

Robert Strothmann, 5040218
Jonas Scholz, 5153815
David Ueberle, 4903184

Jonas.Scholz@fu-berlin.de
Robert.Strothmann@fu-berlin.de
Ueberleda@zedat.fu-berlin.de

Laborbericht / Versuchsprotokoll

K1 - Hydrolyse von Saccharose

Datum der Versuchsdurchführung: 4. Juni 2018
Datum der Protokolleinreichung: 18. Juni 2018
Assistent/in: Felix Gerke
Dateiname: K1-5040218-5153815-4903184-1

Mit der Einreichung wird versichert, dass das Protokoll von den oben eingetragenen Personen in gemeinschaftlicher Arbeit angefertigt worden ist und dass sämtliche Quellen, die zur Erstellung des Protokolls genutzt wurden, im 6. Teil des Protokolls (Literatur) kenntlich gemacht worden sind.

1 Einleitung

Es waren besonders Pasteur, Curie, Van't Hoff, Fischer und Le Bel die durch ihre Erkenntnisse über die räumliche Anordnung von enantiomorphen Molekülen, das wichtige Phänomen der Chiralität in der Stereochemie erschlossen hatten. Pasteur prägte vor Allem in Hinblick auf lebende Organismen den Begriff der Dissymmetrie, da diese eine Bevorzugung für eine bestimmten Konfiguration von chemischen Molekülen haben. Der Stoffwechsel ist hierbei in Bezug auf ein Enantiomer stereoselektiv - Enzyme sind ein wichtiges Beispiel hierfür.

2 Theoretische Grundlagen^[1]

Der Drehwinkel, der mit Hilfe eines Polarimeters gemessen werden kann, ist durch folgende Gleichung mit dem spezifischen Drehwinkel eines optisch aktiven Stoffes verknüpft:

$$\alpha = [\alpha]_{\lambda}^T \cdot l \cdot c \quad (1)$$

Dabei ist l die Länge des Probenröhrchens, c die Konzentration der Probe und λ die Wellenlänge des Lichtes (für gewöhnlich: $\lambda_D = 589 \text{ nm}$).

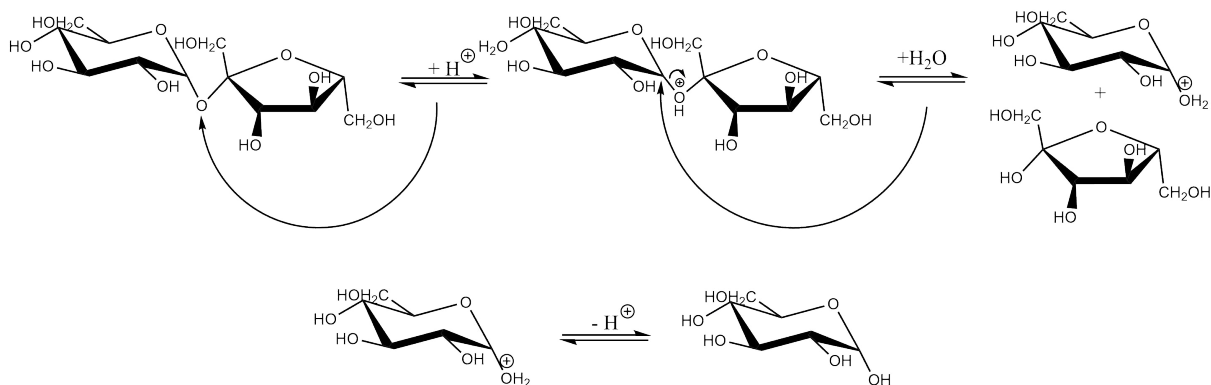
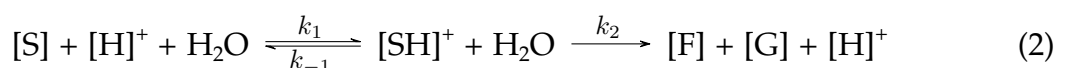


Abbildung 2.1: Mechanismus der säurekatalysierten Hydrolyse von Saccharose in wässriger Lösung. Der einleitende Schritt ist die Aktivierung des Sauerstoffatoms der Esterbindung durch Protonierung. Es folgt der nucleophile Angriff des Wassermoleküls und anschließende Hydrolyse des Disaccharids.

Die Reaktionsgleichung der Hydrolyse (vgl. Abbildung 2.1) von Saccharose [S] zu Fructose [F] und Glucose [G] lautet wie folgt:



Die Reaktion verläuft unter Einsatz von katalytischen Mengen an Salzsäure und in wässriger Lösung, so dass die Hydrolyse irreversibel ist. Der geschwindigkeitsbestimmende

Schritt der Reaktion ist der zweite Teil der Reaktion

$$v = -\frac{d[S]}{dt} = k_2 \cdot [SH]^+ \cdot [H_2O] \quad (3)$$

wobei unter Verwendung des Quasistationaritätsprinzips gilt:

$$[SH]^+ = \frac{k_1}{(k_{-1} + k_2)} \cdot [H]^+ \cdot [S] \quad (4)$$

,sodass nun ein Geschwindigkeitsgesetz 3. Ordnung aufgeschrieben werden kann.

$$v = -\frac{d[S]}{dt} = K \cdot [H]^+ \cdot [S] \cdot [H_2O] \quad \text{mit} \quad K = \frac{k_1}{(k_{-1} + k_2)} \cdot k_2 \quad (5)$$

Es wird nun jedoch zum einem angenommen, dass die Konzentration des Wasser konstant ist, da die Reaktion im wässrigen Medium durchgeführt wird und daher diese sich im Verlauf der Reaktion kaum ändert, zum anderen wird angenommen, dass die Konzentration der Protonen konstant ist, da es sich um einen katalytischen Prozess handelt. Das Geschwindigkeitsgesetz ändert sich nun zu

$$v = -\frac{d[S]}{dt} = k \cdot [S] \quad \text{mit} \quad k = K \cdot [H]^+ \cdot [H_2O] \quad (6)$$

Die Reaktion beschreibt also eine Geschwindigkeitsgesetz nach 1. Ordnung. Es wird auch in diesem Falle von einer Pseudo-Reaktion 1. Ordnung gesprochen.

Die Anwendung der Operatoren liefert dann das integrierte Geschwindigkeitsgesetz:

$$[S] = [S]_0 \cdot e^{-kt} \quad (7)$$

Um die Temperaturabhängigkeit der Reaktion zu ermitteln, nutzt man die Arrhenius-Gleichung:

$$k = k_\infty \cdot e^{-\frac{E_A}{R \cdot T}} \quad (8)$$

Dabei ist k_∞ der sogenannte Frequenzfaktor, E_A die Aktivierungsenergie, R die Gas-konstante und T die Temperatur.

Die graphische Auftragung (Ärrhenius-Plot") gelingt durch logarithmieren der oberen Gleichung:

$$\ln(k) = \ln(k_\infty) - \left(\frac{E_A}{R \cdot T} \right) \quad (9)$$

Der Drehwinkel lässt sich, da er sich linear mit dem Verlauf der Reaktion verändert, als Funktion der Zeit begreifen. Aus dieser Abhängigkeit heraus, lässt sich durch Hinzunahme von Hilfsparametern ein Ausdruck herleiten, der diesen Zusammenhang berücksichtigt:

$$\alpha(t) = (\alpha_0 - \alpha) \cdot e^{(-kt)} + \alpha_\infty \quad (10)$$

α_0 = Drehwinkel zu Beginn der Reaktion, α_∞ = Drehwinkel am Ende der Reaktion.

3 Durchführung

Zur Untersuchung der Hydrolyse von Saccharose sollte durch ein Polarimeter die Änderung des Drehwinkels bei isothermer Prozessführung untersucht werden. Vorab wurde das Reaktionsgefäß auf Reaktionstemperatur geheizt und die Beleuchtung des Polarimeters (Natriumdampflampe) angeschaltet. Die Reaktionslösung als Saccharose Lösung (25Gew. – %) wurde in einem Becherglas angesetzt und anschließend für vier durchzuführende Messreihen in je einem Reagenzglas a 20 mL überführt. Ferner wurde für jedes dieser Reagenzgläser ein weiteres Reagenzglas mit 20 mL einer 3-N HCL befüllt. Alle Reagenzgläser wurden ebenfalls im Thermostaten auf die Reaktionstemperatur erwärmt. Die Temperaturüberprüfung fand mit einem analogen Thermometer statt. Nach Erreichen der Meßtemperatur sind 10 mL der Salzsäure in eine Reaktionslösung unter kräftigem Rühren zugegeben worden. Die Zeitmessung begann ab der Zugabe von ungefähr 5 mL der Salzsäure und ende 22 Minuten später. Ab der zweiten Minute wurden alle 2 Minuten eine Winkelbestimmung durch das Polarimeter durchgeführt. Diese Prozedur wurde insgesamt vier mal für die Reaktionstemperaturen von [40, 35, 30, 25] °C durchgeführt. Es resultieren somit 10 Messwerte pro einer der vier Messreihen, also insgesamt 40 Messwerte.

4 Auswertung

Es wurde die Veränderung des optischen Drehwinkels α über die Zeit bei unterschiedlichen Temperaturen gemessen. Diese Werte wurden in Abbildung 4.1 dargestellt

Tabelle 4.1: Zusammenfassung der Reaktionskonstanten der Anpassung mit Gleichung XXX in Relation zur Temperatur.

Temperatur [°C]	Reaktionskonstante [s ⁻¹]
25	$3.83 \cdot 10^{-5}$
31	$3.09 \cdot 10^{-4}$
35.5	$8.91 \cdot 10^{-4}$
41	$1.33 \cdot 10^{-3}$

Anschließend wurden der Natürliche Logarithmus von k_T gegen $\frac{1}{T}$ gemäß der Arrhenius-Gleichung 9 aufgetragen. Durch eine lineare Regression konnten somit E_a und k_∞ bestimmt werden. Dies ist in Abbildung 4.2 dargestellt.

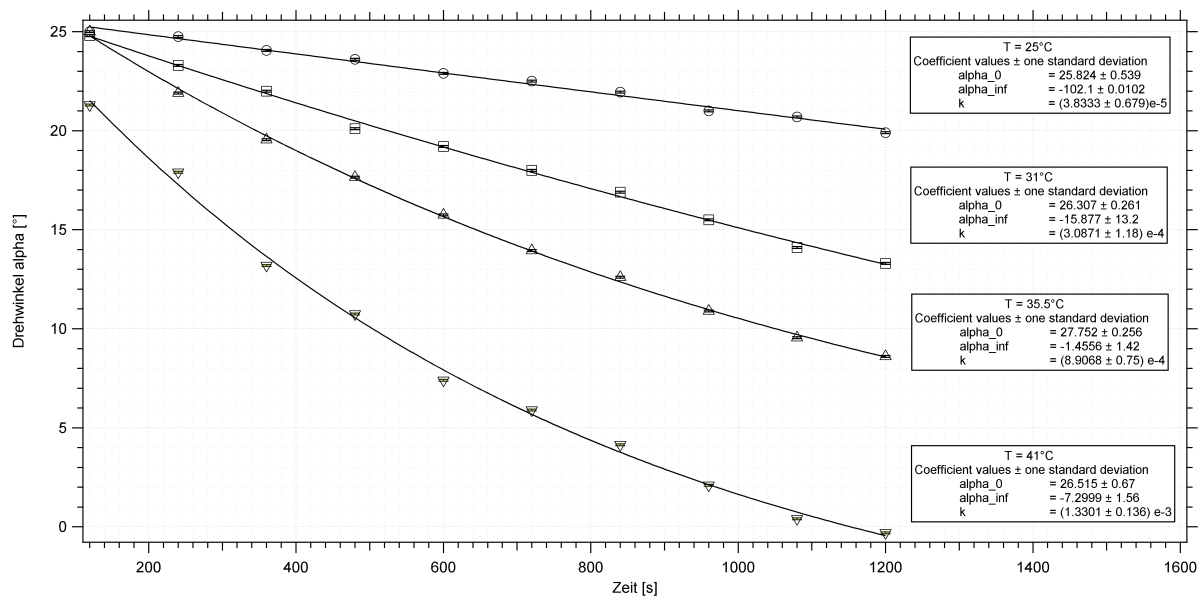


Abbildung 4.1: Auftragung des optischen Drehwinkels gegen die Zeit bei 25°C, 31°C, 35.5°C, 41°C zur Bestimmung von α_0 , α_{∞} sowie von k bei der Hydrolyse von Saccharose (25Gew.%) mit 3 – N HCL. Die Auswertung erfolgte mit Igor Pro 6.37 und einer, vom Assistenten zur Verfügung gestellten, Anpassungsfunktion.

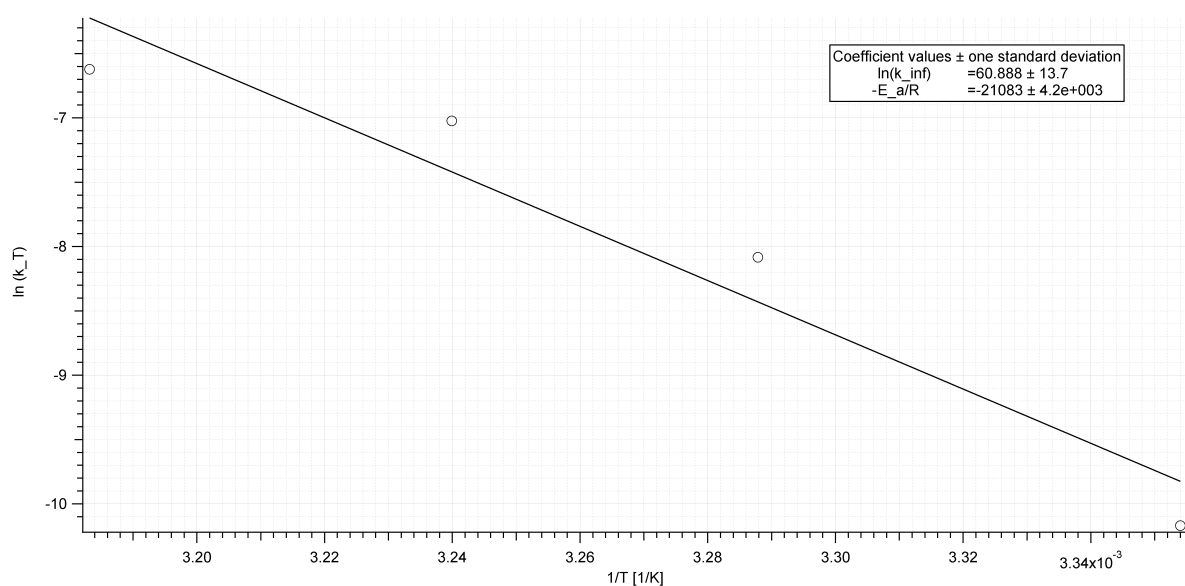


Abbildung 4.2: Auftragung von k_T über $\frac{1}{T}$ zur Bestimmung von E_a und k_{∞} mittels einer linearen Regression der logarithmierten Arrhenius-Gleichung. Die Auswertung erfolgte mit Igor Pro 6.37

Tabelle 4.2: Zusammenfassung der Ergebnisse der linearen Regression der logarithmierten Arrhenius-Gleichung in Gegenüberstellung zur Literatur.

Konstante	Einheit	Messwert	Literatur ^[2]
k_{∞}	$\frac{1}{s}$	$2.77 \cdot 10^{26}$	
E_a	$\frac{kJ}{mol}$	175 ± 35	108.4

Beim Vergleich mit den Literaturwerten in Tabelle 5.1 fällt auf, dass die gemessenen

Werte signifikant abweichen. Mögliche Fehlerquellen sind hierbei die Messungenauigkeit bei der Temperatur, der Zeit und des Optischen Drehwinkels. Besonders die Temperatur hat einen großen Einfluss, da geringe Änderungen schon k beeinflussen, was dann durch das potenzieren zu einer sehr großen Abweichung in k_∞ führt.

5 Zusammenfassung

Durch die Messung des optischen Drehwinkels der Hydrolyse von Saccharose über die Zeit mit 3 – N HCl wurde die Reaktionskonstante bestimmt. Da dies bei unterschiedlichen Temperaturen geschah, konnte durch Auftragen des Natürliche Logarithmus von k_T gegen $\frac{1}{T}$ aus der Steigung der angepassten Geraden E_a und aus dem Ordinatenabschnitt k_∞ errechnet werden.

Tabelle 5.1: Zusammenfassung der Ergebnisse der linearen Regression der logarithmierten Arrhenius-Gleichung in Gegenüberstellung zur Literatur.

Konstante	Einheit	Messwert	Literatur ^[2]
k_∞	$\frac{1}{s}$	$2.77 \cdot 10^{26}$	$14 \cdot 10^{14}$
E_a	$\frac{kJ}{mol}$	175 ± 35	108.4

Der gemessene Wert der Aktivierungsenergie liegt im zweifachen Fehlerintervall. Der Wert für k_∞ liegt weit darüber, da geringe Abweichungen in den Temperaturen durch die Potenzierung schlussendlich zu großen Abweichungen führen.

6 Literatur

- [1] H.-J. F. G. Wedler, *Lehrbuch der Physikalische Chemie*, 6. Aufl., Wiley-VCH Verlag, 2012.
- [2] E Tombari, G Salvetti, C Ferrari, G. P. Johari, 2007, 496–501.