32e Nationale Scheikundeolympiade

**AkzoNobel Sassenheim**

**afd. RD&I**

**PRACTICUMTOETS**

**donderdag 9 juni 2011**

****

** **

### Aanwijzingen/hulpmiddelen

* Deze practicumtoets bestaat uit twee geïntegreerde onderdelen:  
  een synthese (synthese van een urethaan, modelverbinding) en een kinetische bepaling (voortgang van de reactie).
* Na 4 uur eindigt de practicumtoets. **Binnen deze tijd moet het bijbehorende antwoordblad ingevuld zijn, de grafiek getekend en de reactiesnelheidsconstante zijn berekend**.
* Een antwoordblad en een geruit papier zijn bijgevoegd.
* Na afloop van de hele practicumtoets moet het glaswerk nog schoongemaakt en opgeruimd worden (tot ca. 18.00 u).
* De maximumscore voor de gehele practicumtoets bedraagt 40 punten.
* De score wordt bepaald door:  
  praktische vaardigheid, netheid, veiligheid maximaal 10 punten  
  blancobepaling maximaal 10 punten  
  tijdsplanning maximaal 5 punten  
  *k*-waarde maximaal 5 punten  
  regressiefactor maximaal 10 punten
* Vermeld op antwoordblad en grafiekpapier je naam.
* Benodigde hulpmiddelen: rekenmachine , lineaal/geodriehoek en Binas.
* Lees eerst de inleiding en alle opdrachten door en begin daarna pas met de uitvoering.

**Extra:**

* Dit is een toets; het is niet toegestaan te overleggen met andere deelnemers.
* Wanneer je een vraag hebt, dan kun je deze stellen aan de assistent.
* Mocht er iets niet in orde zijn met je glaswerk of apparatuur, meld dit dan zodra je het ontdekt bij de assistent. Leen geen spullen van je buurman.

Practicumtoets 32e Nationale Scheikundeolympiade

### Inleiding

Tweecomponentlakken voor autoherstel of voor de ruimtevaart worden meestal gemaakt via een reactie tussen isocyanaten en alcoholen. Direct voorafgaand aan het lakken worden kleine polymeren (acrylaten of polyesters) met twee of meer OH-groepen gemengd met moleculen die meerdere isocyanaatgroepen (NCO-groepen) hebben. Met een geschikte katalysator (i.c. dibutyltindilauraat, DBTDL) verloopt de reactie tussen de OH-groepen en de NCO-groepen bij kamertemperatuur binnen enkele uren en bij hogere temperatuur zelfs nog sneller.



isocyanaat

urethaan

In deze reactie wordt een polymeer netwerk gevormd, waarbij de vloeibare lak omgezet wordt in een vaste, zeer sterke en duurzame dunne laag (film).

In deze practicumtoets bestuderen we een modelreactie tussen een commerciële polyisocyanaat, Tolonaat HDT-LV, en een alcohol, 2-ethylhexanol. Tijdens de reactie wordt de concentratie isocyanaat gemeten als functie van de tijd door middel van een terugtitratie. Uit de verkregen gegevens kan de reactiesnelheidsconstante en de halveringstijd worden berekend.

### Chemicaliën en reagentia

Tolonaat HDT-LV (commercieel polyisocyanaat met ongeveer 23% NCO)

2-ethylhexanol

dibutyltindilauraat (DBTDL, katalysator), 0,1% oplossing in butylacetaat

butylacetaat

dibutylamine, ~ 0,1 M in xyleen (nauwkeurige concentratie staat op de fles)

~ 0,1 M HCl-oplossing in water (nauwkeurige concentratie staat op de fles)

isopropanol in dispenser

broomfenolblauw (indicator)

### Apparatuur en glaswerk

erlenmeyer, 250 mL

buret, 50 mL

magneetroerder en vlo

250 mL bekerglazen

thermometer

### Reactiemengsel

Weeg in een 250 mL erlenmeyer af (en vul de ingewogen massa’s in op het antwoordblad):

18,7 g Tolonaat HDT-LV

13,0 g 2-ethylhexanol

63,5 g butylacetaat

Roer dit mengsel grondig met een roervlo/magneetroerder.

Voeg 4,8 g 0,1% oplossing toe van DBTDL in butylacetaat en meng zorgvuldig.

### Werkwijze

Houd tijdens de reactie de erlenmeyer losjes afgesloten met een stop.

Volg de reactie gedurende drie uur. Meet precies elk half uur de NCO-concentratie en de temperatuur. De eerste bepaling (*t* = 0) voer je onmiddellijk na mengen van reactanten en katalysator uit. Houd rekening met de beschikbaarheid van een balans op dat moment. Zie bepaling 1 en 2.

## Bepaling van de concentratie NCO

1. Weeg in een 100 mL bekerglas ongeveer 0,8 g reactiemengsel nauwkeurig af.
2. Voeg ongeveer 20 g 0,1 M dibutylamineoplossing toe. Weeg deze hoeveelheid nauwkeurig af.
3. Roer ongeveer 15 minuten met een magneetroerder om er zeker van te zijn dat alle NCO groepen hebben gereageerd met dibutylamine tot een ureumverbinding volgens:  
   R−NCO + HN(Bu)2 → R−NH−CO−N(Bu)2
4. Voeg uit de dispenser 50 mL isopropanol toe, vervolgens 2 druppels indicatoroplossing en titreer het niet-gereageerde dibutylamine met 0,1 M HCl (blauw → geel).  
   Noteer je resultaten op het antwoordblad.
5. Bereken uit de titratiegegevens de NCO-concentratie (gebruik de nauwkeurige concentraties van HCl en DBA). Neem aan dat de dichtheid van het reactiemengsel 1,00 g mL−1 is.
6. Maak een grafiek van [NCO]−1 vs tijd en bereken de reactiesnelheidsconstante *k* in .  
   Neem aan dat de reactie een tweede-ordeverloop heeft (*s* = *k*[NCO][OH]).

## Antwoordblad naam:

**ingewogen**:

|  |  |
| --- | --- |
| Tolonaat HDT-LV | ……… g |
| 2-ethylhexanol | ……… g |
| butylacetaat | ……… g |
| DBTDL in butylacetaat | ……… g |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **tijd (s)** | **temperatuur** | **monster (g)** | **dibutylamine (g)** | **HCl (mL)** | **[NCO] (mol L−1)** |
| 0 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

### Berekening reactiesnelheidsconstante *k*

*k* = ………………L mol−1 s−1

### *berekening:*

## Ruitjespapier

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |