eenwaardig organisch zuur op in 1 liter van de volgende oplossingen:

oplossing 1. zoutzuur; oplossing 2. natronloog; oplossing 3. bufferoplossing met $\text{pH} = 9,20$. Men meet de extincties van deze drie oplossingen bij een golflengte $\lambda = 285 \text{ nm}$ en vindt de volgende meetresultaten:

oplossing	extinctie E
zoutzuur	0,309
natronloog	0,501
buffer	0,373

- 10 Bereken de $\text{p}K_z$ waarde van het organische zuur.

■ Opgave 6

In een reactor wordt toluen geoxideerd met behulp van salpeterzuur. Bij dit proces komt per uur 3,54 kmol NO en 0,27 kmol NO_2 vrij. Het vrijgekomen mengsel van stikstofoxiden wordt in een reactor met lucht behandeld. Hierbij wordt stikstofmonooxide in stikstofdioxide omgezet met een rendement van 95 %. Vervolgens wordt dit gasmengsel in een andere reactor behandeld met lucht en stoom waarbij stikstofdioxide in salpeterzuur wordt omgezet. Het rendement van deze omzetting is ook 95 % (NO blijft in deze reactor onveranderd).

- 11 Geef de vergelijkingen van de twee reacties die leiden tot de vorming van salpeterzuur.
- 12 Bereken de uitstoot van stikstofoxiden in de atmosfeer in kmol per uur.
- 13 Bereken de gebruikte hoeveelheid lucht in $\text{m}^3 \text{ h}^{-1}$ (herleid op normaal omstandigheden $p = 1,00 \text{ atm}$ en $T = 273 \text{ K}$) als gegeven is dat de overmaat lucht zo groot is dat het gasmengsel dat in de atmosfeer uitgestoten wordt nog 5,00 vol % zuurstof bevat.

De uitstoot van stikstofoxiden kan verminderd worden door het gasmengsel dat bij dit proces vrijkomt eerst door een oplossing te leiden voordat het in de atmosfeer terecht komt.

- 14 Noem een oplossing die daarvoor geschikt is. Geef een verklaring voor je antwoord.

■ Opgave 7

Van het koolhydraat) D-ribose kunnen in oplossing de moleculen vier cyclische vormen aannemen.

- 15 Leg uit dat er inderdaad vier cyclische vormen bestaan van ribose.
- 16 Teken de meest stabiele 6-ringconformatie van ribose.
- 17 Teken de structuurformule van het osazon van ribose.
- 18 Teken de Fischerprojecties van de open vorm van twee andere koolhydraten die hetzelfde osazon vormen als ribose.

Osazonvorming speelt een rol bij het onderscheiden van RNA en DNA.

- 19 Leg uit hoe met behulp van osazonvorming dit onderscheid gemaakt kan worden.

Uitwerking

Opgave 1

$$\square 1 \quad \frac{n \cdot 12}{n \cdot 12 + (2n + 2 - k) \cdot 1 + k \cdot 19} = \frac{1}{3} \Rightarrow \frac{12n}{14n + 18k + 2} = \frac{1}{3}$$

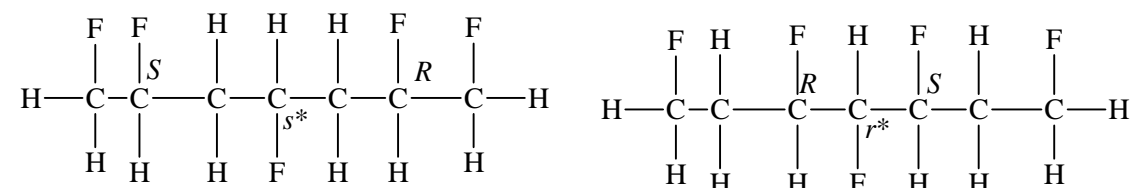
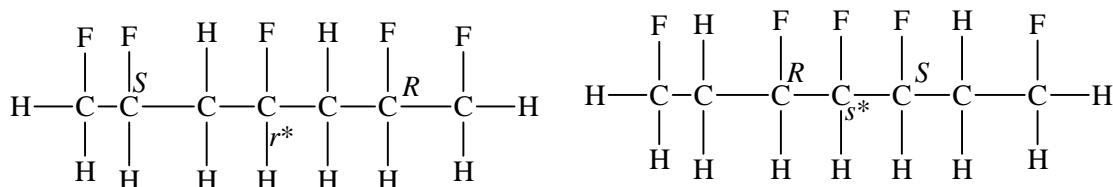
$$12n = 4\frac{2}{3}n + 6k + \frac{2}{3} \Rightarrow 7\frac{1}{3}n = 6k + \frac{2}{3}; 22n = 18k + 2$$

eenvoudigste oplossing: $n = 5, k = 6 \Rightarrow \text{C}_5\text{H}_6\text{F}_6$

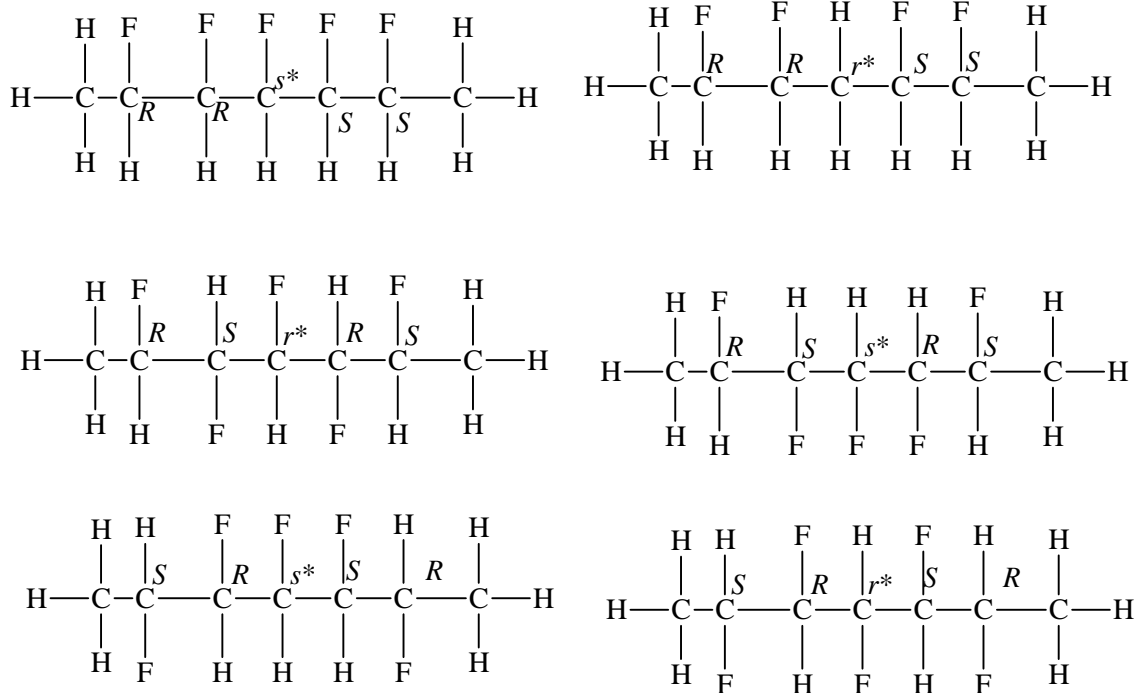
$\square 2$ Géén asymmetrisch centrum \Rightarrow elk C-atoom moet minstens 2 dezelfde substituenten hebben. Dit geeft de volgende mogelijkheden: 1,1,1; 1,1,4; 1,2,2; 1,3,3

$\square 3$ Mesoverbindingen hebben meer dan één asymmetrisch centrum; ze moeten echter wel symmetrievlak hebben. Conclusie 2 of meer asymmetrische centra. Kop en staart kunnen niet asymmetrisch zijn. Als er 2F aan één C zitten, kunnen de drie overige F niet voor 2 asymmetrische centra zorgen, die symmetrisch geplaatst zijn.

