

Veiligheidsregels tijdens het praktijkexamen

Leerlingen moeten zich houden aan de volgende veiligheidsregels. Een leerling die de regels overtreedt, zal de practicumzaal moeten verlaten en kan een score van nul krijgen voor het practicum.

In de practicumzaal moeten leerlingen:

- een lange broek of andere kleding **dragen** die de hele benen bedekt;
- dichte en platte schoenen **dragen**;
- een labjas met lange mouwen **dragen**;
- een goed passende veiligheidsbril **dragen**;
- lang haar en/of baarden in een staart **binden**.

Let op: het dragen van contactlenzen is verboden tijdens het practicum. Leerlingen die een bril dragen moeten daaroverheen een veiligheidsbril dragen.

Leerlingen mogen niet eten of drinken op hun plek. Kauwgom kauwen is niet toegestaan.

Leerlingen mogen alleen in hun aangewezen gebied werken. Gemeenschappelijke werkruimten moeten netjes blijven.

Elektrisch gevaar! Wees je ervan bewust dat je met waterige oplossingen werkt in de buurt van elektrische apparatuur.

Ongeoorloofde experimenten of eigen wijzigingen aan de experimenten zijn niet toegestaan.

Breng een assistent onmiddellijk **op de hoogte** van ongelukken, morsen of gebroken glaswerk.

Alle afval moet op de juiste manier worden weggegooid om besmetting of letsel te voorkomen. **Gooi** de oplossingen **weg** in de containers met de juiste labels. Als een container vol is, informeer dan een assistent.



GHS-zinnen

Gevarencode	Gevarenaanduiding
H225	Licht ontvlambare vloeistof en damp.
H226	Ontvlambare vloeistof en damp.
H260	Vormt in contact met water brandbare gassen die spontaan kunnen ontbranden.
H272	Kan het vuur heviger maken; oxidatiemiddel.
H290	Kan corrosief zijn voor metalen.
H301	Giftig bij opname door de mond.
H302	Schadelijk bij inslikken.
H304	Kan dodelijk zijn als de stof bij inslikken in de luchtwegen terechtkomt.
H311	Giftig bij contact met de huid.
H312	Schadelijk bij contact met de huid.
H314	Veroorzaakt ernstige brandwonden en oogletsel.
H315	Veroorzaakt huidirritatie.
H317	Kan een allergische huidreactie veroorzaken.
H318	Veroorzaakt ernstig oogletsel.
H319	Veroorzaakt ernstige oogirritatie.
H331	Giftig bij inademing.
H332	Schadelijk bij inademing.
H335	Kan irritatie van de luchtwegen veroorzaken.
H336	Kan slaperigheid of duizeligheid veroorzaken.
H341	Verdacht van het veroorzaken van genetische afwijkingen.
H351	Verdacht van het veroorzaken van kanker.
H361d	Verdacht van het veroorzaken van schade aan het ongeboren kind.
H361f	Verdacht van het verminderen van de vruchtbaarheid.
H361fd	Wordt ervan verdacht de vruchtbaarheid en/of het ongeboren kind te schaden.
H371	Kan schade aan organen veroorzaken.
H373	Kan schade aan organen veroorzaken.
H400	Zeer giftig voor in het water levende organismen.
H410	Zeer giftig voor in het water levende organismen.
H411	Giftig voor in het water levende organismen.
H412	Schadelijk voor in het water levende organismen.



Preliminary Materials

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th IChO - United Arab Emirates - 2025

Chemische stoffen:	
1-Nitroso-2-naftol	H225, H302, H315, H317, H319, H341
Acetaatbuffer pH 5	H226, H314
Alizarinerood S indicator	Niet gevaarlijk
Anisaldehyde kleurstof	H225, H290, H314, H319, H361fd, H412
Carbonaatbuffer pH 10	H319
Koper(II)acetaat	H302, H314, H410
Ehrlich's reagens	H225, H290, H314, H317, H319
Loopvloeistof	H225, H319, H336
Loopvloeistof EtOAc/hexaan	H225, H304, H315, H319, H336, H361f, H373, H411
Ethanol	H225, H319
Dinatriummethyleendiaminetetra-acetaat	H332, H373
EtOAc	H225, H319, H336
IJzer(III)chloride in ethanol	H225, H302, H315, H318, H319
Murexide indicator	Niet gevaarlijk
α -Naftol	H225, H302, H311, H315, H317, H318, H319, H335, H371, H410
Ninhydrine kleurstof	H302, H315, H319
Salpeterzuur	H272, H290, H314, H331
Kaliumpermanganaat kleurstof	H272, H302, H314, H315, H319, H335, H361d, H373, H410
Salenligand	H315, H319, H335
Salenligand in ethanol	H225, H315, H319, H335
Natriumcarbonaat	H319
Natriumhydroxide	H290, H314
Natriumhypochloriet	H290, H314, H410
Natriumnitriet	H272, H301, H319, H400
Natriumnitroprusside	H301
Sulfanilzuur	H290, H314, H315, H317, H319, H335
Zwavelzuur	H290, H314
Onbekend aminozuurmonster	Niet gevaarlijk
Onbekende mengsels van aminozuren	Niet gevaarlijk



Preliminary Materials

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th ICHO - United Arab Emirates - 2025

Onbekende monsters A-D	H302, H317, H319, H332, H335, H411
Onbekende monsters E-H	H225, H260, H290, H301, H302, H311, H312, H315, H317, H319, H331, H336, H351, H373, H410, H412
Ureum	Niet gevaarlijk

Algemene instructies

Dit examen bestaat uit 3 opgaven en duurt 5 uur. Er is 20 minuten leestijd voordat het examen begint. **Tijdens de leestijd mag je de apparatuur en benodigdheden niet aanraken en het antwoordenboekje niet openen.**

Je kunt de opdrachten op je scherm bekijken. Het geprinte antwoordenboekje heeft 15 pagina's en ligt op je tafel.

Het antwoordenboekje bevat vakjes met nummers die corresponderen met de vragen. **Schrijf** je antwoord in het daarvoor bestemde vakje. Als je buiten het aangewezen vakje moet schrijven, maak dan een aantekening in het vakje en schrijf je antwoord ergens anders **op dezelfde pagina**.

Schrijf je antwoorden niet op de achterkant van het antwoordenboekje. Correctoren zien alleen de bedrukte kanten van het antwoordenboekje. Trek de pagina's van het geniete antwoordenboekje niet uit elkaar.

Schrijf relevante berekeningen waar nodig op. Maximale scores worden alleen gegeven voor correcte antwoorden met berekeningen.

Als je bij meerkeuzevragen je antwoord wilt wijzigen, **kras** dan het vakje dat je hebt aangekruist volledig **door** en **teken** er een nieuw vakje naast.

Begin pas te werken wanneer het **"START"**-commando wordt gegeven. De toezichthouders zullen 30 minuten voor het einde van het examen een **"30 MINUTEN WAARSCHUWING"** aankondigen. Aan het einde van het examen wordt een **"STOP"**-commando gegeven en moet je onmiddellijk stoppen met werken. Als je niet stopt met werken, kun je een score van nul krijgen voor het examen.

Je **mag** je werkplek **niet verlaten**, tenzij er een assistent bij is. Als je hulp nodig hebt tijdens het examen, **steek** dan de juiste kaart **omhoog**.



Preliminary Materials

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th IChO - United Arab Emirates - 2025

 BATHROOM	Als je een toiletpauze nodig hebt.
 ANALYSIS	Als je je 96 putjesplaat wilt inleveren.
 UV	Wanneer je een TLC-plaatje onder de UV-lamp wilt gaan bekijken.
 CAM	Als je wilt dat een assistent een foto maakt van je TLC-plaatje.
 Questions	Als je een navulling of vervangend item nodig heeft, of andere vragen hebt.

De schakelaars om de "**Hot plate**" en "**Vacuum**" aan te zetten bevinden zich achter je computerscherm. Als je niet zeker weet hoe je de apparatuur moet aanzetten, **vraag het** dan **aan** een assistent.

Handschoenen, gedestilleerd water en papieren doekjes kunnen indien nodig gratis worden aangevuld. Als je een ander item wilt vervangen of aanvullen, moeten jij en een assistent **de tabel** op het antwoordblad **ondertekenen**. Eén extra TLC-plaatje (voor Q2 of voor Q3 non-UV) en één andere vervanging van een item worden

zonder strafpunten gegeven. Elke verdere vervanging resulteert in de aftrek van 1 punt van je 40 praktische examenpunten.

Houd alle items binnen het gemarkeerde gebied van je tafel.

De volgende afkortingen worden gebruikt voor de toestand: vast = s; vloeibaar = l; waterige oplossing = aq; oplossing met organisch oplosmiddel = sol.

Schrijf alleen met de verstrekte pen in het antwoordenboekje. Gebruik de permanent marker of het potlood niet voor je antwoorden. De permanent marker is alleen bedoeld voor het lab. Het potlood is alleen voor het labelen van TLC-plaatjes. **Gebruik alleen** de verstrekte rekenmachine.

De officiële Engelse versie van deze toets is beschikbaar op je computer.

Aan het einde van de toets **stop** je je antwoordenboekje terug in de envelop. Plak de envelop niet dicht.

Neem niets mee uit het lab wanneer je vertrekt.



(Veel succes)



Periodiek systeem en gegevensblad

Formules

Wet van Lambert-Beer	$E = \log\left(\frac{I_0}{I}\right) = \varepsilon cd$
(magnetisch) spinhoekmoment	$\mu = \sqrt{n(n+2)} \text{ BM}$

Periodiek systeem

1 H 1.008																	2 He 4.003				
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 24.31															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 95.95	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 La 138.91	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 Ac	104 Rf	105 Db	106 Sg	107 Bh	108 Hs	109 Mt	110 Ds	111 Rg	112 Cn	113 Nh	114 Fl	115 Mc	116 Lv	117 Ts	118 Og				

Lanthanides	58 Ce 140.12	59 Pr 140.91	60 Nd 144.24	61 Pm	62 Sm 150.4	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 173.04	71 Lu 174.97
	Actinides	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



Preliminary Materials

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th ICHO - United Arab Emirates - 2025

Nummer	Experiment	Weging
1	Een complex probleem	10%
2	De AminOase verkennen	15%
3	Ben je klaar om de antwoorden te vinden?	15%
Totaal		40%



Algemene apparatuur en chemicaliën

Apparatuur

Item	Hoeveelheid	Label
Gedeeld op de tabel voor algemeen gebruik:		
Nitril handschoenen (S, M, L)	naar behoefte	
Navulling papieren doekjes	naar behoefte	
Ijsdoos met ijs en koude ethanol	naar behoefte	
UV-lamp		
Spuutflessen met gedestilleerd water	naar behoefte	
Verzamelbakken voor de TLC-plaatjes		
TLC-fotostation		
Gedeeld in de centrale ruimte van de hal:		
Reservoirs voor het bijvullen van gedestilleerd water	naar behoefte	
Voor elke student:		
Verwarmingsplaat bedekt met aluminiumfolie en 2 statiefklemmen	1	
Kristalliseerschaal (waterbad)	1	Q1/Q3 Water Bath
Permanent marker	1	
Liniaal	1	
Pincet	1	
Potlood	1	
Pen	1	
Gummetje	1	
Puntenslijper	1	
Doos papieren doekjes	1	
Container voor scherpe voorwerpen	1	Sharp waste
Container voor restafval	1	General waste



Preliminary Materials

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th ICHO - United Arab Emirates - 2025

Chemicaliën

Naam	Staat	Concentratie	Hoeveelheid	Zit in	Label
Voor elke leerling:					
Gedestilleerd water	I	-	500 mL	Wasfles, 500 mL	H₂O dist
Ethanol	I	-	50 mL	Fles, 100 mL	Ethanol



PQ1

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th IChO - United Arab Emirates - 2025

1. Een complex probleem

Benodigdheden

Item	Aantal	Met label
Onderdeel A		
In een gelabeld plastic zakje:		
Roervlo	1	Q1
Plastic pasteurpipet	1	
Stalen spatel	1	
Pincet	1	
Weegpapier	2	
Op/onder de tafel:		
Glasfilter	1	
Erlenmeyer met rubberen ring	1	
Vacuümpomp met slang	1	
Glazen flesje met dop voor product	1	Fe-salen + studentcode
Thermometer	1	
125 mL plastic fles	1	Q1 waste
In de doos:		Q1
10 mL maatscilinder	1	
50 mL bekerglas	2	
96 putjesplaat	1	Studentcode
Glazen staaf	1	
Micropipet	1	Studentcode
Micropipetpunten	1 doos	



PQ1

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th ICHO - United Arab Emirates - 2025

Chemicaliën

Naam	Fase	Concentratie	Hoeveelheid	Zit in	Met label
Onderdeel A					
Ijzer(III)chloride in ethanol	sol	0.1264 M	5 mL	10 mL fles	FeCl₃
Salenligand	s	-	200 mg	10 mL fles	Salen
Onderdeel B					
Ijzer(III)chloride in ethanol	sol	0.00045 M	4 mL	10 mL fles	Fe-Stock
Salenligand in ethanol	sol	0.00045 M	4 mL	10 mL fles	Salen-Stock



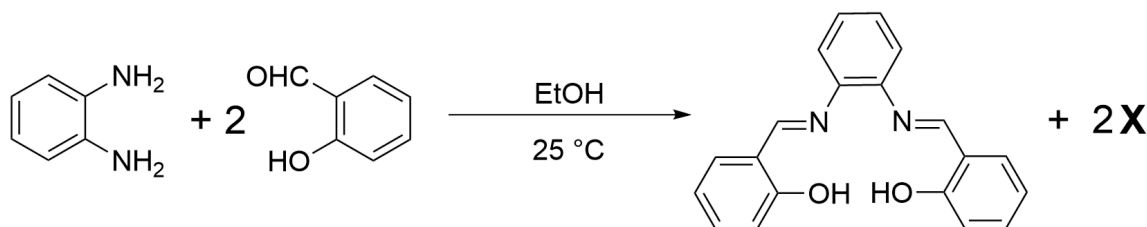
10% van het totaal

1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	Totaal
1	20	0	18	3	2	3	47

Liganden die Schiff-basen zijn vallen in de klasse organische verbindingen die gekenmerkt worden door de aanwezigheid van een iminegroep ($-\text{C}=\text{N}-$). Ze kunnen gemakkelijk bereid worden door condensatiereacties tussen aldehyden/ketonen en amines. Deze liganden vormen veel soorten complexen, waaronder salencomplexen, die efficiënte katalysatoren zijn bij de oxidatie van organische stoffen.

Deze opdracht bestaat uit twee onderdelen. In **onderdeel A** maak je met behulp van een vooraf gesynthetiseerd monster van het salenligand (*N,N'*-ethyleenbis(salicylimine)) een ijzersalencomplex, dat je vervolgens in **onderdeel B** karakteriseert met behulp van UV-Vis-absorptie.

De synthese van dit salenligand uit *o*-fenyleendiamine en salicylaldehyde is hieronder weergegeven.



Q1.1 Identificeer het bijproduct **X**, dat gevormd wordt bij de synthese van het ligand.

Onderdeel A: Synthese van het ijzersalencomplex

De schakelaars voor de vacuümpomp en de verwarmingsplaat zitten achter de computer.

1. **Breng** het salenligandmonster "**Salen**" (200 mg, 0.632 mmol) kwantitatief over in een bekglas van 50 mL.

2. **Voeg** 15 mL ethanol en een roervlo toe.



3. **Vul** ongeveer de helft van het waterbad (op de verwarmingsplaat) met gedestilleerd water.
 4. **Klem** het bekersglas dat in het waterbad staat **vast**. **Plaats** de thermometer in het waterbad met behulp van de thermometerklem.
 5. **Verwarm** het bekersglas met de suspensie al roerend **voorzichtig** totdat het waterbad ongeveer 60 °C is (stand **VI** op de draaiknop). **Waarschuwing: Elektrisch gevaar!!!**
 6. **Voeg langzaam** met een pasteurpipet de gehele FeCl₃-ethanoloplossing "**FeCl₃**" **toe**. Er treedt onmiddellijk een kleurverandering op van oranje naar donkerbruin.
 7. **Blijf** 20 minuten **roeren** terwijl je de temperatuur op ongeveer 60 °C houdt. Gedurende deze tijd vormt zich een fijnverdeeld donker neerslag. Tijdens het wachten kun je aan andere experimenten werken.
 8. **Zet** daarna de verwarmingsplaat **uit** en blijf nog 10 minuten roeren. **Haal** dan het bekersglas van de verwarmingsplaat en laat het afkoelen tot kamertemperatuur.

Haal de roervlo uit het bekersglas met behulp van de pincet.
 9. **Filtreer** het reactiemengsel met behulp van de vacuümfiltratieopstelling.
 10. **Steek** de kaart "**Questions**" **op**. Een assistent brengt je dan een beetje ijskoude ethanol. **Was** het neerslag eenmaal met 2 mL ijskoude ethanol.
 11. **Laat** ongeveer 3 minuten **lucht door** het product **zuigen** om het te drogen.
 12. **Breng** je product **voorzichtig over** in het flesje met het etiket "**Fe-salen + studentcode**". Je **mag** weegpapier gebruiken. **Schraap niet te hard**, want dan kan een deel van het glasfilter loslaten.
- Q1.2 Bewaar** het flesje. Aan het einde van de practicumtoets zal een assistent je flesje **ophalen**. Zowel jij als de assistent moeten je antwoordblad **aftekenen**.



Onderdeel B: Karakterisering van het ijzersalencomplex

Het ijzersalencomplex kan na verloop van tijd ontleden, dus de volgende dingen zijn belangrijk:

- **Voltooi** al het pipetteerwerk in één keer.
- Je **hoeft niet te mengen**, want dit wordt gedaan door een spectrometer **met een ingebouwde schudfunctie**.
- **Voeg** eerst "Salen-Stock" **toe** aan alle putjes die je wilt gebruiken. **Voeg** dan ethanol **toe** en **voeg** tenslotte "Fe-Stock" **toe**. Je **moet klaar zijn** met het toevoegen van het eerste reagens aan de plaat voordat je het tweede reagens toevoegt. De toe te voegen volumes staan in de tabel hieronder.
- **Lever** je plaat direct **in** zodra je klaar bent met pipetteren. Het tijdstip waarop je jouw plaat inlevert, wordt genoteerd.
- **Let op: je kunt een plaat maar één keer inleveren en je plaat wordt niet teruggegeven.**
- **Het meten van de extincties kan enige tijd in beslag nemen. Ga tijdens het wachten verder met het practicum.**

Je hebt voorraadoplossingen gekregen van het salenligand en ijzer(III)chloride. Voor beide oplossingen geldt dat de concentratie 4.50×10^{-4} M is.

Met behulp van een micropipet bereid je oplossingen met negen verschillende verhoudingen van metaal : ligand, volgens onderstaande tabel. Deze oplossingen moeten in de 96 putjesplaat gemaakt worden. **Zorg ervoor** dat je de plaat in dezelfde oriëntatie houdt als weergegeven in de afbeelding hierna.



PQ1

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th IChO - United Arab Emirates - 2025

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
A												
B												
C												
D												
E												
F												
G												
H												

De kolommen zijn gelabeld met de nummers 1-12. De kolommen 1-9 worden gevuld met de oplossingen. De laatste drie kolommen (kolommen 10-12) moeten leeg blijven. **Het nummer van de oplossing (in onderstaande tabel) moet overeenkomen met het nummer van de kolom op de plaat. Als dat niet zo is krijg je geen punten.**

De plaat heeft acht rijen gelabeld A-H. In elke rij past één set oplossingen. Je wordt aangeraden om drie sets te maken. Wanneer de lijst met extincties wordt teruggegeven, wordt je gevraagd om aan te kruisen welke rij(en) je wilt kiezen voor je geaccepteerde extincties. Je kunt ook individuele putjes in een rij uitsluiten als je denkt dat er iets fout gegaan is in dat putje.

Oplossing/kolom Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Salen-Stock / μL	90	80	70	60	50	40	30	20	10
Ethanol / μL	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Fe-Stock / μL	10	20	30	40	50	60	70	80	90
Totaalvolume / μL	200	200	200	200	200	200	200	200	200

Breng de oplossingen **over in** de juiste putjes met behulp van de micropipet.



Q1.3 Zodra je alle gewenste putjes gevuld hebt, **steek je** de kaart "ANALYSIS" **omhoog**. Een assistent haalt de plaat op. Zowel jij als de assistent moet **aftekenen** op het antwoordblad. De assistent noteert op het antwoordblad wanneer je plaat is opgehaald. De assistent onderzoekt de plaat met de spectrometer en geeft je een afgedrukte lijst met extincties voor alle putjes terug. De assistent noteert op het antwoordblad de tijd waarop de plaat in de spectrometer is geplaatst.

De monsters worden gemeten in de volgorde waarin ze worden ingeleverd. Dat gebeurt zo snel mogelijk. Het beoordelingsschema houdt rekening met de tijd tussen het inleveren van de plaat en het meten van de plaat.

Q1.4 **Zet een vinkje** in de afbeelding van de plaat **bij** de letter(s) van de rij(en) die je hebt gekozen om je geaccepteerde extincties te bepalen. Als je meerdere rijen hebt gekozen, wordt het gemiddelde van deze waarden genomen. Als je een fout hebt gemaakt bij een putje, **zet** dan een kruisje bij dat individuele putje op je antwoordblad.

Q1.5 **Bepaal** de verhouding Fe : salen, in het ijzersalencomplex. Met behulp van de afgedrukte lijst met extincties kun je een grafiek tekenen van extinctie, E , tegen de molfractie van Fe, $x(\text{Fe})$, in het bijgeleverde diagram. De grafiek wordt niet beoordeeld.

Het (magnetisch) spinhoekmoment van een complex, μ_B , in Bohr magnetons (BM), kan worden berekend met de volgende formule, waarbij n het aantal ongepaarde elektronen is.

$$\mu_B = \sqrt{n(n+2)} BM$$

Er is gemeten dat voor het ijzersalencomplex geldt $\mu_B = 5.89$ BM.

Q1.6 **Bepaal** het aantal ongepaarde elektronen, n , in dit complex en de oxidatietoestand, z , van het Fe centrum.

Het verkregen Fe salencomplex bevat chloride en geen gecoördineerd oplosmiddel. Toevoeging van een paar druppels van een waterige AgNO_3 oplossing aan een waterige suspensie van het complex levert geen neerslag op.

Q1.7 **Teken** op basis van je gegevens en deze informatie de structuur van het complex. **Gebruik geen** afkorting voor de structuur van het ligand.



2. De AminOase verkennen

Benodigdheden

Item	Aantal	Label
Onderdeel A		
In een gelabeld plastic zakje:		
pH-indicatorpapier	5 strips	Q2
pH-schaal	1	
Filtreerpapier	1	
TLC-plaatje	1	Q2 TLC
Op de tafel:		
Reageerbuisrek	1	
Glazen reageerbuis, 30 mL	25	
Bekerglas voor waterbad, 250 mL	1	Q2 Water bath
Reageerbuishouder	1	
TLC-capillair (in een centrifugebuis)	5	Q2 Capillaries
TLC-ontwikkelkamer met filtreerpapier	1	Q2 TLC chamber
Petrischaal	1	

Item	Aantal	Label
Onderdeel B		
Op/onder de tafel:		
Statief met een dubbele buretklem	1	Q2
Buret, 25.00 mL	2	
Trechter	2	
Pipet met schaalverdeling, 10.00 mL	1	
Pipet met schaalverdeling, 5.00 mL	1	
Pipetteerballon	1	
Erlenmeyer, 100 mL	3	
Maatcilinder, 10.0 mL	1	
Bekerglas, 50 mL	3	



PQ2

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th ICHO - United Arab Emirates - 2025

Item	Aantal	Label
Onderdelen A en B		
In een gelabeld plastic zakje:		
Plastic pasteurpipet	5 + 2 extra	Q2
Op de tafel:		
Plastic fles voor vloeibaar afval, 1 L	1	Q2 Waste



Chemicaliën

Naam	Fase	Concentratie	Hoeveelheid	Zit in	Label
Onderdeel A					
5 onbekende mengsels van aminozuren	aq	0.05-0.5% (elk aminozuur)	10 mL	Centrifugebuizen, 15 mL	Mix 1, Mix 2, Mix 3, Mix 4, Mix 5
Loopvloeistof	l	75 vol.% propaan-2-ol, 25 vol.% H ₂ O	10 mL	Flesje, 25 mL	1. <i>iPrOH</i>: H₂O
Ninhydrine kleurstof	sol	0.5%	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	2. Ninhydrin
Ehrlich's reagens	sol	0.2 g 4-dimethyl-aminobenzaldehyde in 5 mL ethanol en 5 mL 20% H ₂ SO ₄	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	3. Ehrlich's reagent
Zwavelzuur	aq	50%	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	4. H₂SO₄
Natriumnitroprusside	aq	10%	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	5. Na₂[Fe(CN)₅NO]
Natriumhydroxide	aq	5 M	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	6. NaOH
α-Naftol	sol	1%	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	7. α-Naphtol
Ureum	aq	5%	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	8. Urea
Natriumhypochloriet	aq	5% actief chloor	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	9. NaClO
Sulfanilzuur	aq	1% in 0.1 M HCl	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	10. Sulfanilic acid
Natriumnitriet	aq	5%	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	11. NaNO₂



PQ2

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th ICHO - United Arab Emirates - 2025

Naam	Fase	Concentratie	Hoeveelheid	Zit in	Label
Natriumcarbonaat	aq	10%	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	12. Na₂CO₃
1-Nitroso-2-naftol	sol	0.1%	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	13. 1-Nitroso-2-naphtol
Salpeterzuur	aq	2 M	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	14. HNO₃

Onderdeel B

Alizarinerood S indicator	aq	0.2%	10 mL	Druppelflesje, 30 mL	15. Alizarin Red S
Murexide indicator	s	1% in NaCl	0.21 g	Amberkleurig druppelflesje, 30 mL	16. Murexide
Koper(II)acetaat	aq	Te bepalen	150 mL	Fles, 250 mL	17. Cu(CH₃COO)₂
Dinatriummethyleendiaminetetra-acetaat	aq	0.0200 M	100 mL	Flesje, 100 mL	18. Na₂H₂EDTA
Acetaatbuffer (pH 5.5)	aq	0.25 M (CH ₃ COONa + CH ₃ COOH)	30 mL	Flesje, 50 mL	19. Acetate buffer
Carbonaatbuffer (pH 10)	aq	0.1 M (Na ₂ CO ₃ + NaHCO ₃)	100 mL	Flesje, 100 mL	20. Carbonate buffer
Monster met onbekend aminozuur	aq	1%	25.00 ml	Maatkolf, 100 mL	21. Sample X



15% van het totaal

2.1	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	2.7	2.8	2.9	2.10	Totaal
14	11.5	6.5	0	10	3	0	15	1	4	65

Onderdeel A: Kwalitatieve analyse van mengsels

Vijf waterige oplossingen **Mix 1 - Mix 5** bevatten elk twee van de volgende tien aminozuren:

Arginine (**Arg**), Cysteïne (**Cys**), Glutaminezuur (**Glu**), Histidine (**His**), Lysine (**Lys**), Fenylalanine (**Phe**), Proline (**Pro**), Serine (**Ser**), Tryptofaan (**Trp**), Tyrosine (**Tyr**).

Elk aminozuur is slechts één keer aanwezig. De structuren van deze aminozuren staan op het antwoordblad. Het is jouw taak om de aminozuren **te identificeren** die aanwezig zijn in elke oplossing **Mix 1 - Mix 5**, met behulp van TLC, pH-meting en kwalitatieve tests.

TLC en ninhydrinetest:

- **Markeer** de startlijn op het TLC-plaatje ("Q2 TLC") op ten minste 1 cm van de onderkant.
- **Markeer** posities **1-5** op de startlijn en **breng** 1-2 keer een stipje van de oplossingen **Mix 1 - Mix 5** op hun respectievelijke posities **aan**.
- **Ontwikkel** het TLC-plaatje met de "**1. iPrOH: H₂O**"-oplossing als loopvloeistof, terwijl het filtreerpapier in de ontwikkelkamer blijft. Houd er rekening mee dat deze stap tijdrovend is, dus ga in de tussentijd verder met het experiment.
- Als je klaar bent, **markeer** dan het vloeistoffront en **laat** het TLC-plaatje aan de lucht drogen.
- **Doe** handschoenen **aan** als je met de ninhydrine kleurstof gaat werken.
- **Druppel** zoveel van de "**2. Ninhydrin**" kleurstof in het schaalte tot dat de bodem van het schaalte net bedekt is.
- **Dompel** het TLC-plaatje in de ninhydrin kleurstof met behulp van het pincet, **laat** de overtollige vloeistof van het plaatje druipen op de papieren doekjes.
- **Verwarm** het TLC-plaatje op de met aluminiumfolie bedekte verwarmingsplaat. De test maakt onderscheid tussen aminozuren met een primaire α-amino groep (bruine tot paarse kleur) en een secundaire α-amino groep (gele kleur). Door oververhitting kunnen de vlekken bruin worden.
- **Omcirkel** alle vlekken met een potlood.

Q2.1 Zet je studentcode met potlood op het TLC-plaatje en **leg** het op het aparte antwoordblad voor vraag **2.1**. **Steek** de "**CAM**"-kaart **omhoog**. Jij en een assistent **moeten** allebei het antwoordblad **aftekenen**. De assistent maakt er een foto van en geeft het TLC-plaatje aan je terug. **Doe** het TLC-plaatje in de doos in het hersluitbare plastic zakje waar je code op staat.



Q2.2 Vul de tabel met je resultaten als volgt **aan**:

- (a) **Meet** met behulp van de pH-indicatorstrips wat de pH van elke oplossing ongeveer is;
 (b) **Geef aan** of de hieronder beschreven kwalitatieve tests positief (gebruik het plusteken "+") of negatief (gebruik het minteken "-") waren. **Alleen "+" en "-" tekens worden beoordeeld.**

Voor sommige tests heb je een waterbad nodig:

- **Vul** het bekglas "**Q2 Waterbad**" met 50 mL water en **zet** het op de verwarmingsplaat.
- **Zet** de draaiknop van de verwarmingsplaat op **X**.
- Als het water begint te koken, **verlaag** dan de verwarming zodat het zachtjes kookt (**zet** de draaiknop tussen **VI** en **X**).

Ehrlich test ("Ehrlich" op het antwoordblad):

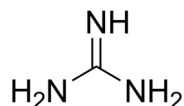
- **Voeg** 10 druppels "**4. H₂SO₄**" **toe** aan ca. 0.5 mL van de onbekende oplossing.
- **Voeg** 10 druppels "**3. Ehrlich's reagent**" **toe** en **meng** goed.
- **Verwarm** de oplossing met behulp van het waterbad.
- Het verschijnen van een **violet** kleur duidt op de aanwezigheid van indoolderivaten (met twee cyclische structuren, waarvan één heterocyclisch, in het molecuul) in de oplossing.

Nitroprussidetest ("Nitroprusside" op het antwoordblad):

- **Voeg** 5 druppels "**6. NaOH**" **toe** aan ca. 1 mL van de onbekende oplossing.
 - **Voeg** 5 druppels "**5. Na₂[Fe(CN)₅NO]**" **toe** en **meng** goed.
 - Het verschijnen van een **rode kleur** duidt op de vorming van het complex Na₄[Fe(CN)₅(NOS)].
- Merk op** dat deze kleur na verloop van tijd verdwijnt.

Sakaguchi test ("Sakaguchi" op het antwoordblad):

- **Voeg** 5 druppels "**6. NaOH**" toe aan ca. 1 mL van de onbekende oplossing.
- **Voeg** 5 druppels "**7. α-Naphtol**" **toe** en **meng** goed.
- **Voeg** 3 druppels "**8. Urea**" **toe** en vervolgens 5 druppels "**9. NaClO**" oplossing tijdens het mengen.
- Alleen een **stabiele rode kleur** duidt op de aanwezigheid van guanidinederivaten in de oplossing. De structuurformule van guanidine is hieronder gegeven:





PQ2

Pauly's test ("Pauly" op het antwoordblad):

- **Meng** 3 druppels "**11. NaNO₂**" met 5 druppels "**10. Sulfanilzuur**" (4-aminobenzeensulfonzuur).
- **Voeg snel** na het mengen van de eerste twee reagentia 3 druppels van de onbekende oplossing **toe** en **meng** goed.
- **Voeg** 5 druppels "**12. Na₂CO₃**" **toe**.
- Het verschijnen van een **rode** of **rood-oranje** kleur duidt op de koppeling van een aminozuurmolecuul met het positieve ion van een diazoniumzout.

Gerngross proef ("Gerngross" op het antwoordblad):

- **Voeg** 3 druppels "**13. 1-Nitroso-2-naphtol**" toe aan *ca.* 1 mL van de onbekende oplossing.
- **Voeg** 5 druppels "**4. H₂SO₄**" en 5 druppels "**14. HNO₃**" **toe**.
- **Verwarm** de oplossing met behulp van het waterbad.
- Het verschijnen van een **rode kleur** duidt op de aanwezigheid van een fenolgroep. **Merk op** dat deze kleur na verloop van tijd verdwijnt.

Q2.3 a) Noteer de drielettercodes van de aminozuren die je in elke oplossing hebt geïdentificeerd (rij "**AA**" op het antwoordblad).

b) **Kruis** voor elk paar aminozuren dat je in elke oplossing hebt geïdentificeerd het vakje **aan** voor het aminozuur met de hogere *R_f*-waarde (rij "**Higher R_f**" op het antwoordblad).

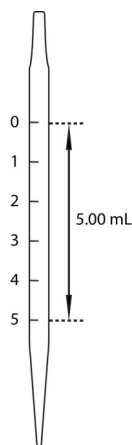


Onderdeel B: Titrimetrische analyse

Stap 1. Stellen van koper(II)acetaatoplossing

1. **Vul** een buret met 0.0200 M "**18. Na₂H₂EDTA**" oplossing.
2. **Voeg** aan de erlenmeyer **toe**:
 - 3 mL "**19. Acetate buffer**" met behulp van een plastic pasteurpipet;
 - 3 druppels "**15. Alizarin Red S**" indicatoroplossing toe met een druppelflesje;
 - 5.00 mL "**17. Cu(CH₃COO)₂**" oplossing met de pipet met schaalverdeling.

Merk op dat de pipet van 5.00 mL een schaalverdeling heeft zoals hieronder is aangegeven:



3. **Titreer** totdat de kleur van de oplossing verandert van roze naar een constante heldergroene kleur.
4. **Herhaal** indien nodig de stappen 1-3.

Q2.4 Noteer de waargenomen volumes (V_0 , mL - beginstand van de buret; V_f , mL - eindstand van de buret; T , mL - toegevoegde hoeveelheid).

Q2.5 Noteer de door jou geaccepteerde toegevoegde hoeveelheid Na₂H₂EDTA oplossing ($V_{\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}}$, mL).

Q2.6 Bereken de molariteit van de koper(II)acetaatoplossing ($c_{\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2}$, M).



Stap 2. Titratie van een monster van een onbekend in de natuur voorkomend aminozuur

5. **Vul** de maatkolf "**21. Sample X**" (250 mg van een onbekend aminozuur) aan tot de maatstreep met gedestilleerd water.

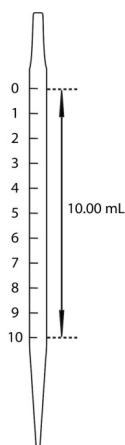
6. **Vul** een nieuwe buret met de gestandaardiseerde "**17. Cu(CH₃COO)₂**" oplossing.

7. **Voeg** 15 mL "**20. Carbonate buffer**" **toe** aan het amberkleurige flesje "**16. Murexide**" indicator. **Meng** tot de indicator volledig is opgelost. **Ga** onmiddellijk na het bereiden van de indicatoroplossing **verder** met de titratie.

8. **Voeg** aan een erlenmeyer **toe**:

- 10 mL "**20. Carbonate buffer**" toe met behulp van de maatcilinder;
- 2 mL bereide murexide-oplossing met behulp van het druppelflesje;
- 10.00 mL **Sample X** oplossing met behulp van een pipet met schaalverdeling.

Merk op dat de pipet van 10.00 mL een schaalverdeling heeft zoals hieronder afgebeeld:



9. **Titreer** van roze tot de tussenliggende violette kleur volledig verdwenen is. **Bekijk** de kleurverandering tegen een **witte achtergrond** en **buiten direct zonlicht**.

10. **Herhaal** indien nodig de stappen 8-9.

Q2.7 Noteer de waargenomen volumes (V_0 , mL - beginstand van de buret; V_f , mL - eindstand van de buret; T , mL - toegevoegde hoeveelheid).

Q2.8 Schrijf je geaccepteerde toegevoegde hoeveelheid Cu(CH₃COO)₂ oplossing ($V_{\text{Cu(CH}_3\text{COO)}_2}$, mL) **op**.

Q2.9 Koper(II)acetaat reageert met het getitreerde aminozuur in een verhouding 1 : 2. **Teken** een aannemelijke structuur van het product van deze reactie (gebruik "R" om de zijketen van het aminozuur aan te geven).



PQ2

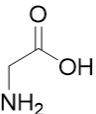
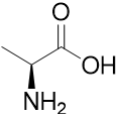
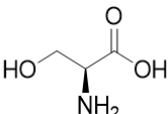
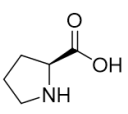
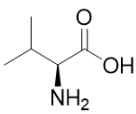
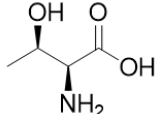
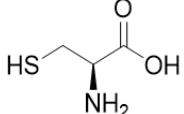
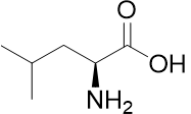
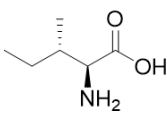
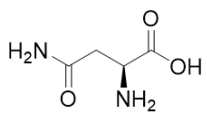
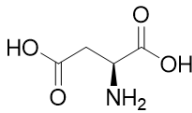
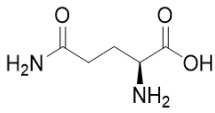
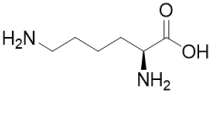
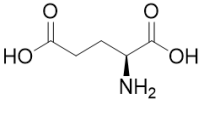
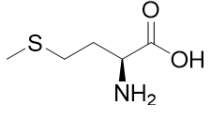
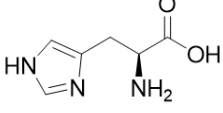
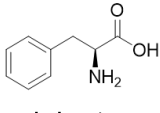
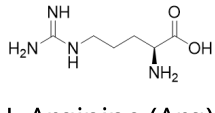
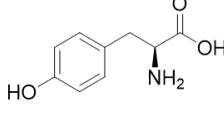
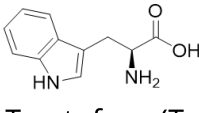
Q2.10 Bereken de molecuulmassa (M_r) van het aminozuur in **Sample X** op basis van de titratieresultaten.

Opmerking: de M_r waarden van natuurlijk aminozuren en hun aminozuren staan ter referentie op de volgende pagina.



PQ2

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th ICHO - United Arab Emirates - 2025

 Glycine (Gly) C₂H₅NO₂ M_r = 75.07	 L-Alanine (Ala) C₃H₇NO₂ M_r = 89.09	 L-Serine (Ser) C₃H₇NO₃ M_r = 105.1	 L-Proline (Pro) C₅H₉NO₂ M_r = 115.1
 L-Valine (Val) C₅H₁₁NO₂ M_r = 117.1	 L-Threonine (Thr) C₄H₉NO₃ M_r = 119.1	 L-Cysteine (Cys) C₃H₇NO₂S M_r = 121.2	 L-Leucine (Leu) C₆H₁₃NO₂ M_r = 131.2
 L-Isoleucine (Ile) C₆H₁₃NO₂ M_r = 131.2	 L-Asparagine (Asn) C₄H₈N₂O₃ M_r = 132.1	 L-Asparaginezuur (Asp) C₄H₇NO₄ M_r = 133.1	 L-Glutamine (Gln) C₅H₁₀N₂O₃ M_r = 146.1
 L-Lysine (Lys) C₆H₁₄N₂O₂ M_r = 146.2	 L-Glutaminezuur (Glu) C₅H₉NO₄ M_r = 147.1	 L-Methionine (Met) C₅H₁₁NO₂S M_r = 149.2	 L-Histidine (His) C₆H₉N₃O₂ M_r = 155.2
 L-Phenylalanine (Phe) C₉H₁₁NO₂ M_r = 165.2	 L-Arginine (Arg) C₆H₁₄N₄O₂ M_r = 174.2	 L-Tyrosine (Tyr) C₉H₁₁NO₃ M_r = 181.2	 L-Tryptofaan (Trp) C₁₁H₁₂N₂O₂ M_r = 204.2



3. Ben je klaar om de antwoorden te vinden?

Uitrusting

Item	Hoeveelheid	Labels
PS ontwikkelkamer	1	PS
AS ontwikkelkamer	1	AS
TLC-ontwikkelkamer, 250 mL met filtreerpapier	2	Q3 TLC
Petrischaal	2	1:3 en 1:6
Fles, 250 mL	1	Q3 waste
Eppendorfbuisjes (2 mL)	8 + 2 extra	E, F, G, H, EF, EG, FH, GH
Standaard (voor Eppendorfs)	1	-
Drijvend rek	1	(In de doos met label) Q3
Gelabelde plastic zakjes:		
Niet-UV TLC-plaatjes	2	Q3 TLC A + studentcode
UV TLC-plaatjes	1	Q3 TLC UV A + studentcode
Niet-UV TLC-plaatjes	5 + 4 extra	TLC B + studentcode
Plastic spatel	4 + 1 extra	(In de doos met label) Q3
Plastic pasteurpipet	10 + 10 extra	(In de doos met label) Q3
Capillairen in een centrifugebuis	15 + 15 extra	Q3 capillaries



PQ3

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th IChO - United Arab Emirates - 2025

Chemicaliën

Naam	Fase	Concentratie	Hoeveelheid	Zit in	Label
KMnO ₄ kleurstof	aq	-	40 mL	50 mL flesje	PS
<i>p</i> -Anisaldehyde kleurstof	sol	-	40 mL	50 mL flesje	AS
Loopvloeistof EtOAc : hexaan	l	1:6	20 mL	50 mL flesje	1:6
Loopvloeistof EtOAc : hexaan	l	1:3	40 mL	50 mL flesje	1:3
Ethylacetaat	l	-	20 mL	50 mL flesje	EtOAc
1 in EtOAc	sol	0.1 M	0.3 mL	2 mL flesje	A, B, C, D
2 in EtOAc	sol	0.1 M	0.3 mL	2 mL flesje	
3 in EtOAc	sol	0.1 M	0.3 mL	2 mL flesje	
4 in EtOAc	sol	0.1 M	0.3 mL	2 mL flesje	
5	-	Zuiver	200 mg	2 mL flesje	E, F, G, H
6	-	Zuiver	200 mg	2 mL flesje	
7	-	Zuiver	200 mg	2 mL flesje	
8	-	Zuiver	200 mg	2 mL flesje	
9	-	Zuiver	200 mg	2 mL flesje	
10	-	Zuiver	200 mg	2 mL flesje	
11	-	Zuiver	200 mg	2 mL flesje	



15% van het totaal

3.1	3.2	3.3	3.4	3.5	3.6	3.7	3.8	3.9	3.10	3.11	3.12
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	5.8	2

3.13	3.14	3.15	3.16	3.17	3.18	3.19	3.20	3.21	3.22	Totaal
1.2	4	1	2	1	0	4	15	4	12	62

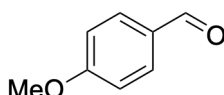
Dunnelaagchromatografie (TLC) is een krachtige analysetechniek in de organische chemie. Deze opdracht verkent enkele van de vele toepassingen.

In onderdeel A gebruik je drie soorten visualisatietechnieken om onbekende oplossingen **A-D** te identificeren.

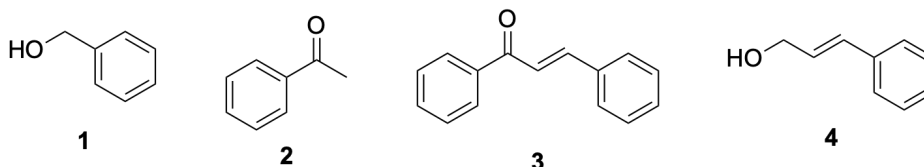
In onderdeel B identificeer je onbekende chemicaliën **E-H** door telkens twee ervan met elkaar te laten reageren en de TLC-analyse van de verkregen reactiemengsels.

Onderdeel A: TLC-visualisatie

Je krijgt een basische KMnO_4 kleurstof (**PS**), de zure *p*-anisaldehyde kleurstof (**AS**) en vier onbekende monsters **A-D**. De structuur van *p*-anisaldehyde is hieronder gegeven.



Elk monster bevat één van de verbindingen **1-4**. Je moet identificeren welke verbinding in welk monster zit door TLC-plaatjes chemisch te kleuren en de vlekken met UV-licht te visualiseren.



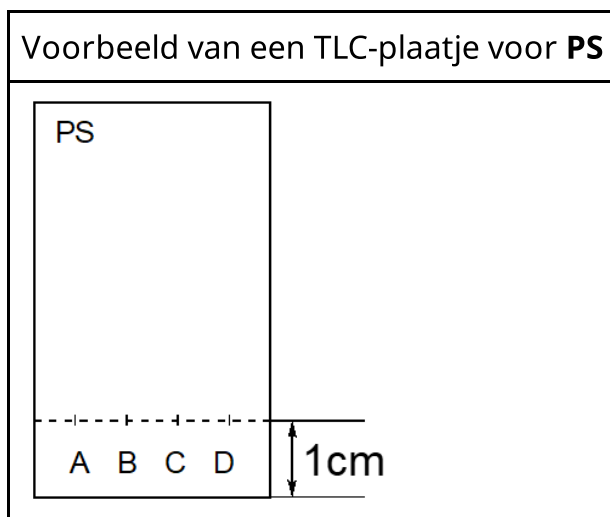
1. **Zet** de verwarming op de verwarmingsplaat aan (**draai** de draaiknop **tussen VI en X**) en roer langzaam.



PQ3

أولمبياد الكيمياء الدولي السابع والخمسون
الإمارات العربية المتحدة
57th IChO - United Arab Emirates - 2025

2. Voor dit onderdeel heb je twee TLC-plaatjes nodig uit het hersluitbare zakje "Q3 TLC A" en één uit het hersluitbare zakje "Q3 TLC UV A". **Bereid** de plaatjes **voor** zoals aangegeven in onderstaande figuur: **markeer** de startlijn en vier plekken gemerkt **A-D** op gelijke afstand van elkaar.



3. **Markeer** één TLC-plaatje bovenaan met "AS" en de ander met "PS". **Markeer** het UV TLC-plaatje, uit het aparte zakje, met "UV". **Dit plaatje mag je niet chemisch kleuren of verwarmen**, dit plaatje zal gebruikt worden voor UV-visualisatie.

4. **Gebruik** de loopvloeistof EtOAc : hexaan = 1:6 om de TLC-ontwikkelkamer, gemarkeerd "1:6", **voor te bereiden**. De hoogte van het niveau van de loopvloeistof moet ~0.5 cm zijn. Gooi overtollig loopvloeistof weg in de fles "Q3 waste".

5. **Breng** met een capillair een stip van de onbekenden **A-D** aan op de drie TLC-plaatjes. Breng niet te veel aan; de **diameter** van de vlek moet **kleiner zijn dan 4 mm**.

6. **Gebruik** de pincet om de TLC-plaatjes in de ontwikkelkamer te plaatsen en **ontwikkel** de TLC-plaatjes. Je kunt gerust meer dan één TLC-plaatje tegelijk in dezelfde ontwikkelkamer zetten. Het is het beste om de loopvloeistof minstens 5 cm te laten lopen. De ontwikkelkamer moet **altijd gesloten zijn**.

7. **Haal** de platen na afloop uit de ontwikkelkamer en **markeer** het vloeistoffront met een lijn.

8. **Droog** de plaatjes aan de lucht tot alle loopvloeistof verdampt is.



PS TLC-plaatje

9. **Houd** een papieren doekje gereed. Doe de kleurstof in de kleurkamer gelabeld **PS. Pak** het **PS** TLC-plaatje vast met een pincet. **Dompel** het **PS** TLC-plaatje in de **PS** kleurstof. **Zorg ervoor** dat de kleurstof tot aan het vloeistoffront reikt.

10. **Haal** het plaatje eruit en laat de overtollige kleurstof van de plaat druipen op het papieren doekje. **Veeg** de achterkant van het plaatje af met een papieren doekje.

Q3.1 Geef alle vlekken **aan** die verschijnen vóór het verwarmen. **Vink** het (de) juiste vakje(s) **aan** als er een vlek is voor dat monster; **vink** het vakje "N" **aan** als er geen vlek is.

Q3.2 Maak een schets van het **PS** TLC-plaatje vóór verhitting.

11. **Verwarm** het TLC-plaatje op de verwarmingsplaat (gebruik een pincet om het TLC-plaatje te plaatsen en te verwijderen) totdat de vlekken zich hebben ontwikkeld (~5 - 60s).

Q3.3 Geef alleen **extra vlek(ken)** **aan** die verschijnen na verwarming door het juiste vakje/de juiste vakjes aan te vinken; **vink** het vakje "N" **aan** als er geen extra vlek verschijnt.

12. **Omcirkel** alle vlekken op het TLC-plaatje met een potlood.

Q3.4 Maak een schets van het **PS** TLC-plaatje na verhitting.

AS TLC-plaatje

13. **Kleur** het **AS** TLC-plaatje in de **AS** kleurstof met dezelfde procedure als voor de **PS** kleurstof. **Sluit** de kleurkamer.

Q3.5 Geef alle vlekken **aan** die verschijnen vóór verwarming. **Kruis** het (de) juiste vakje(s) **aan** als er een vlek is voor dat monster; **kruis** het vakje "N" **aan** als er geen vlek is.

Q3.6 Maak een schets van de **AS** TLC-plaatje vóór verhitting.

14. **Verwarm** de plaat.



Q3.7 Geef alleen **de extra vlek(ken) aan** die na verhitting verschijnen door de betreffende vakjes **aan te kruisen**; **kruis** het vakje "N" aan als er geen extra vlek verschijnt.

15. **Omcirkel** alle vlekken op het plaatje met een potlood.

Q3.8 Maak een schets van het **AS** TLC-plaatje na verhitting.

UV TLC-plaatje

Het UV TLC-plaatje wordt gebruikt om detectie met kleurstoffen en UV te vergelijken. **Verwarm dit plaatje NIET.**

16. **Steek** de "UV"-kaart **omhoog**. Een assistent brengt je naar de UV-lamp om dit plaatje onder UV-licht te bekijken.

17. **Omcirkel** alle vlekken die zichtbaar zijn onder UV-licht.

Q3.9 Markeer de rij van de verbinding met de **laagste** absorptie van UV-licht.

Q3.10 Maak een schets van het UV TLC-plaatje.

Q3.11 Leg alle drie de TLC-plaatjes op het aparte antwoordblad. **Steek** de "CAM"-kaart **omhoog**. Jij en een assistent moeten nu het antwoordblad **aftekenen**. De assistent neemt de TLC's mee voor een foto en jij krijgt de TLC-plaatjes met je antwoordblad terug. **Plaats** de drie TLC-plaatjes in hun respectievelijke zakjes (gelabeld "**Q3 TLC A**" en "**Q3 TLC UV A**"). Zowel de foto als de ingeleverde plaatjes worden gebruikt voor de beoordeling.

Q3.12 Volgens de TLC:

(a) **Vink** de meest polaire verbinding(en) van **A-D aan**.

(b) **Vink** de minst polaire verbinding(en) van **A-D aan**.



PQ3

Q3.13 Zet een vinkje/vinkjes in het vakje/de vakjes behorende bij onderstaande beweringen die op basis van je waarnemingen juist is/zijn. Ga niet uit van theoretische voorkennis of aannames.

- (a) **PS** visualiseert geen alkenen.
- (b) **PS** visualiseert alkenen zonder verwarming.
- (c) **PS** visualiseert alkenen alleen met verwarming.
- (d) **AS** visualiseert alkenen zonder verwarming.
- (e) **AS** visualiseert geen carbonylverbindingen met α -CH bindingen.
- (f) **AS** visualiseert carbonylverbindingen met α -CH bindingen zonder verwarming.
- (g) **AS** visualiseert carbonylverbindingen met α -CH bindingen alleen met verwarming.
- (h) **UV** visualiseert geen verbindingen die UV-licht van de gebruikte lamp absorberen.
- (i) **UV** visualiseert verbindingen die UV-licht van de gebruikte lamp absorberen.

Q3.14 Link verbindingen **1-4** aan de monsters **A-D**.



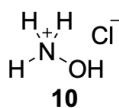
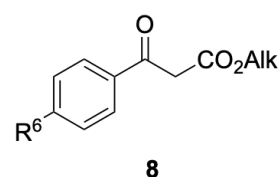
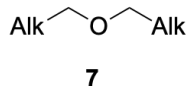
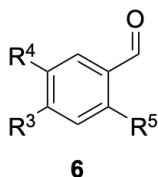
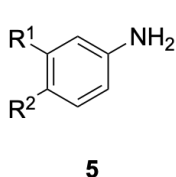
Onderdeel B: Identificatie van onbekende verbindingen aan de hand van hun reacties

De concentratie van het reagens beïnvloedt de snelheid van de meeste chemische reacties. Dit maakt reacties zonder oplosmiddelen (of reacties die met weinig oplosmiddel worden uitgevoerd) vaak robuuster dan reacties die met oplosmiddelen worden uitgevoerd. In dit experiment ga je op kleine schaal een aantal vrijwel oplosmiddelloze reacties uitvoeren om onbekende verbindingen te identificeren. Met deze oplosmiddelvrije techniek kunnen deze reacties in 10 minuten plaatsvinden, vergeleken met 1-10 uur in een oplosmiddel.

Je hebt vier onbekende monsters: **E**, **F**, **G** en **H**. Elk monster is anders en bevat één van de zeven onderstaande verbindingen (**5-11**).

De voortgang van de reactie wordt gecontroleerd met TLC en gevisualiseerd met PS.

Ruik NIET aan de verbindingen, want ze kunnen giftig zijn als je ze inademt!



Vertrouw voor identificatie niet op de geur of fysieke toestand van een verbinding. De substituenten zijn niet gegeven om dit te voorkomen. "Alk" is een alkylgroep. De restgroepen R¹-R⁶ zijn inert in de reacties die je gaat uitvoeren. Vertrouw op de uitgevoerde experimenten om de monsters te identificeren.

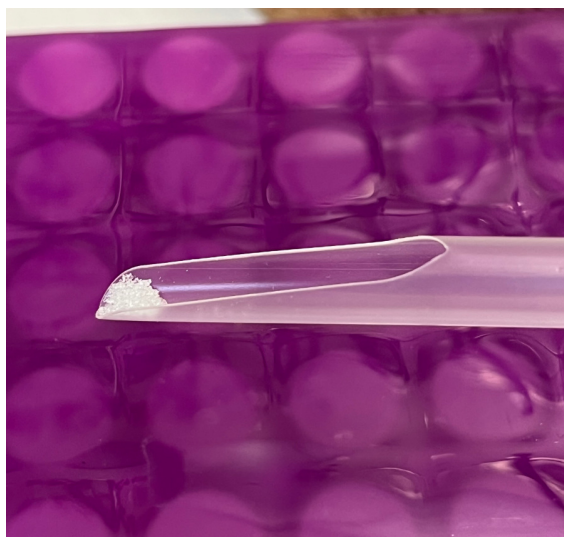


Oplosbaarheids-/mengbaarheidstest

Voer als volgt oplosbaarheids-/mengbaarheidstests uit in EtOAc voor de onbekende stoffen **E-H**:

1. **Neem** een eppendorfbuisje **gelabeld** met de letters **E-H**.
2. **Voeg** een druppel (als het een vloeistof is) of een spatelpuntje (als het een vaste stof is, zie de afbeelding hieronder) van het betreffende onbekende monster **toe**.

Een spatelpuntje ziet er zo uit



3. **Voeg** ~1 ml EtOAc **toe**.

Q3.15 Zet een vinkje bij je waarnemingen voor elke verbinding (schrijf "Y" voor opgelost/mengbaar, of "N" voor niet opgelost / niet mengbaar).

4. **Bewaar** de buisjes, omdat de monsters gebruikt zullen worden als referentie voor de latere TLC-analyse.

TLC-analyse van zuivere onbekenden

5. **Neem** een TLC-plaatje. Gebruik de platen uit het hersluitbaar zakje met het label "Q3 TLC B". **Teken** de startlijn en markeer de aangebrachte stippen met de letters **E-H**. **Markeer** het plaatje met **UNK**.



6. **Maak** een nieuwe ontwikkelkamer met loopvloeistof EtOAc : hexaan = 1:3. **Ontwikkel** de TLC van **E-H**. **Markeer** het vloeistoffront.

7. **Kleur** het TLC-plaatje met **PS**. **Verwarm** de plaat. **Omcirkel** alle ontwikkelde vlekken.

Q3.16 Leg dit plaatje op het aparte antwoordblad. **Steek** de "CAM"-kaart **omhoog**. Een assistent zal het plaatje fotograferen. Aan het einde van het experiment **doe** je het TLC-plaatje terug in het plastic zakje met label "**Q3 TLC B**". Zowel de foto als het ingeleverde plaatje worden gebruikt voor de beoordeling aan het einde van de practicumtoets.

Q3.17 Zet een vinkje bij je waarnemingen na visualisatie met PS in de tabel (Y - zichtbaar, N - niet zichtbaar).

Als een verbinding niet zichtbaar is met **PS**, hoef je in het vervolg van dit experiment geen referentiestip van deze verbinding te maken op de TLC.

Paarsgewijze reacties

Voer als volgt paarsgewijze reacties **uit** tussen de onbekende monsters **E-H**.

Alle reactieproducten **moeten zichtbaar zijn** met TLC-analyse als deze correct zijn uitgevoerd.

Tussen de paren E+H en F+G treedt **geen reactie** op, dus die hoef je **niet** uit te voeren.

8. **Verwarm** het waterbad tot het zachtjes kookt: **zet** de draaiknop op **X**. Als het water kookt, **verlaag** de verwarming zodat het zachtjes kookt (zet de draaiknop tussen **VI** en **X**).

9. **Gebruik** de vier eppendorfbuisjes met het label voor de zes paarsgewijze reacties die je moet uitvoeren, bijvoorbeeld de reactie tussen **E** en **F** wordt uitgevoerd in het eppendorfbuisje met het label "**EF**".

10. **Voeg** het eerste reagens **toe** (**twee druppels** vloeistof of **twee kleine spatelpuntjes** vaste stof).

11. **Voeg slechts één druppel** EtOH **toe** als oplosmiddel.

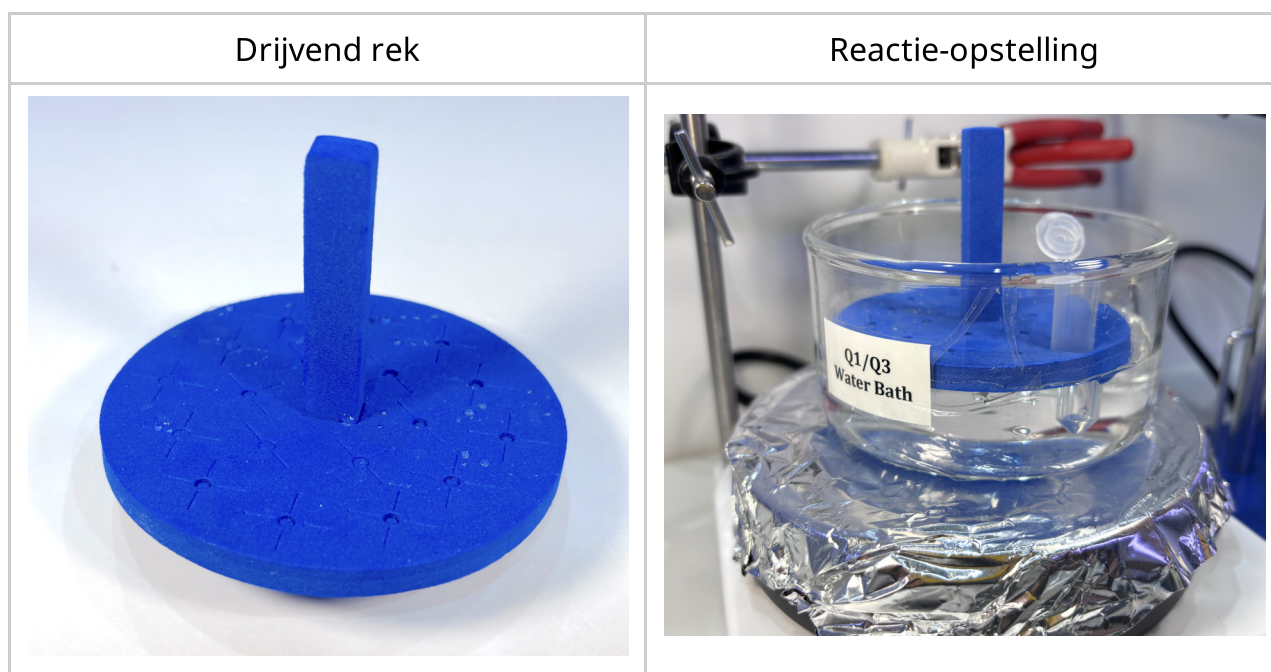


12. **Voeg** het tweede reagens **toe** (twee druppels vloeistof of twee kleine spatelpuntjes vaste stof).

13. **Sluit** het buisje **niet**.

Q3.18 Je kunt je eventuele waarnemingen **noteren** in de tabel. Deze tabel is voor je gemak, hij wordt niet beoordeeld!

14. **Verwarm** het reactiemengsel gedurende 10 minuten door het flesje in het drijvende rek te plaatsen en het rek in het voorverwarmde waterbad te zetten (zie de afbeelding hieronder).



15. **Verwijder** na 10 min het reactiemengsel en **laat het afkoelen** tot kamertemperatuur.

16. **Voeg** EtOAc **toe** (~1.5-1.8 mL), **sluit** het buisje en **meng** voorzichtig.

17. **Voer** een TLC-analyse **uit** van het reactiemengsel, kleur met **PS** en verwarm het plaatje daarna. **Label** eerst het TLC-plaatje met de combinatie, bijvoorbeeld **EF**. **Markeer** drie stippen: **E** - voor verbinding **E**, **R** - voor reactiemengsel, **F** - voor verbinding **F**. **Gebruik** de EtOAc : hexaan = 1:3 loopvloeistof voor alle TLC's **behalve voor de reactie tussen F en H** waarvoor je EtOAc : hexaan = 1:6 loopvloeistof moet gebruiken. **Markeer** het vloeistoffront. **Omcirkel alle vlekken** op het TLC-plaatje.



Q3.19 Zet een vinkje op het antwoordblad bij het reactieresultaat (Y = wel reactie; N = geen reactie) volgens de TLC voor elk reactiepaar.

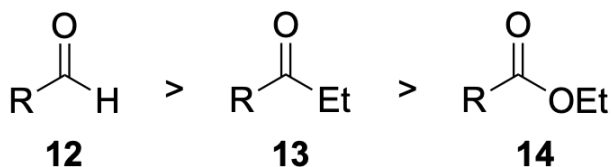
Q3.20 Identificeer de onbekende monsters aan de hand van je waarnemingen. **Link** de juiste letter **E-H** **aan** de stoffen **5-11** of **zet een vinkje** naast "N" als de stof niet aanwezig is in de flesjes **E-H**.

Q3.21 Teken voor elk reactiepaar de structuur van het gevormde product (of de producten) volgens de gebruikte reactanten **E-H**. **Zet een vinkje** naast "N" als er geen product is.

Hints:

Eén reactiepaar geeft twee organische producten; een ander reactiepaar geeft een cyclisch product.

De carbonylverbindingen staan hieronder in volgorde van afnemende reactiviteit met een bepaald nucleofiel.



Q3.22 Leg elk TLC-plaatje op de juiste plaats op het aparte antwoordblad. **Steek** de "CAM"-kaart **omhoog**. Een assistent neemt de plaatjes mee voor een foto. **Doe** alle TLC-plaatjes van dit onderdeel in het plastic zakje met het label "**Q3 TLC B**". Zowel de foto als de ingeleverde plaatjes worden gebruikt voor de beoordeling aan het einde van de practicumtoets.