

De experimenten voor deze toets zijn voorbereid door:

Merel Lefferts

Mitchell Rikken

Bram Bemelmans

Sjoerd Verboom

Floris de Jong

De eindredactie was in handen van:

Kees Beers en Dick Hennink

Het NSO comité:

Marijn Jonker en Emiel de Kleijn

Aanwijzingen/hulpmiddelen

- Deze practicumtoets bestaat uit twee onderdelen:
 - De synthese van de ester 1-pentylpropanoaat.
 - De bepaling van het gehalte azijnzuur in azijn met behulp van een titratiecurve.
- Na vier uur eindigt de practicumtoets. Binnen deze tijd moeten:
 - de bijgevoegde antwoordbladen zijn ingevuld;
 - alle vragen zijn beantwoord.
- Na afloop van de practicumtoets, als je alles hebt ingeleverd, moet het glaswerk nog worden schoongemaakt en in de bakken voor gebruikt glaswerk worden geplaatst.
- De maximumscore voor de 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.
- Noteer de antwoorden op de vragen in de boxen op de antwoordbladen. Als je niet genoeg ruimte hebt, mag je extra papier vragen.

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 een ander!

Volgorde van de experimenten

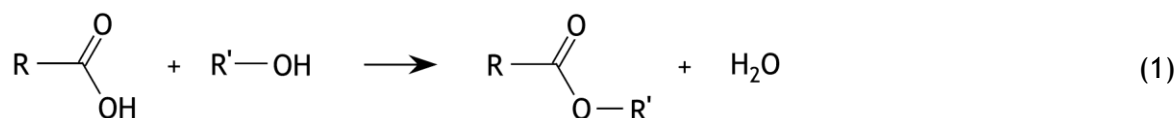
Deze toets bestaat uit twee experimenten.

Begin met **Experiment 1** (het synthetiseren van een ester).

Tijdens de uitvoering van dit experiment moet het reactiemengsel 1,5 uur koken. Gebruik deze tijd om **Experiment 2** (de bepaling van de titratiecurve) uit te voeren en de vragen daarbij te beantwoorden.

Inleiding

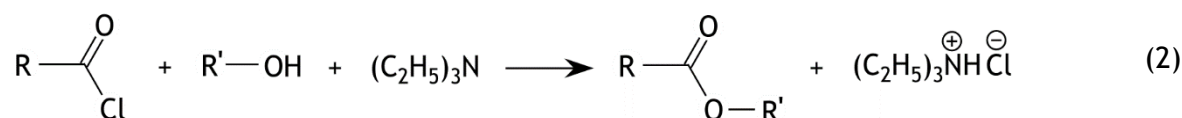
Esters zijn organische stoffen waarvan de moleculen een $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ -\text{C} \\ | \\ \text{O}- \end{array}$ groep bevatten. Esters kunnen gezien worden als het product van een reactie tussen een carbonzuur en een alcohol:



In het dagelijks leven komen we zowel natuurlijke als gesynthetiseerde esters overal tegen. Zo zijn esters bijvoorbeeld verantwoordelijk voor de geur van vruchten en bloemen, zijn vetten en oliën esters van glycerol en vetzuren, en is de esterverbinding regelmatig aanwezig in medicijnen.

Esters kunnen dus gesynthetiseerd worden door een reactie van een carbonzuur en een alcohol (1). Deze reacties zijn echter inefficiënt en hebben een lage opbrengst. Een efficiëntere manier om esters te maken is door een reactie van een alcohol met een zuurchloride, wat veel reactiever is dan een carbonzuur. Hierbij moet er voor worden gezorgd dat het zuurchloride vóór de reactie niet met water in aanraking komt, omdat het dan onmiddellijk heftig reageert onder vorming van het overeenkomstige carbonzuur en waterstofchloride.

Bij zo'n verestering wordt vaak een organische base zoals triethylamine gebruikt. Dit dient als katalysator, maar ook om het H^+ te binden dat bij de reactie vrijkomt. Er ontstaat dan triethylammoniumchloride, dat zich als een vaste stof in het reactiemengsel afscheidt:



In dit experiment ga je deze reactie gebruiken om 1-pentylpropanoaat te synthetiseren. Je gaat van een stinkend mengsel met triethylamine naar een lekker fruitige ester!





De beginstoffen voor de synthese zijn pentaan-1-ol, propanoylchloride en triethylamine. Van beide laatstgenoemde stoffen wordt een kleine overmaat gebruikt.




Chemicaliën

- triethylamine
- diethylether (hierna verder voor het gemak ether genoemd)
- pentaan-1-ol
- propanoylchloride
- demiwater
- 2 M zwavelzuur
- 1 M Na₂CO₃ oplossing
- MgSO₄ poeder
- CaCl₂ korrels

Veiligheidsinformatie en gegevens over de chemicaliën

- draag een veiligheidsbril
- wanneer je huid in contact komt met één van de chemicaliën, spoel het dan onmiddellijk af

<p style="text-align: center;"><u>Triethylamine</u></p> <p style="text-align: center;"></p> <ul style="list-style-type: none">▪ Formule: C₆H₁₅N▪ $M = 101,191 \text{ g mol}^{-1}$▪ $\rho = 0,726 \text{ g mL}^{-1}$▪ H301+H311+H331 H314, H335.▪ P280, P303+P361+P353, P304+P340+P310 P305+P351+P338.	<p style="text-align: center;"><u>Diethylether (Ethoxyethaan)</u></p> <p style="text-align: center;"></p> <ul style="list-style-type: none">▪ Formule: C₄H₁₀O▪ $M = 74,12 \text{ g mol}^{-1}$▪ $\rho = 0,713 \text{ g mL}^{-1}$▪ H224, H336▪ P210, P243, P261▪ P303+P361+P353 P304+P340 P312
<p style="text-align: center;"><u>Zwavelzuuroplossing 2 M</u></p> <p style="text-align: center;"></p> <ul style="list-style-type: none">▪ Formule: H₂SO₄ oplossing▪ H290, H314▪ P280, P301+P330+P331+P310 P303+P361+P353, P310, P305+P351+P338.	<p style="text-align: center;"><u>Calciumchloride korrels</u></p> <p style="text-align: center;"></p> <ul style="list-style-type: none">▪ Formule: CaCl₂▪ $M = 111 \text{ g mol}^{-1}$▪ H319▪ P280 P305+P351+P338 P337+P313

<p style="text-align: center;"><u>Propanoylchloride</u></p> <div style="text-align: center;">  </div> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Formule: C_3H_5ClO ▪ $M = 92,53 \text{ g mol}^{-1}$ ▪ $\rho = 1,06 \text{ g mL}^{-1}$ ▪ H331, H314, H302, H225 ▪ P305+P351+P338 P303+P361+P353 P280, P210 	<p style="text-align: center;"><u>Pentaaan-1-ol</u></p> <div style="text-align: center;">  </div> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Formule: $C_5H_{12}O$ ▪ $M = 88,15 \text{ g mol}^{-1}$ ▪ $\rho = 0,814 \text{ g mL}^{-1}$ ▪ H226, H315, H332, H335 ▪ P210, P260 P302+P352, P312
<p style="text-align: center;"><u>1-Pentylpropanoaat</u></p> <div style="text-align: center;">  </div> <ul style="list-style-type: none"> ▪ Formule: $C_8H_{16}O_2$ ▪ $M = 144,2 \text{ g mol}^{-1}$ ▪ $\rho = 0,873 \text{ g mL}^{-1}$ ▪ H226 ▪ P210, P370+P378 	

Materialen

Je vindt het benodigde materiaal in de bak met schoon glaswerk in je eigen straatje. Andere materialen vind je langs de randen van de labzaal.

Protocol

Lees eerst het volledige protocol voor je begint!

1. Bereid een droge reflux-opstelling voor. Dit is een reflux-opstelling met een calciumchloride-buisje bovenop de bolkoeler. We hebben het calciumchloride-buisje al voor je gevuld. Gebruik een 250 mL driehalskolf.
2. Plaats een druppeltrechter op één van de “zij-halzen” van de driehalskolf. Zorg ervoor dat het kraantje dicht is.
3. Gebruik een maatcilinder (en eventueel een trechter) om ongeveer 21,7 mL pentaan-1-ol en ongeveer 33,7 mL triethylamine af te meten. Noteer de afgemeten volumes in het juiste aantal decimalen.
4. Breng de alcohol en de triethylamine over in de driehalskolf van je reflux-opstelling. Spoel de maatcilinder, waarmee je de alcohol hebt afgemeten, na met twee keer 5 mL diethylether (hierna gewoon ether genoemd).
5. Voeg ongeveer 25 mL droge ether en een roerboon toe.
6. Gebruik een pan met ijs en een beetje water om het reactiemengsel te koelen.
7. Zet de roermotor aan.
8. Laat je opstelling controleren door een begeleider.
9. Gebruik een schone en droge maatcilinder om ongeveer 19,2 mL van het zuurchloride af te meten. Noteer het afgemeten volume in het juiste aantal decimalen.
10. Breng het zuurchloride over in de druppeltrechter. Zorg ervoor dat het zuurchloride niet al per ongeluk in het reactiemengsel terecht kan komen.
11. Voeg het zuurchloride langzaam, druppelsgewijs, toe aan het reactiemengsel. De reactie moet onder controle blijven.
12. Wanneer alle zuurchloride toegevoegd is, kan het ijsbad verwijderd worden.
13. Plaats een verwarmingsmantel onder de opstelling, zet de verwarming aan en laat het reactiemengsel 1,5 uur refluxen. (Het is soms moeilijk te zien of het kookt, dat geeft niet).

Voer nu Experiment 2 uit.

Nadat je Experiment 2 hebt uitgevoerd, voer je de rest van Experiment 1 uit.

14. Zet na 1,5 uur refluxen de verwarming uit, draai de lablift met de verwarmingsmantel omlaag en laat de kolf met het reactiemengsel ongeveer 10 minuten afkoelen.
15. Voeg ongeveer 40 mL demiwater toe aan het reactiemengsel.
16. Zorg ervoor dat zoveel mogelijk materiaal in oplossing komt. Zwenk eventueel voorzichtig.
17. Breng het reactiemengsel over in een scheitrechter.
18. Verwijder de waterlaag.
19. Was de etherlaag door 15 mL 2 M zwavelzuur aan de etherlaag toe te voegen, schud het mengsel (vergeet niet te ontluichten), en verwijder vervolgens de waterlaag.
20. Was de etherlaag door 10 mL water aan de etherlaag toe te voegen, schud het mengsel (vergeet niet te ontluichten), en verwijder vervolgens de waterlaag.
21. Was de etherlaag door 15 mL 1 M Na_2CO_3 oplossing aan de etherlaag toe te voegen, schud het mengsel (vergeet niet te ontluichten, dat is bij deze stap extra belangrijk!), en verwijder vervolgens de waterlaag.
22. Was de etherlaag nogmaals door 10 mL water aan de etherlaag toe te voegen, schud het mengsel (vergeet niet te ontluichten), en verwijder vervolgens de waterlaag.
23. Breng de etherlaag over in een erlenmeyer.

24. Voeg een paar kleine schepjes droog MgSO_4 toe, tot je een fijn poeder ziet als je de erlenmeyer zwenkt.
25. Weeg een 100 mL rondbodemkolf. Noteer de massa.
26. Stop wat katoenen watten boven in de hals van een trechter en filtreer het mengsel hierdoor. Vang het filtraat op in de gewogen rondbodemkolf.
27. Gebruik een rotavap om de ether te verdampen. Houd het waterbad op $\leq 20^\circ\text{C}$.
28. Weeg de kolf met je ester. Noteer de massa.
29. Breng met een pasteurpipet 1 druppel van je ester over in een NMR-buisje. Sluit het NMR-buisje met een dopje en gebruik een “vlaggetje” om het buisje te labelen.
30. Lever het NMR-buisje met label in. Na afloop van de practicumtoets wordt dit gebruikt om een NMR-spectrum op te nemen, om de zuiverheid van je product te bepalen. Je hoeft niet te wachten op het resultaat.
31. Breng de rest van je ester over in een 20 mL telflesje. Sluit het flesje en schrijf je zuurkastnummer met watervaste stift op het flesje.
32. Lever het telflesje ook in.

Vragen - noteer de antwoorden op de antwoordbladen

- 1 Geef de naam (namen) van de stof(fen) die uit het reactiemengsel worden verwijderd bij het toevoegen van water (stap 15). 3
- 2 Wat is het nut van het wassen met zwavelzuur (stap 19)? 1
- 3 Wat is het nut van het toevoegen van magnesiumsulfaat (stap 24)? 1
- 4 Noteer:
- het aantal mL alcohol dat je hebt gebruikt
 - het aantal mL triethylamine dat je hebt gebruikt
 - het aantal mL zuurchloride dat je hebt gebruikt 2
- 5 Bereken hoeveel gram ester maximaal kan ontstaan bij de synthese bij 100% omzetting. 4
- 6 Noteer:
- de massa van de lege rondbodemkolf
 - de massa van de rondbodemkolf met je ester 3
- 7 Bereken de opbrengst van de estersynthese. Geef je antwoord zowel in gram als in een percentage van de maximale opbrengst bij 100% omzetting. 2

Het triethylamine dat bij de reactie wordt gebruikt, dient als katalysator, maar ook als base om het H^+ dat wordt afgesplitst te binden; daarom wordt geen katalytische hoeveelheid triethylamine gebruikt.

- 8 Geef een mogelijk mechanisme voor de werking van het triethylamine.

Noteer het zuurchloride als $R-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{Cl}$, de alcohol als $R'-\text{OH}$ en het triethylamine als

$\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$. Teken hierin de niet-bindende elektronenparen en geef met kromme pijlen (\curvearrowright) aan hoe elektronenparen zich verplaatsen. 4

Experiment 2 De bepaling van het gehalte azijnzuur in azijn met behulp van een titratiecurve.

40 punten

Inleiding

Tijdens een zuur-base titratie verandert de pH van de oplossing die wordt getitreerd. Wordt een (zwak) zuur getitreerd met natronloog, dan stijgt de pH eerst langzaam, daarna sterk en tenslotte weer langzaam. Het pH verloop tijdens een titratie kan worden gemeten met een pH meter en in een diagram uitgezet. Zo wordt een titratiecurve verkregen.



In dit experiment wordt de titratiecurve voor de titratie van een oplossing van azijnzuur bepaald en aan de hand daarvan wordt gecontroleerd of de gebruikte azijn aan de eisen van de Warenwet voldoet.

Chemicaliën

- azijn; dichtheid $1,005 \text{ g mL}^{-1}$
- demiwater
- 0,1 M natronloog (de exacte molariteit wordt vermeld)

Veiligheid

- draag een veiligheidsbril
- wanneer je huid in contact komt met één van de chemicaliën, spoel het dan onmiddellijk af

<u>Natronloog 0,1 M</u>	<u>Azijnzuuroplossing <10%</u>
	
<ul style="list-style-type: none">▪ Formule: NaOH oplossing▪ H290▪ P234, P390	<ul style="list-style-type: none">▪ Formule: $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$▪ H226, H 314, H318

Materialen

Je vindt het benodigde glaswerk in de bak met schoon glaswerk in je eigen straatje. Andere materialen vind je langs de randen van de labzaal.

Protocol

Lees het volledige protocol voor je begint!

1. Pipetteer 5,00 mL azijn in een bekersglas.
2. Voeg met een volpipet 20,00 mL water toe.
3. Gebruik een roerboon om het mengsel rustig te roeren tijdens de titratie.
4. Haal de dop van de pH-elektrode. Let op: ga er voorzichtig mee om, de elektrode is een kwetsbaar instrument.
5. Spoel de elektrode voorzichtig boven een groot bekersglas met demiwater af en dep de elektrode met een zachte tissue om het water te verwijderen. Raak de elektrode niet met je vingers aan!
6. Steek de elektrode in de oplossing en druk op de “read” knop om de pH te meten. Zorg dat de roerboon niet tegen de elektrode komt!
7. Als de pH-waarde stabiel is en niet meer knippert, noteer je deze op het antwoordblad. En haal je de elektrode uit de oplossing.
8. Titreer de azijnoplossing door steeds een beetje natronloog toe te voegen en na iedere toevoeging te pH te meten en op het antwoordblad te noteren. Noteer ook steeds hoeveel natronloog je hebt toegevoegd. Spoel en dep de elektrode tussen iedere meting. Zorg ervoor dat je voldoende meetpunten hebt om de gehele titratiecurve te kunnen construeren. Stop wanneer de pH van de oplossing ongeveer 12,5 is. In de buurt van het equivalentiepunt verandert de pH zeer snel!
9. Herhaal stap 1 t/m 8. Gebruik je ervaring van de eerste metingen om slimme stapgroottes te kiezen voor het toevoegen van natronloog, zodat je de interessante pH-gebieden goed in beeld brengt maar niet onnodig veel metingen doet in de minder interessante pH-gebieden.

Vragen: noteer de antwoorden op de antwoordbladen.

- 9 Noteer de exacte molariteit van de natronloog die je hebt gebruikt. 2
- 10 Noteer alle pH-waardes in de tabellen op je antwoordblad en de bijbehorende hoeveelheid toegevoegde natronloog. Je hoeft niet alle regels in de tabellen te gebruiken. 2
- 11 Zet de meetresultaten van beide bepalingen uit op millimeterpapier om voor iedere bepaling een titratiecurve van azijnzuur te krijgen. 10
- 12 Ga met behulp van een berekening na of het gehalte azijnzuur in de gebruikte azijn aan de eis van de Warenwet (tenminste 4 massaprocent) voldoet. Gebruik hiervoor de titratiecurve van de meest betrouwbare bepaling. 10
- 13 In punt 2 heb je met een volpipet 20,00 mL water toegevoegd. Had je hier ook een maatcilinder voor kunnen gebruiken? Geef een verklaring voor je antwoord. 2
- Je kunt ook het pH verloop van een zuur-base titratie berekenen. Bijvoorbeeld voor de titratie van 10 mL 0,10 M azijnzuur met 0,10 M natronloog.
- 14 Bereken voor deze titratie de pH op de volgende momenten: 6
- wanneer 5,0 mL natronloog is toegevoegd
 - in het equivalentiepunt