2 centra:



*) Aan het middelste C-atoom zitten 2 gespiegelde substituenten met dezelfde prioriteit, een H en een F. Men noemt dit pseudo-asymmetrisch. Met een kleine letter geeft men de configuratie aan: bij de gespiegelde substituenten gaat R voor S.



Opgave 2

□4

bij koppel 1 en 2 octaëdrisch veld

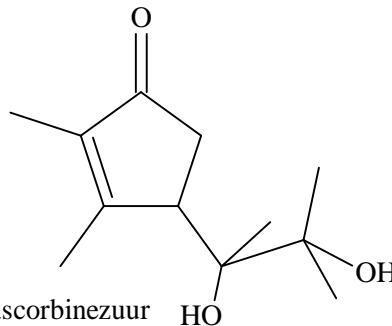
koppel 1 zwak veld

koppel 2 sterk veld

bij koppel 3: $r(\text{Br}^-) \gg r(\text{F}^-) \Rightarrow$ in veel te weinig plaats voor Br^- .

bij koppel 4+5: de grote I^- en Br^- polariseerbaar dan de kleine CN^- zelfs e^- overdracht mogelijk tussen

Bovendien is I^- zo groot dat octaëdrische omringing niet mogelijk is.



ascorbinezuur

1	II	2*
2	I	2*
3	I	1*
4	I	3+1*
5	II	3*

een octaëdrisch veld is er

ionen zijn meer en O^{2-} ionen. Bij 4 is er I^- en Fe^{3+} (Binas).

Opgave 3

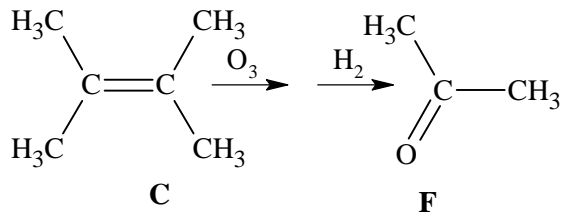
□5 dehydratering per mol A één mol water \Rightarrow alcohol met één OH

$$\text{Uit } \rho \text{ volgt: } 4,5615 \frac{\text{g}}{\text{dm}^3} \cdot 22,414 \frac{\text{dm}^3}{\text{mol}} = 102,2 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

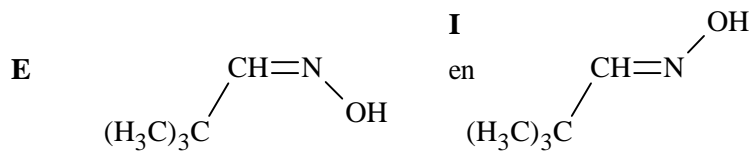
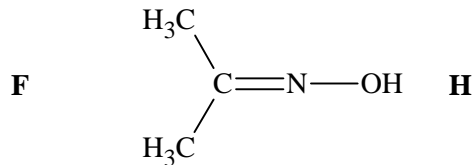
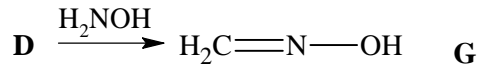
B levert na ozonolyse en hydrogenering slechts twee aldehyden (Fehling's) \Rightarrow één dubbele binding, waarbij aan beide zijden een koolstof met één H zit. Na dehydratatie slechts één dubbele binding \Rightarrow A

$$= \text{alkanol, } \text{C}_n\text{H}_{2n+2}\text{O}; M = 102,2 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \Rightarrow \text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}$$

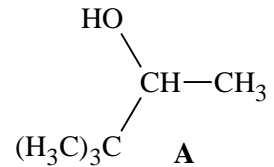
C levert slechts één keton (geen Fehling's) na ozonolyse en hydrogenering \Rightarrow C moet symmetrisch zijn en aan de C-atomen van de dubbele binding twee alkylgroepen hebben. Dus:



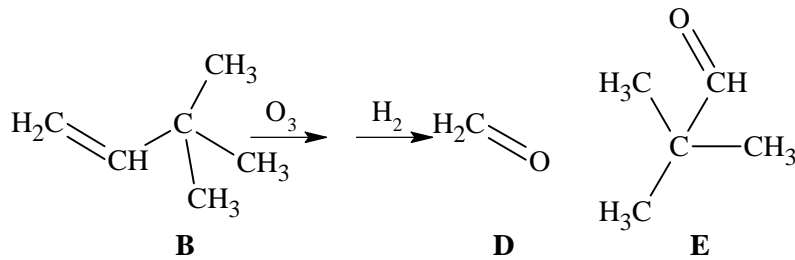
mogelijke oximen:



niet stabiel vanwege sterische interactie. In het carbokation dat ontstaat uit **A** is 1,2-methylshift mogelijk.



- 6 Nevenproduct **C** ontstaat uit hoofdproduct **B** door 1,2-methylshift (er ontstaat een stabielere carbokation als intermediair) ⇒



Opgave 4

- 7 1. $\text{R}-\text{COO}^- \rightarrow \text{RCOO}\cdot + \text{e}^-$
 2. $\text{RCOO}\cdot \rightarrow \text{R}\cdot + \text{CO}_2$
 3. $2\text{R}\cdot \rightarrow \text{R}-\text{R}$
 □8 totaalvgl elektrolyse: $2 \text{RCOOH} \rightarrow \text{R}-\text{R} + 2 \text{CO}_2 + \text{H}_2$

$$\frac{1929,86 \text{ C}}{9,64867 \cdot 10^4 \frac{\text{C}}{\text{mol}}} \hat{=} 2,000 \cdot 10^{-2} \text{ mol e}^- \hat{=} 1,000 \cdot 10^{-2} \text{ mol R-R}$$

Stel $\text{R} = \text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ dan $\text{R}-\text{R} = \text{C}_{2n}\text{H}_{4n+2}$

volledige verbranding: $\text{C}_{2n}\text{H}_{4n+2} \rightarrow 2n \text{CO}_2$

elektrolyse: 2CO_2

totaal / mol R-R: $2n+2 \text{ mol CO}_2$

$$\frac{2,64 \text{ g CO}_2}{44,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 6,000 \cdot 10^{-2} \text{ mol CO}_2 \Rightarrow 2n+2 = 6 \Rightarrow n = 2 \Rightarrow \text{propaanzuur, C}_2\text{H}_5\text{COOH}$$

- 9 begin elektrolyse: $80 \text{ mL} \cdot 1,0 \text{ mol L}^{-1} \hat{=} 80 \text{ mmol RCOOH}$
 $(\text{RCOOH} + \text{OH}^- \rightarrow \text{RCOO}^- + \text{H}_2\text{O}) 20 \text{ mL} \cdot 1,0 \text{ mol L}^{-1} \text{ loog} \hat{=} 20 \text{ mmol OH}^-$

100 mL opl. $\hat{=}$ 60 mmol RCOOH + 20 mmol RCOO⁻
 tijdens elektrolyse: $2,00 \cdot 10^{-2}$ mol e⁻ $\hat{=}$ 20 mmol RCOOH
 na elektrolyse: 40 mmol RCOOH en 20 mmol RCOO⁻

$$K_z = [\text{H}^+] \cdot \frac{[\text{RCOO}^-]}{[\text{RCOOH}]} = 10^{-4,57} \cdot \frac{20}{40} = 1,3 \cdot 10^{-5}$$

■ Opgave 5

$$\square 10 \quad \text{Stel } \varepsilon \cdot l = \varepsilon_1 \text{ dan: } \varepsilon_1(\text{HZ}) \cdot 1,0 \cdot 10^{-4} = 0,309 \Rightarrow \varepsilon_1(\text{HZ}) = \frac{0,309}{1,0 \cdot 10^{-4}} = 3,09 \cdot 10^3$$

$$\varepsilon_1(\text{Z}^-) \cdot 1,0 \cdot 10^{-4} = 0,501 \Rightarrow \varepsilon_1(\text{Z}^-) = \frac{0,501}{1,0 \cdot 10^{-4}} = 5,01 \cdot 10^3$$

$$0,373 = 3,09 \cdot 10^3 \cdot x + 5,01 \cdot 10^3 \cdot (1,0 \cdot 10^{-4} - x)$$

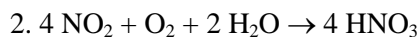
$$3,09 \cdot 10^3 \cdot x + 0,501 - 5,01 \cdot 10^3 x = 0,373 \Rightarrow x = 6,66 \cdot 10^{-5} \text{ mol L}^{-1} = [\text{HZ}]$$

$$[\text{Z}^-] = 1,0 \cdot 10^{-4} - 6,66 \cdot 10^{-5} = 3,33 \cdot 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$$

$$K_z = [\text{H}^+] \cdot \frac{[\text{Z}^-]}{[\text{HZ}]} ; \text{p}K_z = \text{pH} - \log \frac{[\text{Z}^-]}{[\text{HZ}]} = 9,20 - \log \frac{3,33 \cdot 10^{-5}}{6,66 \cdot 10^{-5}} = 9,50$$

■ Opgave 6

$$\square 11 \quad 1. \quad 2 \text{ NO} + \text{O}_2 \rightarrow 2 \text{ NO}_2$$



$$\square 12 \quad \text{rendement } 1^{\text{e}} \text{ reactie } 95\% \Rightarrow 5,0\% \text{ niet omgezet NO}$$

rendement 2^{e} reactie $95\% \Rightarrow 5,0\%$ niet omgezet NO₂

$$\text{NO}_x: 0,05 \cdot 3,54 = 0,177 \text{ kmol/u NO}$$

$$0,05 \cdot (0,95 \cdot 3,54 + 0,27) = 0,182 \text{ kmol/u NO}_2$$

$$\text{totaal NO}_x: \quad \quad \quad 0,359 \text{ kmol/u}$$

$$\square 13 \quad \text{O}_2 \text{ benodigd bij reactie 1: } 0,95 \cdot 3,54 \cdot \frac{1}{2} = 1,682$$

$$\text{reactie 2: } 0,95 \cdot (0,95 \cdot 3,54 + 0,27) \cdot \frac{1}{4} = 0,863$$

$$\text{totaal benodigd O}_2: 2,545 \text{ kmol/u}$$

$$\text{Samenstelling gasmengsel: } \text{N}_2: 2,545 \cdot \frac{79}{21} = 9,573$$

$$\text{NO}_x: \quad 0,359$$

$$\text{O}_2 \text{ (overmaat)} \quad x$$

$$\text{totaal: } x + 9,932$$

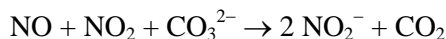
$$\text{overmaat O}_2 \text{ is } 5,0\% \Rightarrow \frac{x}{x + 9,932} = 5,0 \cdot 10^{-2}$$

$$0,95x = 0,4966 \Rightarrow x = 0,523$$

$$\text{totaal gebruikt O}_2: 2,545 + 0,523 = 3,068 \text{ kmol/u}$$

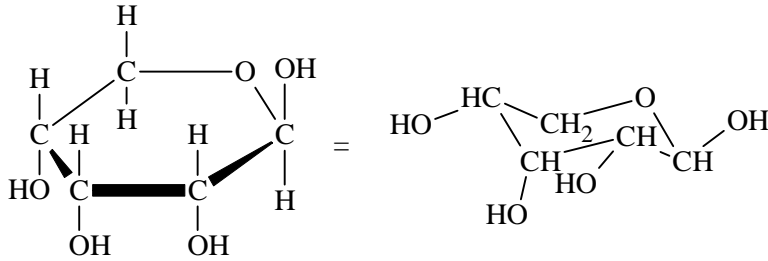
$$3,068 \text{ kmol/u} \cdot 22,414 \text{ m}^3/\text{kmol} = 68,76 \text{ m}^3/\text{u}$$

$$\square 14 \quad \text{Met een basische oplossing, want NO}_x \text{ is zuurvormend, bijvoorbeeld met CO}_3^{2-}\text{-opl.:}$$



Opgave 7

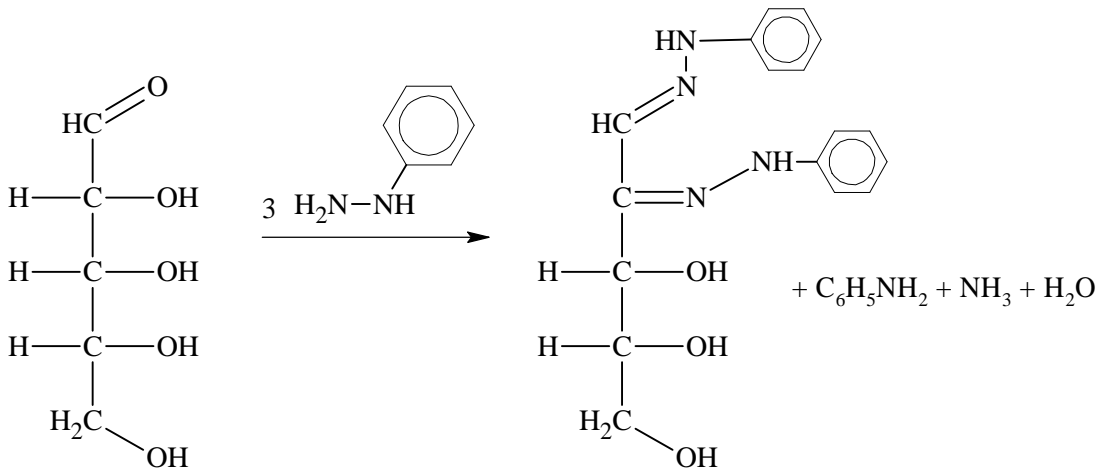
- 15 Binas geeft D-ribose als β -furanose (5-ring). Er is ook α -furanose en α - en β -pyranose (6-ring)



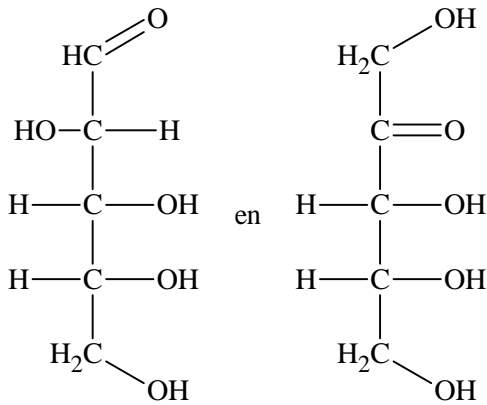
□16

stoelconformatie van β -D-ribopyranose met 3 OH-groepen equatoriaal

- 17 D-ribose in ketenformule



- 18 Het moeten α -hydroxysuikers zijn



- 19 Bij zure hydrolyse van RNA ontstaat onder andere D-ribose (α -hydroxysuiker)

Bij zure hydrolyse van DNA ontstaat onder andere 2-desoxy-D-ribose 2-desoxy-D-ribose (géén α -hydroxysuiker)

D-ribose kan *wel* een osazon vormen, 2-desoxy-D-ribose kan dat *niet*.

12^e Nationale Chemieolympiade

Practicumtoets

Woensdag 19 juni 1991, 13.00–17.30 uur, Gorlaeus Laboratoria der Rijksuniversiteit Leiden

Deze practicumtoets bestaat uit twee onderdelen:

A. Synthese van D-sorbitolhexaacetaat

B. Bepaling van het gehalte vitamine C in een tabletje

Tijdsduur van het practicum is 4½ uur.

Dat wil zeggen dat binnen deze tijd niet alleen de beide onderdelen moeten zijn uitgevoerd, maar ook de beide antwoordformulieren moeten zijn ingevuld!!

Je wordt alléén beoordeeld aan de hand van de antwoorden op deze formulieren bij de genummerde opdrachten. Een schatting van de benodigde tijd;

onderdeel A: 3 uur

onderdeel B: 1 uur

invullen formulieren: ½ uur

Je bent ingedeeld in groep 1 of 2.

Groep 1 begint met onderdeel A (de synthese) en gaat direct na overhandiging van het vochtige preparaat aan de zaalassistent door met onderdeel B.

Groep 2 begint met onderdeel B en gaat pas nadat dit volledig is afgerond verder met onderdeel A.

- Onderdeel B moet in ieder geval in duplo worden uitgevoerd. Indien er tijd over is (denk om invullen antwoordformulier!) kan de bepaling een derde keer worden uitgevoerd.
- Besteed de beschikbare tijd zo efficiënt mogelijk!
- Als je bij de uitvoering moeilijkheden ondervindt – in het bijzonder, als er iets aan de hand is met de apparatuur – roep dan de hulp in van de zaalassistent.

Je mag de laboratoriumruimte uitsluitend verlaten met toestemming van de zaalassistent.

Onderdeel A: de synthese van D-sorbitolhexaacetaat

Benodigdheden:

Chemicaliën	Apparatuur
azijnzuuranhydride	balans, 3 decimalen
D-sorbitol	bovenweger
natriumacetaat	smeltpuntapparatuur
40 % ethanol	waterstraalpomp
demiwater	verwarmingsmantel, 250 mL
ijs	en regelapparaat
puimsteentjes	

Andere

1 statief	1 maatcilinder, 50 mL
2 statiefklemmen	1 maatcilinder, 5 mL
2 mannetjes	1 vacuümerlenmeyer, 500 of
2 rubberslangen	1000 mL
1 rondbodemkolf, 250 mL	1 Büchnertrechter, klein
1 bekersglas, 100 mL	filterpapier, zwartband
2 bekersglazen, 250 mL	1 refluxkoeler
1 bekersglas, 1000 mL	1 tuitenrager
1 glazen roerstaafje	1 kurken ring, 250 mL
1 horlogeglas	1 opdraaitafel

Principe:

Men kan D-sorbitol (een suikeralcohol, $C_6H_{14}O_6 \cdot \frac{1}{2}$ of $1 H_2O$) volledig veresteren met azijnzuuranhydride. Om te voorkomen dat het reactiemengsel te zuur wordt, buffert men met natriumacetaat.

Uitvoering:

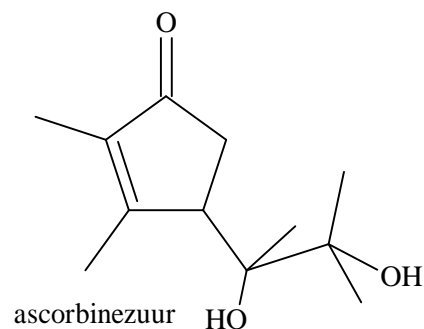
antwoordformulier

- Opdracht 1 * 5 g D-sorbitol op 2 decimalen nauwkeurig afwegen en overbrengen in rondbodemkolf, 250 mL. Voeg 4 g watervrij natriumacetaat, 30 mL azijnzuuranhydride en 2 puimsteentjes toe.
- * Laat dit mengsel 45 minuten koken met gebruik van terugvloeiakoeler. De oplossing is dan helder.
- Opdracht 2 * Bereken de maximale, theoretische opbrengst van D-sorbitolhexaacetaat in g.
- * Daarna wordt het reactiemengsel uitgegoten in een bekersglas met 30 g ijs. Plaats dit bekersglas in ijs voor verdere afkoeling. Er ontstaat een wit neerslag dat wordt afgezogen met een Büchnertrichter. Vervolgens wassen we met veel ijswater (maximaal tweemaal het volume van de trichter aan ijswater opgieten).
- * Kristalliseer nu om uit een warme, 40 % ethanol oplossing in water (maximaal 200 mL). Breng je preparaat na filtratie over in een 100 mL bekersglas. Merk het bekersglas en dek het af met een horlogeglas en overhandig het aan de zaalassistent.
- * De zaalassistent zorgt voor drogen van je preparaat. Voer intussen onderdeel B uit of vul je antwoordformulieren in.
- Opdracht 3/4 * Op aanwijzing van je zaalassistent bepaal je de massa en het smeltpunt van je preparaat.
- Opdracht 5 * Bereken het rendement van je preparaat in massa %.

Onderdeel B: de bepaling van het gehalte vitamine C in een tabletje

Benodigdheden:

Chemicaliën	Apparatuur
vitamine C tabletje	roermotor
kaliumjodide	millivoltmeter
1 % zetmeeloplossing	spanningsbron
spruitfles met demi water	2 weerstandsbanken
	1 stopwatch
Andere:	
roermagneet	8 contactsnoeren
opdraaitafel	2 contactklemmen
statief	2 platina elektrodes
2 klemmen en mannetjes	250 mL bekersglas



Principe:

Naast de elektrogravimetrie, waarbij de in oplossing aanwezige (metaal)ionen worden neergeslagen op de elektrode(s), rekent men ook de coulometrie tot de elektroanalytische methoden. Net behulp van een constante stroomsterkte wordt gedurende een bepaalde tijd een elektrolyse uitgevoerd. Uit de stroomsterkte en de tijdsduur berekent men de hoeveelheid van een stof in oplossing. In dit experiment wordt tijdens de elektrolyse jood gevormd, dat vervolgens snel met vitamine C (ascorbinezuur) reageert. Het eindpunt vindt men doordat overmaat jood met stijfjel (zetmeeloplossing) blauwkleuring geeft.

Uitvoering:
antwoordformulier

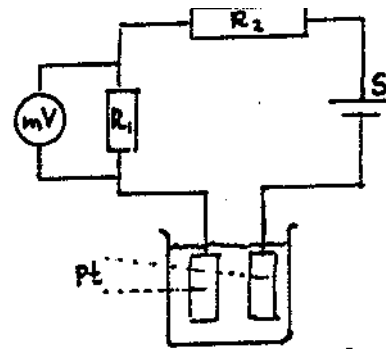
- * Bouw de elektrolyse opstelling, zoals hieronder weergegeven.
Laat deze opstelling controleren door de zaalassistent.
- Opdracht 6 * Paraaf van zaalassistent
- * Weeg ongeveer 20 a 25 mg vitamine C nauwkeurig af.
- Opdracht 7 * Noteer de massa.
- * Los de afgewogen hoeveelheid op in 100 mL demiwater.
N.B.: niet alles zal oplossen, maar dat is bindmiddel;
de bepaling wordt er niet door beïnvloed.
- * Voeg vervolgens overmaat (ongeveer 3 g) kaliumjodide toe en los dit onder roeren op.
Voeg ook 2 mL zetmeeloplossing toe.
- * Start de coulometrische elektrolyse door gelijktijdig inschakelen van de spanningsbron en de stopwatch. Blijf roeren.
- Opdracht 8 * Bereken de stroomsterkte tijdens de elektrolyse.
- Opdracht 9 * Zodra het omslagpunt bereikt is, wordt de stopwatch stil gezet en de spanningsbron uitgeschakeld. Noteer de tijdsduur.
- Opdracht 10 * Geef de reactievergelijkingen van de reacties die bij deze bepaling optreden.
- Opdracht 11 * Bereken het massa % ascorbinezuur in het vitamine C tabletje.

Coulometrische opstelling:

$$R_1 = 100 \Omega$$

$$R_2 = 500 \Omega$$

S = spanningsbron, stand 1



Antwoordformulier

Datum: 19 juni 1991

Naam:

Onderdeel A

1. Massa ingewogen D-sorbitol: g
2. Berekening maximale, theoretische opbrengst in g:
3. Massa D-sorbitol hexaacetaat (na droging): g
4. Smeltpunt van D-sorbitolhexaacetaat: °C
5. Berekening van het rendement in massa %:

Onderdeel B

6. Paraaf zaalassistent bij akkoord opstelling:

7

bepaling	1	2	3
massa vitamine C in mg			

8. Berekening van de stroomsterkte:

9

bepaling	1	2	3
tijdsduur elektrolyse			

10. Reactievergelijkingen/halfreacties:

Positieve pool:

Negatieve pool:

Titratievergelijking

11. Berekening massapercentage ascorbinezuur in vitamine C: