



Universiteit Utrecht

Faculteit
Bètawetenschappen
Scheikunde



Indicatoren

lesbrief vwo

Lesbrief indicatoren

Versie januari 2015

Gepubliceerd en gedistribueerd door

Universiteit Utrecht
Departement Scheikunde
Onderwijsinstituut Scheikunde
Padualaan 8
3584 CH Utrecht
Nederland
Telefoon: 030-2539339
E-mail: science.vwo.chem@uu.nl

Deze opdracht was een stageopdracht voor de OCEP cursus 2009
Orientatie op Communicatie en Educatieve Praktijk
Stagiare/ontwikkelaar: Eliane Swieringa
Stagebegeleider: Iris Caris, Onderwijsinstituut Scheikunde

© 2009 Onderwijsinstituut Scheikunde, Universiteit Utrecht, Nederland

Mits deze bron wordt vermeld is het toegestaan om zonder voorafgaande toestemming van bovenstaande uitgever deze uitgave geheel of gedeeltelijk te kopiëren dan wel op andere wijze te verveelvoudigen. Het Onderwijsinstituut Scheikunde stelt het op prijs geïnformeerd te worden over het gebruik van deze uitgave en de ervaringen die ermee zijn opgedaan.

Introductie

Dit experiment bestaat uit twee onderdelen. In het eerste deel wordt een indicator gemaakt. Het is voor jou nog onbekend welke indicator wordt gemaakt. In het tweede deel van het experiment ga je bepalen welke indicator is gemaakt. Dit ga je doen met behulp van titratie en pH metingen.

Theorie

Een indicator is een stof die de aanwezigheid, afwezigheid of de concentratie van een of andere stof kan aantonen. Dit gebeurt meestal door een karakteristieke verandering, meestal in kleur. Voorbeelden van indicatoren zijn zuur-base indicatoren.

Geschiedenis

Al in de zestiende eeuw werden sappen van planten gebruikt als kleurstoffen. In Frankrijk werden deze kleurstoffen gebruikt om zijde te kleuren. Bij het gebruik van de plantsappen veranderde onder bepaalde omstandigheden de kleur. Zuur maakte bijvoorbeeld dat het een rode kleur kreeg, terwijl basen zorgden voor een groene of blauwe kleur. In de zestiende eeuw bestonden de begrippen zuren en basen nog niet, eigenlijk bestond in die tijd de scheikunde zoals we het nu kennen helemaal nog niet. Daarom hadden deze kleurveranderingen weinig chemische betekenis.

Dit veranderde in de zeventiende eeuw. Robert Boyle (1627-1691) definieerde het begrip zuur als 'omstandigheid waaronder plantsappen rood kleuren'. Daarna bedacht hij dat de plantsappen als indicator voor zure omgeving gebruikt konden worden.

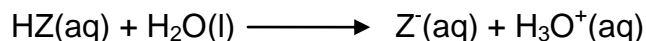
In 1775 beschreef Torbern Bergman de observatie van verschillende reacties met plantsappen. Sommige plantsappen werden rood in azijnzuur en andere niet, en sommige sappen werden al rood bij blootstelling aan de lucht. Hij bedacht dat je met behulp van de sappen kon bepalen hoe sterk een zuur was.

Vanaf 1782 werden indicatoren industrieel gebruikt. Voor bijna honderd jaar werden natuurlijke plantsappen als indicatoren gebruikt.

In 1877 lukte het E. Luck als eerste om een indicator te synthetiseren: de indicator fenolftaleïne en een jaar later synthetiseerde G. Lunge methyl oranje. In 1893 waren er al 14 indicatoren gesynthetiseerd.

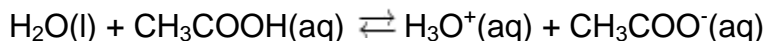
Zuren en basen

Zuren zijn stoffen die protonen (H^+) kunnen afstaan en basen kunnen protonen opnemen. Als je een zuur oplost in water, dan neemt het water een proton op van het zuur (Z).



Figuur 1: Robert Boyle

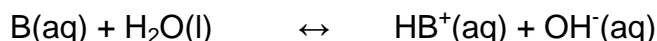
Sterke zuren zullen in water volledig dissociëren, maar bij zwakke zuren zal een evenwichtsreactie ontstaan. Een voorbeeld van een zwak zuur is azijnzuur.



Als een base oplost in water neemt het een proton op van water. Bij sterke basen gaat dit net zolang door tot alle base heeft gereageerd, het is een aflopende reactie.



Bij zwakke basen worden niet alle base deeltjes geprotoneerd, er ontstaat een evenwicht.

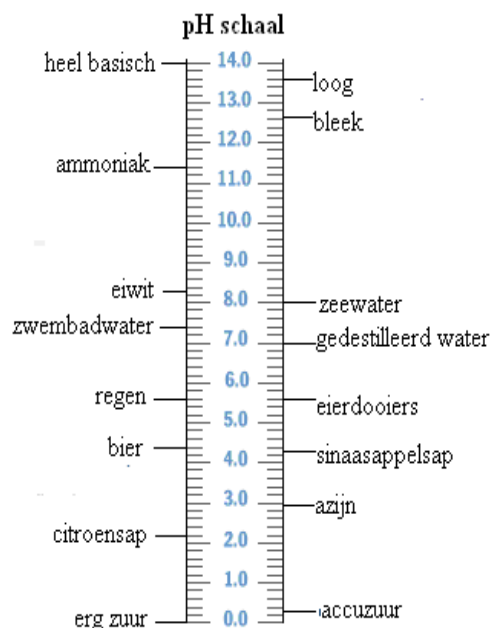


Hoe zuur of basisch een oplossing is kun je zien aan de pH. pH is een maat voor de zuurgraad van een oplossing. Een oplossing met pH 1 is heel zuur, een oplossing met pH 14 is heel basisch. Bij pH 7 wordt een oplossing neutraal genoemd. In figuur 2 zijn een aantal voorbeelden te zien van zure en basische stoffen met de pH erbij.

Als de concentratie H^+ bekend is kan de pH van de oplossing worden berekend. Dit kan met de volgende formule:

$$\text{pH} = -\log[\text{H}^+]$$

Deze formule geeft geen exact antwoord, maar het is een heel goede benadering voor de pH. Andersom kan ook. Als de pH van een oplossing bekend is, kan de concentratie H^+ worden uitgerekend.



Figuur 2: pH schaal

$$[\text{H}^+] = 10^{-\text{pH}}$$

In basische oplossingen is OH^- aanwezig. Van basische oplossingen bepaal je daarom niet de pH maar de pOH. Dit gaat op dezelfde manier als het bepalen van de pH, alleen gebruik je OH^- in plaats van H^+ .

$$\text{pOH} = -\log[\text{OH}^-]$$

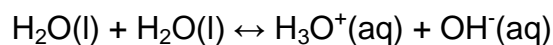
$$[\text{OH}^-] = 10^{-\text{pOH}}$$

Om van pOH om te rekenen naar pH onder normale omstandigheden is een formule nodig: $\text{pH} + \text{pOH} = 14$

De pH schaal die normaal gebruikt wordt loopt van 0 tot 14 (zie figuur 2). Dit is zo omdat een oplossing van 1 mol per liter van een sterk zuur (bijvoorbeeld HCl) een pH heeft van 0. Een oplossing van 1 mol per liter van een sterke base (bijvoorbeeld NaOH) heeft een pH van 14. pH is op logaritmische schaal. Dit betekent dat als je de pH 1 hoger wil, er 10 keer zoveel H^+ moet zijn. Omdat hogere concentraties niet heel veel voorkomen, en omdat de meeste gemeten pH waarden tussen de 0 en de 14 zijn, is de schaal zo gekozen.

Extra informatie

Water kan zowel zuur als base zijn, het ene water molecuul kan een H^+ opnemen van een ander water molecuul. Er ontstaat dan H_3O^+ en OH^- . Dit kan weer met elkaar reageren zodat weer water ontstaat. Er ontstaat een evenwicht:



Bij 25°C gelden de volgende concentraties:

$$\begin{aligned} [H_3O^+] &= 10^{-7} \text{ mol/L} \\ [OH^-] &= 10^{-7} \text{ mol/L} \end{aligned}$$

De waterconstante K_w is dan:

$$K_w = [H_3O^+] [OH^-] = 10^{-7} \times 10^{-7} = 10^{-14}$$

Van deze oplossing kun je ook de pH en de pOH uitrekenen:

$$\begin{aligned} \text{pH} &= -\log(10^{-7}) = 7 \\ \text{pOH} &= -\log(10^{-7}) = 7 \end{aligned}$$

Als je nu de pH en de pOH bij elkaar optelt krijg je $7 + 7 = 14$. Dit kun je ook berekenen door de pKw te berekenen:

$$\text{pKw} = -\log(K_w) = -\log(10^{-14})$$

Bij temperaturen anders dan 25°C is de K_w anders.

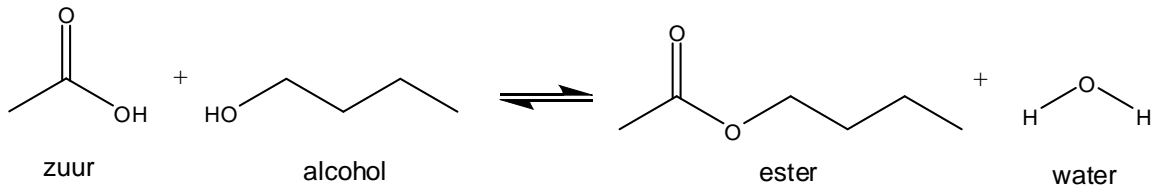
Bij 0°C is de K_w $0,114 \times 10^{-14}$ en bij 100°C is de K_w $51,3 \times 10^{-14}$.

Als de K_w $51,3 \times 10^{-14}$ is, dan is de pKw ongeveer 12,3. De pH en de pOH bij elkaar zijn dan ook 12,3 en niet 14.

Organische synthese

Het eerste experiment is een organische synthese. Organische synthese is een onderdeel van organische chemie. Bij de synthese worden bindingen gemaakt of verbroken. Deze bindingen kunnen tussen koolstofatomen onderling zijn maar ook andere bindingen kunnen worden veranderd.

Een voorbeeld van een organische synthese is de estersynthese. Bij estersynthese reageren een zuur en een alcohol met elkaar waarna een ester ontstaat en water.



Estersynthese is een voorbeeld van een condensatiereactie. Een condensatiereactie is een reactie waarbij water of een ander klein molecuul wordt afgesplitst.

Bij het maken van indicatoren treden meerdere soorten reacties op, ingewikkelder dan die in de estersynthese.

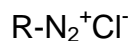
Titratie

Bij een zuur base titratie wordt steeds een bekende hoeveelheid base aan een zure oplossing toegevoegd of andersom. Doordat de base met het zuur in de oplossing reageert zal de pH langzaam stijgen. Als alle zuur in de oplossing heeft gereageerd met de toegevoegde base is het omslagpunt bereikt. Na het omslagpunt zal, als meer base wordt toegevoegd, de pH sneller stijgen. Dat komt doordat de base dan geen zuur meer heeft waar het mee kan reageren.

Experiment deel 1: synthese van de indicator X

Inleiding

De synthese van indicator X bestaat uit twee stappen. De eerste stap is het diazoteren van sulfanilzuur. Daarbij ontstaat een diazoniumzout. Dit is in de tweede stap nodig voor het bereiden van indicator X. Een diazoniumzout is een organische verbinding met een karakteristieke functionele groep, namelijk:



R is daarbij een bepaalde koolstofverbinding, bijvoorbeeld een benzeenring en Cl is een halogeen, maar het kan ook een ander halogeen zijn zoals Br of I. Diazoniumzouten zijn belangrijke tussenproducten voor syntheses van kleurstoffen.

Materiaal en stoffen

Stap 1

- 0.10 g Na_2CO_3
- 0.30 g sulfanilzuur
- 0.15 g NaNO_2
- 5 mL 4M zoutzuur
- 100 mL erlenmeyer
- 100 mL bekerglas
- 1-5 mL finnpipet
- Spuitfles met demiwater
- Pannetje
- Spatel
- Thermometer

Stap 2

- 0.22 g N,N-dimethylaniline
- 2 mL ijszijn
- 20 mL 10% natronloog
- 25 mL maatcilinder
- Büchnertrechter
- Afzuigerlenmeyer
- Pasteurpipet
- Roervlo
- Roer/kookplaat combinatie
- Pan
- Filtreerpapiertje
- Spuitfles demiwater
- Spatel

Veiligheid

1. De vaste stoffen X en natriumnitriet zijn vrij giftig. Hanteer ze daarom voorzichtig, en was na de synthese de handen in elk geval goed.
2. De kleurstof X gaat moeilijk van de huid af. Werk daarom zo gauw kleurstof aanwezig is met handschoenen aan. Indien de huid toch behoorlijk sterk gekleurd mocht raken, handel dan als volgt:
 - dep de huid met een beetje warme, verdunde, met H_2SO_4 aangezuurde 0.05 M KMnO_4 oplossing.
 - verwijder het ontstane bruinsteen met een beetje verdunde 0.05 M NaHSO_3 oplossing.
 - spoel goed met veel water.Ook met een schoonmaakmiddel als Jif is een niet te sterk met X gekleurde huid goed te reinigen.
3. Het dragen van een bril en van een laboratoriumjas is verplicht.

Uitvoering

Stap 1: diazoteren van sulfanilzuur

1. Los 0,10 g Na_2CO_3 op in 10 mL water, in een erlenmeyer van 100 mL.
2. Voeg hieraan 0,30 g sulfanilzuur toe. Roer zachtjes door middel van rondzwenken tot alles is opgelost.
3. Koel de erlenmeyer met inhoud af in een pannetje met ijs tot onder de 10 °C.
4. Voeg 0,15 g NaNO_2 (natriumnitriet) toe aan de oplossing. Roer weer tot alles (vrijwel) is opgelost.
5. Breng in een bekersglas van 100 mL ongeveer 2 g ijschilfers en 5 mL zoutzuur van 4 M.
6. Giet de bij punt 4 verkregen nitriet-sulfanilaat oplossing in het bekersglas met ijs/zoutzuur. Er kan nu een wit/gele stof (het diazoniumzout) uitkristalliseren, maar dat hoeft niet (dat wil zeggen, zout blijft in oplossing). Roer even goed door.

Stap 2: bereiden X

7. Los in een teflesje 0,22 g *N,N*-dimethylaniline op in 2 ml ijsazijn. Mogelijk staat deze oplossing al klaar.
8. Voeg deze oplossing toe aan het onder 6 bereide diazoniumzout.
9. Er kan nu na enkele minuten een oranje pasta neerslaan, of het mengsel blijft een heldere oplossing. Voeg in beide gevallen 20 ml 10 % natronloog toe, in kleine hoeveelheden vanuit een pasteurpipet. Zorg ervoor dat er goed geroerd wordt. Als alles nog in oplossing is, gebruik dan een roervlo. Er ontstaat een dik bruin-oranje neerslag.
10. Breng op een kookplaatje het mengsel onder roeren aan de kook en laat weer afkoelen. Als het mengsel weer op kamertemperatuur is kan nog een ijsbadje gebruikt worden.
11. Vacuüm-filtreer de vaste stof met behulp van een Büchnertrechter op een passende afzuigerlenmeyer. Dat gaat vaak enigszins moeizaam doordat het filter dichtslibt. Vergeet niet eerst met wat demiwater het filtreerpapiertje nat te maken!

Experiment deel 2: bepaling van de indicator X

Inleiding

In het eerste deel van het experiment is een indicator gemaakt. Het is onbekend welke indicator. Om er achter te komen druppelen we een paar druppels van een oplossing van de indicator in een oplossing met pH 1. Door met base te titreren wordt de pH steeds hoger. Bij een bepaalde pH verandert de kleur van de oplossing. Door naar de beginkleur, het omslagpunt en de eindkleur te kijken kan met de tabel in bijlage 3 worden bepaald met welke indicator we te maken hebben.

Materiaal en stoffen

- Motorburet met 0,025 M NaOH
- pH-meter
- pH elektrode
- magnetische roerder
- roervlo
- 25 mL maatcilinder
- 100 mL bekerglas
- 200 mL bekerglas
- 10 mL 0,1M zoutzuur
- Spuitfles demiwater
- Pasteurpipet
- IJkoplossingen (pH 4 en pH 7)

Veiligheid

1. De vaste stof X is vrij giftig. Hanteer het daarom voorzichtig.
2. De kleurstof X gaat moeilijk van de huid af. Werk daarom zo gauw kleurstof aanwezig is met handschoenen aan. Indien de huid toch behoorlijk sterk gekleurd mocht raken, handel dan als volgt:
 - dep de huid met een beetje warme, verdunde, met H_2SO_4 aangezuurde 0.05 M KMnO_4 oplossing.
 - verwijder het ontstane bruinsteen met een beetje verdunde 0.05 M NaHSO_3 oplossing.
 - spoel goed met veel water.Ook met een schoonmaakmiddel als Jif is een niet te sterk met X gekleurde huid goed te reinigen.
3. Het dragen van een bril en van een laboratoriumjas is verplicht.

Uitvoering

1. Maak een oplossing van indicator X (0,1% in water, dat is 0,1 g in 100 mL water) in een 200 mL bekerglas.
2. IJK de pH meter. Laat de assistent uitleggen hoe de pH meter werkt.
3. Doe in een 100 mL bekerglas 10 mL 0,1M zoutzuur. Voeg 30 mL demiwater toe met behulp van een maatcilinder. Voeg daarna met een pasteurpipetje een paar druppels van je opgeloste indicator toe. Welke kleur heeft de oplossing? Hang de pH elektrode in het bekerglas zodat het in de vloeistof hangt. Wat is de pH van de vloeistof?
4. Doe een snelle titratie, voeg per meetpunt steeds 2,00 mL base toe. Ga als volgt te werk:
 - Zet de doseerschakelaar van het motorburet op de juiste stand (vraag je assistent).
 - Druk op de knop om een hoeveelheid base toe te voegen aan de oplossing.
 - Wacht tot de pH-meter een stabiele waarde heeft bereikt
 - Noteer in de tabel in bijlage 1 hoeveel base is toegevoegd, wat de pH waarde is en wat de kleur van de oplossing is.
 - Ga door tot de kleur van de oplossing veranderd is.
Welke kleur heeft de oplossing nu?
5. Doe nu een nauwkeurige titratie, probeer zo nauwkeurig mogelijk de pH van het kleuromslagpunt te bepalen. Ga hetzelfde te werk als bij de snelle titratie, maar voeg als je in de buurt komt van het omslagpunt alleen nog maar druppeltjes toe. Volg de kleuromslag en schrijf de gemeten pH en de kleur op in de bijlage.

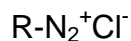
Verwerking van de resultaten

Probeer nu met de resultaten van experiment 2 en de tabel in bijlage 3 te bepalen welke indicator je hebt gemaakt. Vraag aan de assistent of het klopt. Als het klopt krijg je de reactievergelijking van de synthese.

Experiment deel 1: synthese van de indicator Y

Inleiding

De synthese van indicator Y bestaat uit twee stappen. De eerste stap is het diazoteren van sulfanilzuur. Daarbij ontstaat een diazoniumzout. Dit is in de tweede stap nodig voor het bereiden van indicator Y. Een diazoniumzout is een organische verbinding met een karakteristieke functionele groep, namelijk:



R is daarbij een bepaalde koolstofverbinding, bijvoorbeeld een benzeenring en Cl is een halogeen, maar het kan ook een ander halogeen zijn zoals Br of I. Diazoniumzouten zijn belangrijke tussenproducten voor syntheses van kleurstoffen.

Materiaal en stoffen

Stap 1

- 0.10 g Na_2CO_3
- 0.25 g anthranilzuur
- 0.13 g NaNO_2
- 5 mL 4M zoutzuur
- 100 mL erlenmeyer
- 100 mL bekerglas
- 1-5 mL finnpipet
- Spuitfles met demiwater
- Pannetje
- Spatel
- Thermometer
- Roerboon
- *Roer/kookplaat combinatie*

Stap 2

- 0.22 g N,N-dimethylaniline
- 2 mL ijszijn
- 25 mL 10% natronloog
- 25 mL maatcilinder
- Büchnertrechter
- Afzuigerlenmeyer
- Pasteurpipet
- Roervlo
- Roer/kookplaat combinatie
- Pannetje
- Filtreerpapiertje
- Spuitfles demiwater
- Spatel

Veiligheid

1. De vaste stoffen Y en natriumnitriet zijn vrij giftig. Hanteer ze daarom voorzichtig, en was na de synthese de handen in elk geval goed.
2. De kleurstof Y gaat moeilijk van de huid af. Werk daarom zo gauw kleurstof aanwezig is met handschoenen aan. Indien de huid toch behoorlijk sterk gekleurd mocht raken, handel dan als volgt:
 - dep de huid met een beetje warme, verdunde, aangezuurde 0.05 M KMnO_4 oplossing.
 - verwijder het ontstane bruinsteen met een beetje verdunde 0.05 M NaHSO_3 oplossing.
 - spoel goed met veel water.Ook met een schoonmaakmiddel als Jif is een niet te sterk met Y gekleurde huid goed te reinigen.
3. Het dragen van een bril en van een laboratoriumjas is verplicht.

Uitvoering

Stap 1: Diazoteren van anthranilzuur

1. Los 0.10 g Na_2CO_3 op in 10 mL water, in een erlenmeyer van 100 mL.
2. Voeg hieraan 0.25 g anthranilzuur toe. Roer met een roerboon op een roerplaatje tot alles is opgelost. Dat kan even duren.
3. Koel de erlenmeyer met inhoud af in een pannetje met ijs tot onder de 10 °C.
4. Voeg 0.13 g NaNO_2 (natriumnitriet) toe aan de oplossing. Roer weer tot alles (vrijwel) is opgelost.
5. Breng in een bekglas van 100 mL ca. 2 g ijs-schilfers en 5 mL zoutzuur van 4 M.
6. Giet de bij punt 4 verkregen oplossing in het bekglas met ijs/zoutzuur. Het diazoniumzout kan nu uitkristalliseren, maar dat gebeurt niet altijd. Roer even goed door.

Stap 2: Y bereiden

7. Los in een telflesje 0.22 g *N,N*-dimethylaniline op in 2 ml ijsazijn. Mogelijk staat deze oplossing al klaar.
8. Voeg deze oplossing toe aan het onder 6 bereide diazoniumzout.
9. Er kan nu na enkele minuten een oranje pasta neerslaan, of het mengsel blijft een heldere oplossing. Voeg in beide gevallen 25 ml 10 % natronloog toe, in kleine hoeveelheden tegelijk. Zorg ervoor dat er goed geroerd wordt. Er ontstaat een rode neerslag.
10. Breng op een kookplaatje het mengsel onder roeren aan de kook en laat weer afkoelen. Als het mengsel weer op kamertemperatuur is kan nog een ijsbadje gebruikt worden.
11. Vacuüm-filtreer de vaste stof m.b.v. een Büchnertrechter op een passende afzuigerlenmeyer. Dat gaat vaak enigszins moeizaam doordat het filter dichtslibt. Vergeet niet eerst met wat demi water het filtreerpapiertje nat te maken!

Experiment deel 2: bepaling van de indicator Y

Inleiding

In het eerste deel van het experiment is een indicator gemaakt. Het is onbekend welke indicator. Om hier achter te komen druppelen we een paar druppels van een oplossing van de indicator in een oplossing met pH 1. Door met base te titreren wordt de pH steeds hoger. Bij een bepaalde pH verandert de kleur van de oplossing. Door naar de beginkleur, het omslagpunt en de eindkleur te kijken kan met de tabel in bijlage 3 worden bepaald met welke indicator we te maken hebben.

Materiaal en stoffen

- Motorburet met 0,025 M NaOH
- pH-meter
- pH elektrode
- magnetische roerder
- roervlo
- 25 mL maatcilinder
- 100 mL bekerglas
- 200 mL bekerglas
- 10 mL 0,1M zoutzuur
- Spuitfles demiwater
- Spuitfles ethanol
- Pasteurpipet
- IJkoplossingen (pH 4 en pH 7)

Veiligheid

1. De vaste stof Y is vrij giftig. Hanteer het daarom voorzichtig.
2. De kleurstof Y gaat moeilijk van de huid af. Werk daarom zo gauw kleurstof aanwezig is met handschoenen aan. Indien de huid toch behoorlijk sterk gekleurd mocht raken, handel dan als volgt:
 - dep de huid met een beetje warme, verdunde, met H_2SO_4 aangezuurde 0.05 M KMnO_4 oplossing.
 - verwijder het ontstane bruinsteen met een beetje verdunde 0.05 M NaHSO_3 oplossing.
 - spoel goed met veel water.Ook met een schoonmaakmiddel als Jif is een niet te sterk met Y gekleurde huid goed te reinigen.
3. Het dragen van een bril en van een laboratoriumjas is verplicht.

Uitvoering

1. IJk de pH meter. Op het kaartje van het apparaat staat hoe je dit moet doen, vraag zo nodig je assistent om hulp.
2. Doe in een 100 mL bekerglas 10 mL 0,1M zoutzuur. Voeg 30 mL demiwater toe met behulp van een maatcilinder. Voeg daarna met een pasteurpipetje een paar druppels van je opgeloste indicator toe (filtraat). Welke kleur heeft

de oplossing? Hang de pH elektrode in het bekerglas zodat het in de vloeistof hangt. Wat is de pH van de vloeistof?

3. Doe een snelle titratie, voeg per meetpunt steeds 2,00 mL base toe. Ga als volgt te werk:
 - Zet de doseerschakelaar van het motorburet op de juiste stand (vraag je assistent).
 - Druk op de knop om een hoeveelheid base toe te voegen aan de oplossing.
 - Wacht tot de pH-meter een stabiele waarde heeft bereikt
 - Noteer in de tabel in bijlage 1 hoeveel base is toegevoegd, wat de pH waarde is en wat de kleur van de oplossing is.
 - Ga door tot de kleur van de oplossing veranderd is.

Welke kleur heeft de oplossing nu?

4. Doe nu een nauwkeurige titratie, probeer zo nauwkeurig mogelijk de pH van het kleuromslagpunt te bepalen. Ga hetzelfde te werk als bij de snelle titratie, maar neem als je in de buurt van het kleuromslagpunt komt stapjes van 0,50 mL. Vul de resultaten in de tabel van bijlage 2 in.

Verwerking van de resultaten

Probeer nu met de resultaten van experiment 2 en de tabel in bijlage 3 te bepalen welke indicator je hebt gemaakt. Vraag aan de assistent of het klopt. Als het klopt krijg je de reactievergelijking van de synthese.

Experiment deel 1: synthese van de indicator Z

Inleiding

De synthese van indicator Z bestaat uit twee stappen. Het maken van de indicator is de eerste stap en de tweede stap is een zuiveringsstap.

Materiaal en stoffen

Stap 1

- 1,5 g fenol
- 0,8 g ftaalzuuranhydride
- 0,5 mL geconcentreerd zwavelzuur
- 8 mL koud water
- 2 50 mL erlenmeyers
- 1 passende bolkoeler
- 25 mL maatcilinder
- 1 trechtertje
- 100-1000 μ L finnpipet met puntje
- Spuitfles met demiwater
- Spuitfles ethanol
- Pannetje
- Spatel
- Thermometer
- Roerboon
- Filtreerpapier
- Roer/kookplaat combinatie
- Lablift
- 2 koelsslagen
- 2 klemmen
- 2 mannen
- Horlogeglas

Stap 2

- 50 mL erlenmeyer
- 4 mL ethanol
- +/- 10 mL ijswater
- Büchnertrechter
- Afzuigerlenmeyer
- Filtreerpapier
- Pannetje

Veiligheid

1. Geconcentreerd zwavelzuur is een zeer agressieve stof, ga hier heel voorzichtig mee om.
2. Het dragen van een bril en van een laboratoriumjas is verplicht.

Uitvoering

Stap 1: Synthese van Z

1. Weeg 1,5 gram fenol en 0,8 gram ftaalzuuranhydride af. Doe dit in een 50 mL erlenmeyer. Doe in de erlenmeyer ook een roerboon en 0,5 mL geconcentreerd zwavelzuur. Zet op een statief een lablift en draai deze ongeveer 10 cm omhoog. Zet op de lablift de roer/kookplaat combinatie. Zet daarop de erlenmeyer en klem deze vast.
2. Sluit de bolkoeler aan op de kraan en zet deze op de erlenmeyer. Draai voorzichtig de kraan open. Verhit het mengsel. Er ontstaat een rode vloeistof. Verhit ongeveer een kwartier bij 120°C tot alles is opgelost.
3. Draai de lablift weg onder de erlenmeyer en haal de bolkoeler weg. Giet ongeveer 8 mL water bij het rode mengsel. Meteen ontstaat een vlokkerige, licht rode neerslag.
4. Zet de trechter met filtreerpapiertje in een schone 50 mL erlenmeyer. Giet de inhoud van de andere erlenmeyer in het filter. De licht rode vaste stof blijft achter. Spoel een paar keer na met koud demiwater.
5. Dit product is al te gebruiken als indicator. Weeg je product en houd ongeveer 0,1 gram apart op een horlogeglas. De rest van het product gebruik je voor stap 2.

Stap 2: Z zuiveren

6. Los je product op in 4 mL hete ethanol in een 50 mL erlenmeyer. Koel het product snel in een pannetje met ijs en voeg ongeveer 10 mL ijswater toe. Er ontstaat een witte neerslag.
7. Giet het product in een büchnertrechter en vacuüm-filtreer. Op het filter blijft een witte vaste stof achter. Het kan zijn dat je product te fijn was en door de filter heen is gegaan. Gebruik dan de 0,1 gram die je in stap 1 hebt achtergehouden om mee verder te gaan.

Experiment deel 2: bepaling van de indicator Z

Inleiding

In het eerste deel van het experiment is een indicator gemaakt. Het is onbekend welke indicator. Om er achter te komen druppelen we een paar druppels van een oplossing van de indicator in een oplossing met pH 1. Door met base te titreren wordt de pH steeds hoger. Bij een bepaalde pH verandert de kleur van de oplossing. Door naar de beginkleur, het omslagpunt en de eindkleur te kijken kan met de tabel in bijlage 3 worden bepaald met welke indicator we te maken hebben.

Materiaal en stoffen

- Motorburet met 0,025 M NaOH
- pH-meter
- pH elektrode
- magnetische roerder
- roervlo
- 25 mL maatcilinder
- 100 mL bekerglas
- 50 mL bekerglas
- 10 mL 0,1M zoutzuur
- Spuitfles demiwater
- Pasteurpipet
- IJkoplossingen (pH 4 en pH 7)

Veiligheid

1. Het dragen van een bril en van een laboratoriumjas is verplicht.

Uitvoering

1. Maak een oplossing van indicator Z (0,1 g in 20 ml ethanol/water (50% v/v) , dat is 10 mL water en 10 mL ethanol, in en 50 mL bekerglas.
2. IJk de pH meter. Laat de assistent uitleggen hoe de pH meter werkt.
3. Doe in een 100 mL bekerglas 10 mL 0,1M zoutzuur. Voeg 30 mL demiwater toe met behulp van een maatcilinder. Voeg daarna met een pasteurpipetje een paar druppels van je opgeloste indicator toe. Welke kleur heeft de oplossing? Hang de pH elektrode in het bekerglas zodat het in de vloeistof hangt. Wat is de pH van de vloeistof?
4. Doe een snelle titratie, voeg per meetpunt steeds 2,00 mL base toe. Ga als volgt te werk:
 - Zet de doseerschakelaar van het motorburet op de juiste stand (vraag je assistent).
 - Druk op de knop om een hoeveelheid base toe te voegen aan de oplossing.
 - Wacht tot de pH-meter een stabiele waarde heeft bereikt

- Noteer in de tabel in bijlage 1 hoeveel base is toegevoegd, wat de pH waarde is en wat de kleur van de oplossing is.
 - Ga door tot de kleur van de oplossing veranderd is.
Welke kleur heeft de oplossing nu?
6. Doe nu een nauwkeurige titratie, probeer zo nauwkeurig mogelijk de pH van het kleuromslagpunt te bepalen. Ga hetzelfde te werk als bij de snelle titratie, maar voeg als je in de buurt komt van het omslagpunt alleen nog maar druppeltjes toe. Volg de kleuromslag en schrijf de gemeten pH en de kleur op in de bijlage.

Verwerking van de resultaten

Probeer nu met de resultaten van experiment 2 en de tabel in bijlage 3 te bepalen welke indicator je hebt gemaakt. Vraag aan de assistent of het klopt. Als het klopt krijg je de reactievergelijking van de synthese.

Bijlage 3: tabel met indicatoren

		kleur bij lagere pH	omslagpunt	kleur bij hogere pH
1	hematoxiline	rood	0.0-1.0	geel
2	kresolrood	rood	0.0-1.0	geel
3	kristalviolet	geel	0.0-1.8	blauw
4	thymolblauw	rood	1.2-2.8	geel
5	dimethylgeel	rood	2.9-4.0	geel
6	congorood	violet	3.0-5.0	oranjerood
7	Methyloranje	rood	3.2-4.4	oranjegeel
8	broomkresolgroen	geel	3.8-5.4	blauw
9	Methylrood	rood	4.8-6.0	geel
10	broomfenolrood	geel	5.2-6.8	paarsrood
11	Lakmoes	rood	5.5-8.0	blauw
12	broomthymolblauw	geel	6.0-7.6	blauw
13	Fenolrood	geel	6.6-8.0	rood
14	neutraalrood	rood	6.8-8.0	oranjegeel
15	Kresolrood	geel	7.0-8.8	rood
16	thymolblauw	geel	8.0-9.6	blauw
17	fenolftaleine	kleurloos	8.2-10.0	paarsrood
18	thymolftaleine	kleurloos	9.4-10.6	blauw
19	alizariengeel	lichtgeel	10.1-12.0	rood
20	1,3,5 trinitrobenzeen	kleurloos	12.0-14.0	oranje

Tabel 1: indicatoren

Vragen (voor X en Y)

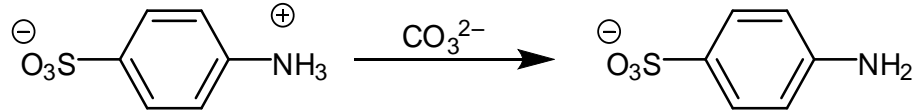
1. In stap 3 van experiment 2 heb je 10 mL 0,1 M zoutzuur in een bekerglas gedaan. Wat is de pH van 0,1 M zoutzuur?
2. Bij de 10 mL zoutzuur heb je 30 mL water toegevoegd. Hoeveel keer heb je het 0,1 M zoutzuur verdund? Wat is de molariteit van de oplossing?
3. Bereken de pH van de verdunde zoutzuuroplossing en vergelijk dit met de gemeten waarde van de oplossing. Is het gelijk? Waarom wel/niet?
4. Bereken de pH van de 0,025 M NaOH oplossing.
5. Kijk naar het reactiemechanisme van de synthese en naar het product. Waarom gaat de kleur van rood naar geel via oranje? Geef een verklaring.

Vragen (voor Z)

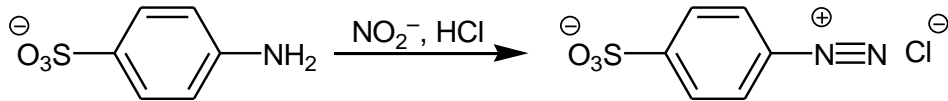
1. In stap 3 van experiment 2 heb je 10 mL 0,1 M zoutzuur in een bekeerglas gedaan. Wat is de pH van 0,1 M zoutzuur?
2. Bij de 10 mL zoutzuur heb je 30 mL water toegevoegd. Hoeveel keer heb je het 0,1 M zoutzuur verdund? Wat is de molariteit van de oplossing?
3. Bereken de pH van de verdunde zoutzuuroplossing en vergelijk dit met de gemeten waarde van de oplossing. Is het gelijk? Waarom wel/niet?
4. Bereken de pH van de 0,025 M NaOH oplossing.
5. Kijk naar het reactiemechanisme van de synthese en naar het product. Waarom gaat de kleur van kleurloos naar roodpaars via lichtroze? Geef een verklaring.

Indicator X:

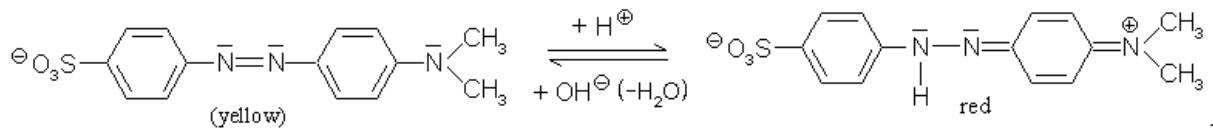
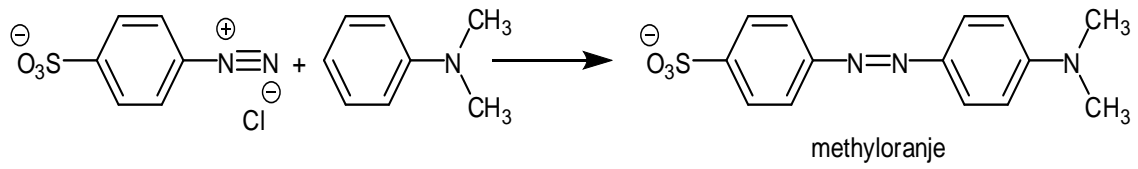
I. Oplossen van sulfanilzuur in Na_2CO_3 -oplossing



II. Diazotering van het sulfanilaat

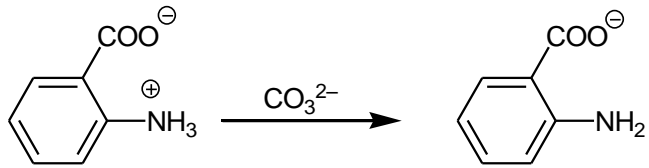


III. Koppeling van *N,N*-dimethylaniline aan gediazoteerd

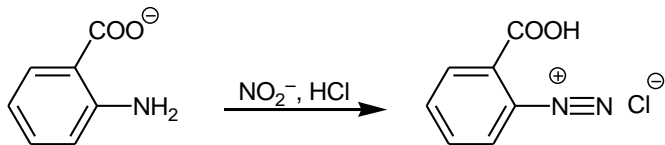


Indicator Y:

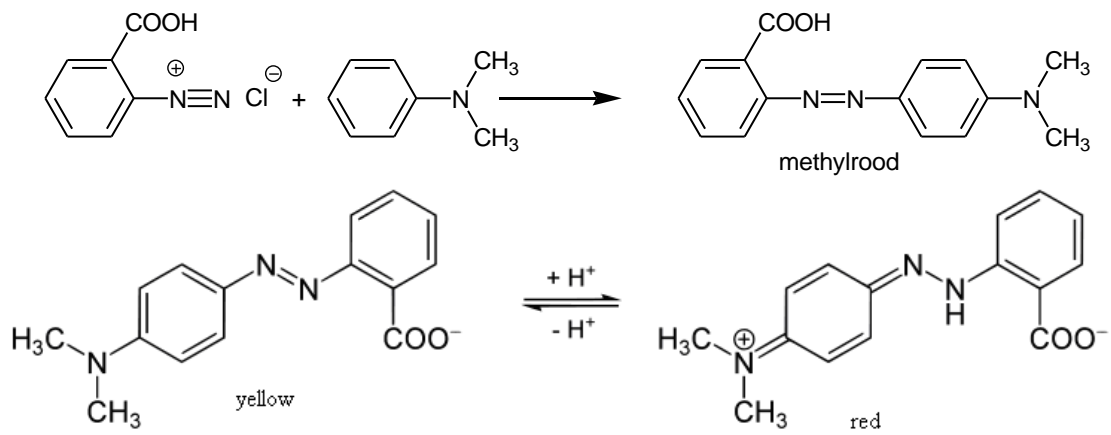
I. Oplossen van anthranilzuur in Na_2CO_3 oplossing:



II. Diazotering van het anthranilaat:



III. Koppeling van *N,N*-dimethylaniline aan gediazoteerd sulfanilzuur:



Indicator Z:

