

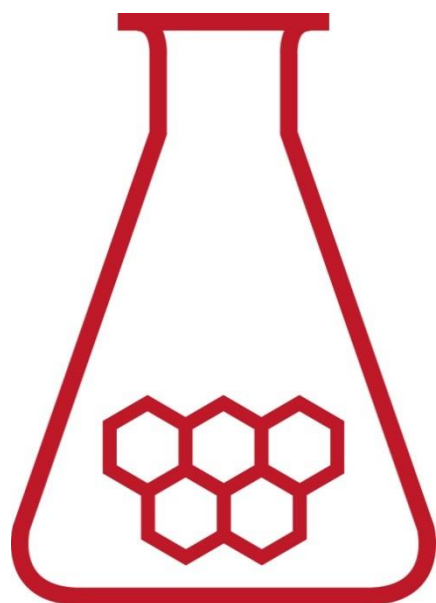
39^e Nationale Scheikundeolympiade

Cosun Innovation Center

Dinteloord

PRACTICUMTOETS

woensdag 13 juni 2018



**SCHEIKUNDE
OLYMPIADE**



50th IChO 2018

International Chemistry Olympiad
SLOVAKIA & CZECH REPUBLIC

BACK TO WHERE IT ALL BEGAN

De experimenten voor deze toets zijn voorbereid door:

Kees Beers (NSO comité)

Wilco Duvivier (Cosun R&D)

Joris Freijser (Cosun R&D)

Christian Garsia (Cosun R&D)

Carlos van Katz (Cosun R&D)

Dirk Meinen (StaringCollege Lochem)

Adeline Ranoux (Cosun R&D)

Emma Teuling (Cosun R&D)

Het NSO comité:

Johan Broens

Martin Groeneveld

Peter de Groot

Dick Hennink

Emiel de Kleijn

De NSO opgavengroep

De eindredactie was in handen van:

Kees Beers

Aanwijzingen/hulpmiddelen

- Deze practicumtoets bestaat uit twee geïntegreerde onderdelen:
 - De bepaling van het glucosegehalte van dextrosetabletten;
 - De bepaling van de pseudo-eerste orde reactieconstante voor de enzymatische hydrolyse van sacharose.
- Na 4 uur eindigt de practicumtoets. Binnen deze tijd moeten:
 - de bijgevoegde antwoordbladen zijn ingevuld;
 - alle vragen zijn beantwoord.
- Na afloop van de hele practicumtoets, als je alles hebt ingeleverd, moet het glaswerk nog worden schoongemaakt en opgeruimd.
- De maximumscore voor de gehele practicumtoets bedraagt 80 punten.
- De score wordt bepaald door:
 - praktische vaardigheid, netheid, veiligheid maximaal 20 punten
 - resultaten van de bepalingen en beantwoording van de vragen maximaal 60 punten
- Benodigde hulpmiddelen: (grafische) rekenmachine, lineaal/geodriehoek en Binas of ScienceData.
- 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 begeleider.
- Mocht er iets niet in orde zijn met je glaswerk of apparatuur, meld dit dan bij de begeleider zodra je het ontdekt. Leen geen spullen van je buurman!

Volgorde van het werk:

In Experiment 1 moet een oplossing worden gemaakt van gepoederd dextrosetablet in water. Daarbij lost niet alles uit het poeder op. De vloeistof moet worden gefiltreerd. Dit is een tijdrovend proces. Iedereen begint daarom met de onderdelen 1, 2 en 3 van Experiment 1.

In Experiment 2 moeten glucosemeters worden gebruikt. Omdat er daarvan tien beschikbaar zijn, wordt de groep in tweeën gesplitst: Groep 1 en Groep 2.

Groep 1:

- Terwijl de vloeistof door het filter loopt, voert Groep 1 Experiment 2 in z'n geheel uit. Onderwijl giet je telkens wat van de vloeistof over het filter. Vergeet ook niet na te spoelen.
- Als je klaar bent met Experiment 2 en het beantwoorden van de vragen bij dat experiment, lever je de antwoordbladen die bij dat experiment horen in.
- Daarna ga je door met het uitvoeren van Experiment 1. Gedurende de onderdelen 4 t/m 14 van Experiment 1 kan het filtratieproces eventueel nog worden afgerond.

Groep 2:

- Terwijl de vloeistof door het filter loopt, gaat Groep 2 door met de onderdelen 4 t/m 14 van Experiment 1. Onderwijl giet je telkens wat van de vloeistof over het filter. Vergeet ook niet na te spoelen.
- Daarna voer je Experiment 2 in z'n geheel uit. Eventueel kan tijdens de uitvoering van Experiment 2 het filtratieproces nog worden afgerond.
- Als je klaar bent met Experiment 2 en het beantwoorden van de vragen bij dat experiment, lever je de antwoordbladen die bij dat experiment horen in.
- Daarna ga je door met het uitvoeren van Experiment 1.

Experiment 1 De bepaling van het glucosegehalte van dextrosetabletten door middel van een titratie met behulp van Fehlings reagens (40 punten)

Inleiding

Een veel gebruikte methode om aldehyden (verbindingen met een aldehydegroep) aan te tonen, is die met behulp van Fehlings reagens. Het werkzame bestanddeel hiervan is Cu^{2+} . Omdat glucose in de open ketenstructuur een aldehydegroep in het molecuul bezit, reageert glucose met Fehlings reagens. De aldehydegroep in het glucosemolecuul wordt hierbij omgezet tot een carboxylgroep. Het Cu^{2+} wordt omgezet tot Cu_2O , een 'steenrood' neerslag.

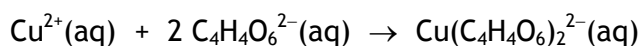
De reactie moet in basisch milieu worden uitgevoerd. Om te verhinderen dat in dat milieu koper(II)hydroxide neerslaat, wordt het Cu^{2+} eerst omgezet tot een diepblauw oplosbaar complex van koper(II)tartraat.

Fehlings reagens wordt bereid met twee oplossingen: Fehling A en Fehling B.

Fehling A is een oplossing van koper(II)sulfaat.

Fehling B is een oplossing van kaliumnatriumtartraat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$) en natriumhydroxide.

Bij samenvoegen van Fehling A en Fehling B treedt de volgende reactie op:



Bij de titrimetrische bepaling van glucose met Fehlings reagens, wordt een oplossing van Fehlings reagens getitreerd met de glucose-oplossing uit de buret. Het eindpunt van de titratie is bereikt wanneer de blauwe kleur van de complexe koperionen geheel is verdwenen. Dat is, mede door het ontstaan van het neerslag van koper(I)oxide, heel slecht te zien. Daarom moeten tegen het eind van de titratie een paar druppels methyleenblauw worden toegevoegd. Er verschijnt dan weer een donkerblauwe kleur in het mengsel.

Wanneer alle Cu^{2+} uiteindelijk is omgezet, reageert het methyleenblauw met glucose tot een kleurloos reactieproduct. Het helpt bij de waarneming van het eindpunt als een witte achtergrond wordt gebruikt. Laat ook de roerder niet te heftig draaien, zodat het neerslag zich niet geheel door de vloeistof verspreidt.

De temperatuur van de oplossing tijdens de titratie is belangrijk. Die moet ruim boven de 70°C liggen. Is dat niet het geval, dan wordt een verkeerde uitkomst verkregen.

De bepaling bestaat uit twee onderdelen: een titratie met een standaard glucose-oplossing en een titratie met een oplossing van glucose uit een dextrosetablet. Het is aan te bevelen om voorafgaand aan beide onderdelen een proeftitratie uit te voeren.

Chemicaliën

Fehling A: een oplossing van ongeveer 70 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ per liter

Fehling B: een oplossing van ongeveer 350 g $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 100 g NaOH per liter

Indicator: een ongeveer 1% oplossing van methyleenblauw in water

Standaard glucose-oplossing: een oplossing van 12,50 g glucose per liter

Dextrosetabletten, gepoederd

H- en P-zinnen

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$:	H 302, 315, 319, 410 P 273, 305 + 351 + 338, 501
$\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	H nvt P nvt
NaOH	H 314 P 280, 305 + 351 + 338, 310
Methyleenblauw	H 302, 315, 319, 335 P 261, 305 + 351 + 338
Glucose	H nvt P nvt

- 10 mL pipet
- 50 mL buret
- 100 mL bekerglas
- 250 mL bekerglas
- 10 mL maatcilinder
- 100 mL maatkolf
- thermometer
- kookplaat met magnetische roerder
- roervlo
- spuitfles met demiwater
- weegflesje met een afgewogen hoeveelheid gepoederde dextrose tabletten
- roerstaaf
- trechter
- filtreerpapier
- paperclip
- pipetteerballon
- tissues
- 1000 mL bekerglas voor afval

Uitvoering

Op je tafel bevindt zich een weegflesje met een afgewogen hoeveelheid poeder van dextrosetabletten. De glucose hieruit moet worden opgelost tot een 100,0 mL oplossing in een maatkolf. Omdat het tablet ook onoplosbare bestanddelen bevat, zoals het bindmiddel, moet een filtratie worden uitgevoerd. Deze filtratie is nogal tijdrovend dus daar ga je mee beginnen.

- 1 Noteer de massa van het gepoederde dextrosetablet.
- 2 Breng het dextrosepoeder in het bekeerglas van 100 mL en voeg (weinig) water toe.
- 3 Zet de trechter met filtreerpapier op de 100 mL maatkolf en giet het mengsel uit het bekeerglas door het filter. Plaats een paperclip tussen de trechter en de rand van de maatkolf zodat lucht kan ontsnappen.

Terwijl de vloeistof door het filter loopt, ga je te werk zoals hiervoor is beschreven (zie **Volgorde van het werk**). Onderwijl giet je telkens wat van het mengsel uit het bekeerglas over het filter. Aan het eind van de filtratie naspoelen met een beetje gedestilleerd water. *Bedenk dat je niet te veel water gebruikt voor het oplossen, want er gaat maar 100 mL in de maatkolf.*

Titratie met de standaard glucose-oplossing

- 4 Vul de buret met de standaard glucose-oplossing.
- 5 Pipetteer 10,00 mL Fehling A en breng dit over in het 250 mL bekeerglas.
- 6 Meet met de maatcilinder 10 mL Fehling B af en voeg dit toe aan de 10,00 mL Fehling A in het 250 mL bekeerglas.
- 7 Vul de oplossing in het bekeerglas met gedestilleerd water aan tot een volume van ongeveer 50 mL.
- 8 Doe de roervlo in de oplossing in het bekeerglas en plaats het geheel op de kookplaat.
- 9 Verwarm het bekeerglas met inhoud tot een temperatuur ruim boven 70 °C, maar beneden het kookpunt.
- 10 Titreer de oplossing in het bekeerglas met de standaard glucose-oplossing. Zorg ervoor dat de temperatuur tijdens de titratie niet beneden de 70 °C daalt.
- 11 Wanneer de blauwe kleur bijna verdwenen is, voeg dan twee druppels van de methyleenblauwoplossing toe.
- 12 Titreer verder tot de blauwe kleur geheel verdwenen is.
- 13 Leeg na afloop van de titratie het bekeerglas in het 1000 mL bekeerglas voor afval en maak het 250 mL bekeerglas gereed voor de volgende titratie.
- 14 Voer de titratie in duplo uit.

Bepaling van het glucosegehalte van dextrosetabletten

- 15 Wanneer alle vloeistof uit het bekeerglas met de oplossing van het dextrosepoeder is gefiltreerd, vul dan de oplossing in de maatkolf aan tot de maatstreep. Doe dit voorzichtig, als je teveel water hebt toegevoegd, is er geen gelegenheid om de filtratie over te doen. De vloeistof is wellicht nog niet geheel helder, maar dat is geen probleem.

In het geval bij de filtratie of het aanvullen van de maatkolf een calamiteit is opgetreden, is een 'noodoplossing' aanwezig. Als je gebruik moet maken van de noodoplossing, kost je dat 4 punten.

- 16 Vul de 50 mL buret met de oplossing uit de maatkolf.
- 17 Voer de bepaling zoals beschreven is in de punten 5 t/m 14 uit met de oplossing van de dextrosetabletten.

Vragen

- 1 Noteer: 7
- de massa van het poeder dat je gekregen hebt;
 - de begin- en eindstanden van de titraties met de standaard glucose-oplossing;
 - de begin- en eindstanden van de titraties met de oplossing van het dextrosepoeder.
- 2 Bereken het massapercentage glucose in de dextrosetabletten. 10
- 3 Geef van de reactie tussen Fehlings reagens en glucose de vergelijkingen van beide halfreacties en de totale reactievergelijking. Noteer het complexe ion van Cu^{2+} als ' Cu^{2+} ' en de open ketenstructuur van glucose in structuurformule, houd daarbij geen rekening met stereo-isomerie. 5
- 4 Leg uit waarom voor het afmeten van de 10 mL Fehling A een pipet moet worden gebruikt en waarom voor het afmeten van de 10 mL Fehling B een maatcilinder kan worden gebruikt. 4
- 5 Wanneer de temperatuur van de oplossing te laag wordt, wordt dan te veel of te weinig glucose-oplossing gebruikt bij de titratie? Geef een verklaring voor je antwoord. 4

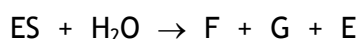
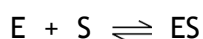
Experiment 2 De enzymatische hydrolyse van sacharose

(40 punten)

Inleiding

Bij de hydrolyse van sacharose ($C_{12}H_{22}O_{11}$) ontstaan glucose en fructose. De reactie wordt gekatalyseerd door zuren of door enzymen. In dit experiment wordt een enzym gebruikt.

Bij een enzymatische omzetting reageert eerst het enzym (E) met een molecuul van het substraat (S, in dit geval sacharose), onder vorming van een enzym-substraat complex (ES), waarna het enzym-substraat door reactie met een watermolecuul uiteenvalt in de reactieproducten (F en G) waarbij het enzym weer vrijkomt:



De tweede stap is snelheidsbepalend. Voor de reactiesnelheid van de hydrolyse geldt dan $s = k [C_{12}H_{22}O_{11}] [H_2O] [E]$. Omdat $[H_2O]$ en $[E]$ tijdens de omzetting constant zijn, is de reactiesnelheid in de praktijk alleen afhankelijk van de sacharoseconcentratie:

$$s = k' [C_{12}H_{22}O_{11}].$$

De reactie is een pseudo-eerste orde reactie; k' wordt de pseudo-eerste orde reactieconstante genoemd. In dit experiment wordt de pseudo-eerste orde reactieconstante voor de enzymatische omzetting van sacharose bij 20 °C bepaald.

De reactie wordt gevolgd door de totale concentratie monosachariden te meten met behulp van een glucosemeter met teststrips. De teststrips zijn ontwikkeld voor de bepaling van het glucosegehalte in bloed, maar in dit experiment wordt de totale concentratie van glucose plus fructose gemeten. De bloedglucosemeters zijn standaard ingesteld om de glucoseconcentratie in mmol per liter bloedplasma weer te geven. Omdat het watergehalte in het betreffende reactiemedium hoger is dan in bloedplasma, moeten de gemeten waardes gedeeld worden door een factor 1,17.

Hieronder is de meter met teststrip afgebeeld. Bij de meting moet de strip eerst in de meter worden gestoken, met het gele gedeelte naar buiten. Wanneer rechtsonder in het display een druppel verschijnt, moet een druppel van de oplossing worden aangebracht op het gele gedeelte van de teststrip. Op het display verschijnt dan de totale concentratie van glucose plus fructose, vermenigvuldigd met 1,17.

De meters hebben een bereik van 0,6 – 33,3 mmol L⁻¹. Omdat tijdens de reactie de concentratie monosachariden hoger zal worden dan 33,3 mmol L⁻¹, moet tijdens het experiment de oplossing voorafgaand aan de meting worden verdund.



Figuur 1 Glucosemeter met teststrip

Chemicaliën

Sacharose-oplossing: 10,0 massaprocent sacharose; $\rho = 1,04 \text{ g mL}^{-1}$

Enzymoplossing: 10 g invertase per liter

Acetaatbuffer: 0,1 M, pH = 5,5

H- en P-zinnen

Sacharose nvt

Enzym nvt

Acetaatbuffer nvt

Materialen

- een 100 mL bekerglas
- drie 10 mL maatpipetten
- zes 15 mL plastic monsterpotjes
- markeerstift
- zeven 1 mL pipetten
- roerstaaf
- thermometer
- stopwatch
- glucosemeter met teststrips (12)
- roervlo

Uitvoering

- 18 Merk de zes monsterpotjes van 15 mL met respectievelijk '5 min', '10 min', '15 min', '20 min', '25 min' en '30 min' en vul ze met 3 mL demiwater. Gebruik daarvoor een 1 mL pipet.
- 19 Pipetteer 10 mL van de enzymoplossing en breng dit over in het 100 mL bekerglas.
- 20 Pipetteer 10 mL van de acetaatbuffer en breng dit over in het 100 mL bekerglas.
- 21 Pipetteer 10 mL van de sacharose-oplossing en breng dit over in het 100 mL bekerglas, start de stopwatch en roer de oplossing even goed door.
- 22 Neem na ongeveer 5 minuten met een pipet 1 mL uit het reactiemengsel en voeg dit toe aan het plastic monsterpotje, gemerkt '5 min'.
- 23 Doe een druppel van de verdunde oplossing op het gele deel van de strip van de glucosemeter, steek de strip op de juiste manier (dus met het gele deel naar buiten) in de meter en lees de waarde op het display af.
- 24 Noteer het exacte tijdstip van de meting in min:sec (dus noteer bijvoorbeeld 5 minuten en 20 sec als 5:20).
- 25 Herhaal de punten 22 t/m 24 na ongeveer 10, 15, 20, 25 en 30 minuten. Gebruik daarvoor de overeenkomstig gemerkte monsterpotjes.

Vragen

- 6 Noteer: 4
- het tijdstip van elke meting in min:sec op je antwoordblad;
 - de waarde die het display van de glucosemeter aangeeft op je antwoordblad.
- 7 Bereken de beginconcentratie van sacharose in mmol L^{-1} en noteer de uitkomst in de tabel op je antwoordblad. 4
- 8 Bereken de afname van de sacharoseconcentratie in mmol L^{-1} op elk tijdstip van de meting en noteer de uitkomst in de tabel op je antwoordblad. 3
- 9 Bereken de sacharoseconcentratie in mmol L^{-1} op elk tijdstip van de meting en noteer de uitkomst in de tabel op je antwoordblad. 1
- 10 Bereken de waarde van $\ln \frac{[\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}]_0}{[\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}]_t}$ op elk tijdstip van de meting en noteer de uitkomst in de tabel op je antwoordblad. 1
- 11 Zet $\ln \frac{[\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}]_0}{[\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}]_t}$ uit tegen t . Gebruik de minuut als eenheid op de t - as. 3
- 12 Bereken de pseudo-eerste orde constante k' . 12
- 13 Zou je dezelfde uitkomst voor k' krijgen wanneer het experiment zou zijn uitgevoerd met een hogere enzymconcentratie of krijg je dan een hogere of een lagere uitkomst voor k' ? Geef een verklaring voor je antwoord. 2