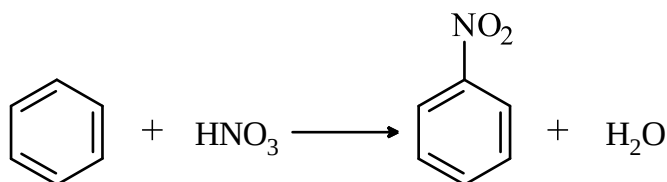


Gaschromatografie

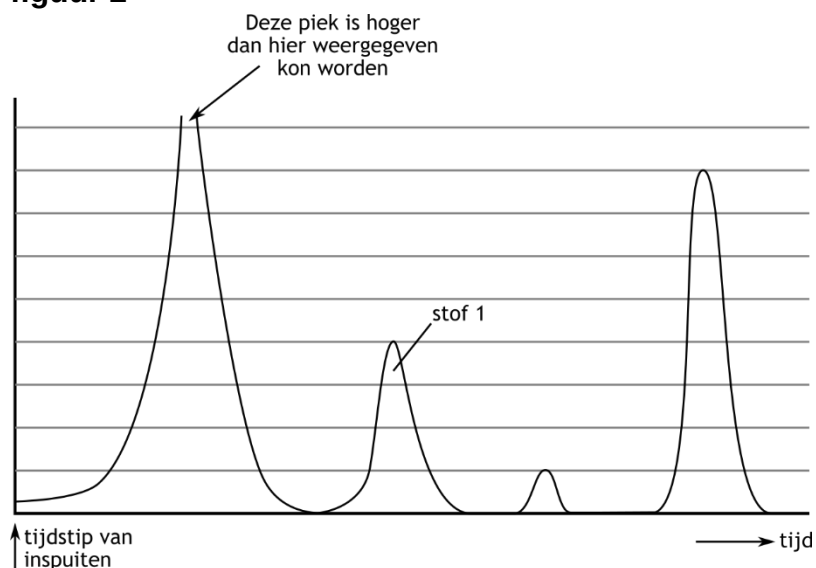
Als benzeenverbindingen behandeld worden met “nitreerzuur” (een mengsel van salpeterzuur en zwavelzuur in de verhouding 1 : 3) treedt een zogenaamde nitreringsreactie op. Deze nitreringsreactie kan vereenvoudigd worden weergegeven zoals in figuur 1.

figuur 1



In een experiment laat men toluene reageren met nitreerzuur. Het verloop van dit experiment kan worden gevolgd door op verschillende tijdstippen monsters te nemen en die te analyseren in een gaschromatograaf. De monsters worden vóór de analyse zodanig bewerkt, dat ze alleen het niet omgezette toluene en de gevormde substitutieproducten bevatten. In figuur 2 is het chromatogram weergegeven van een monster dat na vijf minuten na het toevoegen van het nitreerzuur is genomen.

figuur 2



De eerste piek is vermoedelijk van tolueen.

- 1 Beschrijf een manier waarop met de gaschromatograaf dit vermoeden bevestigd kan worden.

De andere pieken zijn afkomstig van de drie stoffen met formule $C_7H_7NO_2$. Voor deze stoffen geldt dat de hoogte van de piek evenredig is met de massa van de stof waarvan de piek afkomstig is. Vijf minuten na het toevoegen van het nitreerzuur is van het tolueen 3,7 gram omgezet.

- 2 Bereken hoeveel gram van stof 1 daarbij is gevormd. Maak bij je berekening onder andere gebruik van de volgende gegevens:

$$M_{\text{tolueen}} = 92 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$M_{\text{product}} = 137 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

Als de reactie tussen nitreerzuur en tolueen langere tijd wordt voortgezet, verschijnen er nog andere pieken op het chromatogram die wijzen op het ontstaan van andere stoffen.

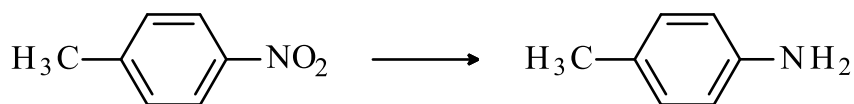
- 3 Geef de structuurformule van een dergelijke stof.

Massaspectrometrie

Deze opgave gaat verder, waar de vorige is geëindigd.

Eén van de stoffen die kan ontstaan bij de nitrering van tolueen is para-nitrotolueen (PNT). PNT wordt gebruikt in de productie van kleurstoffen. Daarbij wordt het m.b.v. waterstof omgezet in para-toluïde. Deze reactie is een redoxreactie, waarvan je in figuur 1 de onvolledige halreactie.

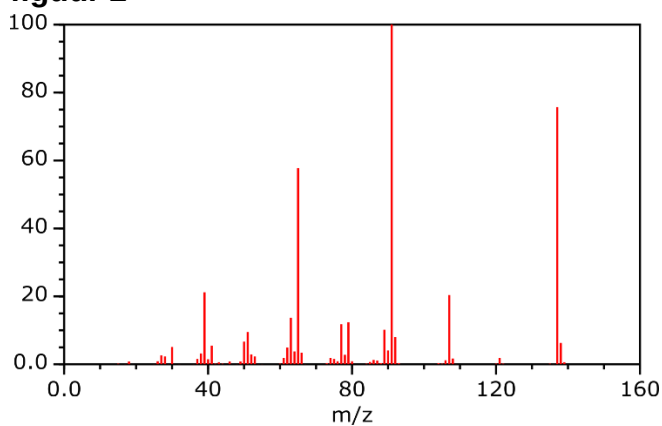
figuur 1



- 4 Neem de halfreactie over en maak deze kloppend
- 5 Leg uit of het hier gaat om een reductor of een oxidator.

In figuur 2 zie je het massaspectrum van PNT. De meest opvallende piek daarin is die bij $m/z = 91$.

figuur 2



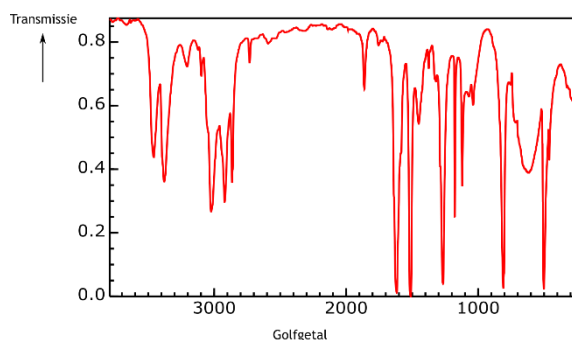
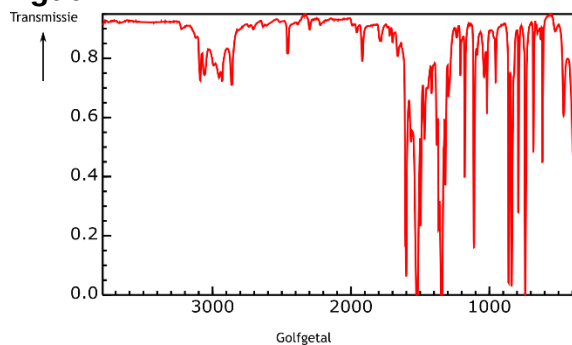
- 6 Geef de structuurformule van het fragment dat deze piek veroorzaakt.

Infraroodspectrometrie

Deze opgave gaat verder waar de vorige is geëindigd.

In figuur 1 zijn de infraroodspectra te zien van PNT en van para-toluïde.

figuur 1



- 7 Leg uit welk IR-spectrum bij welke stof hoort.

Uitwerkingen

- 1 Een chromatogram met alleen toluen maken. De retentietijd moet dan hetzelfde zijn als die van de piek in het chromatogram van de opgave.

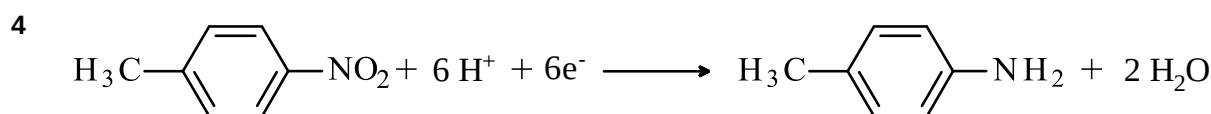
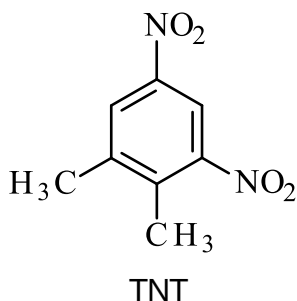
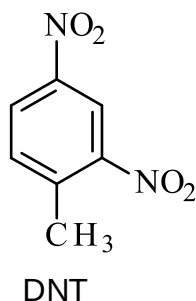
2 C_7H_8 : $m = 3,7 \text{ g}$
 $M = 92 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$
 $n = \frac{m}{M} = \frac{3,7}{92} = 0,040 \text{ mol}$

$C_7H_7NO_2$: $n = 0,040 \text{ mol}$ (1 : 1)
 $M = 137 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$
 $m = n \cdot M = 0,040 \cdot 137 = 5,5 \text{ g}$

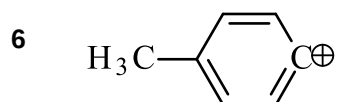
Deze 5,5 g is van alle drie isomeren van $C_7H_7NO_2$ tezamen. En de pieken van deze drie isomeren hebben tezamen een hoogte van 13 lijntjes. Dus stof 1:

Stof 1: $m = \frac{4}{13} \cdot 5,5 = \underline{\underline{1,7 \text{ g}}}$

- 3 Er ontstaan toluen-moleculen die meerdere keren zijn genitreerd (inclusief het levensgevaarlijk trinitrotolueen), bijvoorbeeld:



- 5 Elektronen staan links van de pijl, dus worden opgenomen, dus oxidator.



- 7 Het onderste IR-spectrum heeft absorptiepieken bij ongeveer 3500 cm^{-1} en die zijn afkomstig van een NH-groep. Deze is dus van para-toluide en de bovenste is van PNT.