

Protokoll 6

Versuch zur Kreuzkupplung von Capronsäure und Caprylsäure

Paula Kaltwasser, Albert-V. Meyer, Joshua Schraud

Montag, den 25.11.2024

12. Klasse – Spezialschulteil am ASG Erfurt

Hypothese

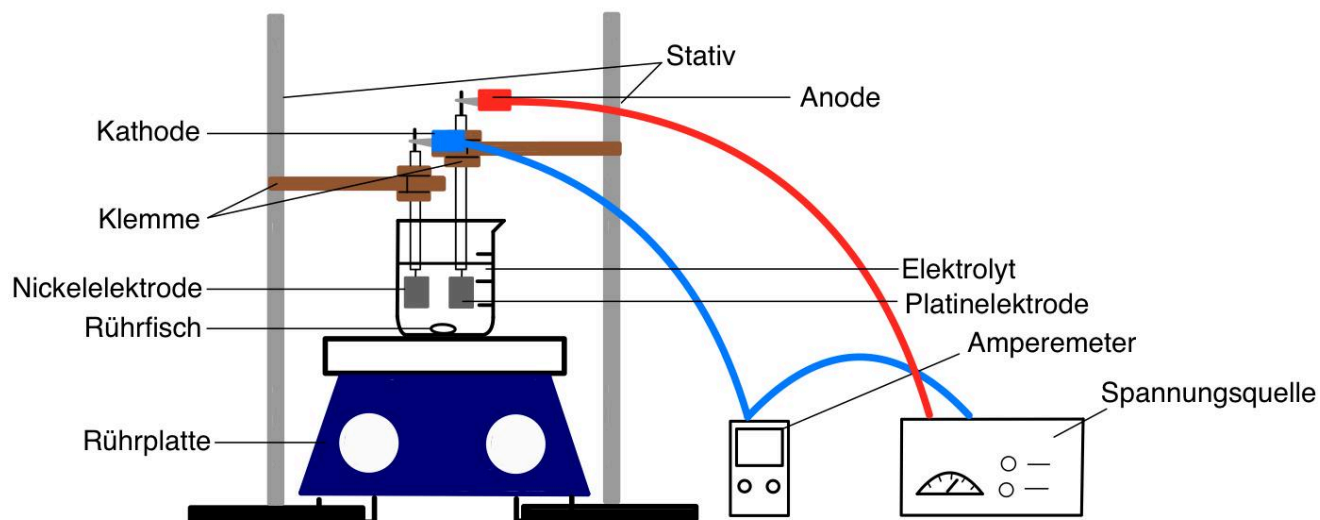
Während der Kreuzkupplung wird vermutlich eine organische Phase entstehen. Bei dieser handelt es sich unserer Vermutung nach größtenteils um Dodecan.

Geräte und Chemikalien

Geräte: Becherglas, Feinwaage, Rührplatte mit Magnetrührer, 2 Stative, 2 Klemmen, 2 Muffen, Spannungsquelle, Amperemeter, 2 Krokodilklemmen, 3 Stromkabel, Platinelektrode, Nickelelektrode

Chemikalien: 12,42 g Caprylsäure, 10 g Capronsäure, 6,89 g Natriumhydroxid, 90 ml destilliertes Wasser

Versuchsaufbau



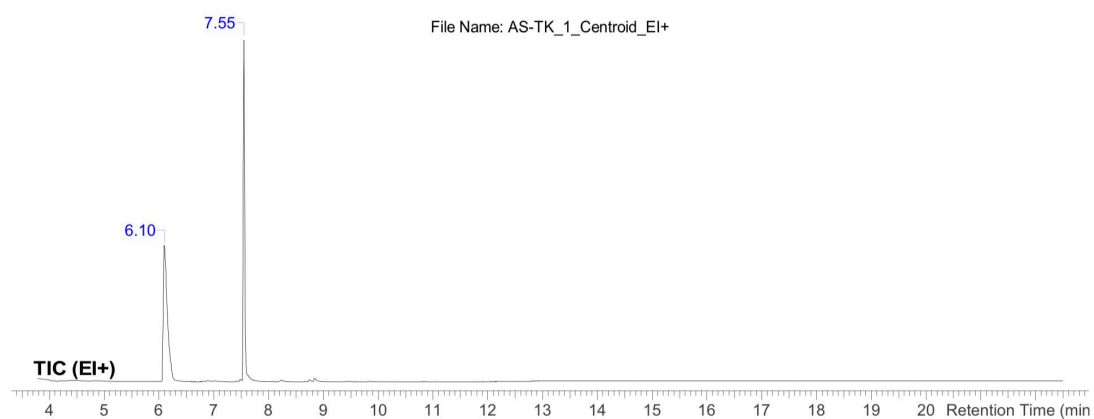
Durchführung

1. Zunächst werden 12,42 g Caprylsäure, 10 g Capronsäure und 6,89 g Natriumhydroxid mit der Feinwaage abgewogen und in das Becherglas gegeben.
2. Anschließend wird das destillierte Wasser hinzugegeben und das Gemisch wird mit Hilfe eines Magnetrührers gerührt, bis eine homogene Lösung entstanden ist.
3. Die Elektroden werden mittels Stativen, Klemmen und Muffen befestigt, sodass sich diese vollständig innerhalb der Lösung befinden.
4. An die Elektroden wird nun eine Spannung angelegt (die Stromstärke sollte unter 2 Ampere liegen) und die Elektrolyse wird für zwölf Stunden durchgeführt.
5. Zum Schluss werden die unpolaren Substanzen mittels DCM aus der entstandenen organischen Phase extrahiert und abschließend durch eine Gaschromatographie-Massenspektrometrie analysiert.

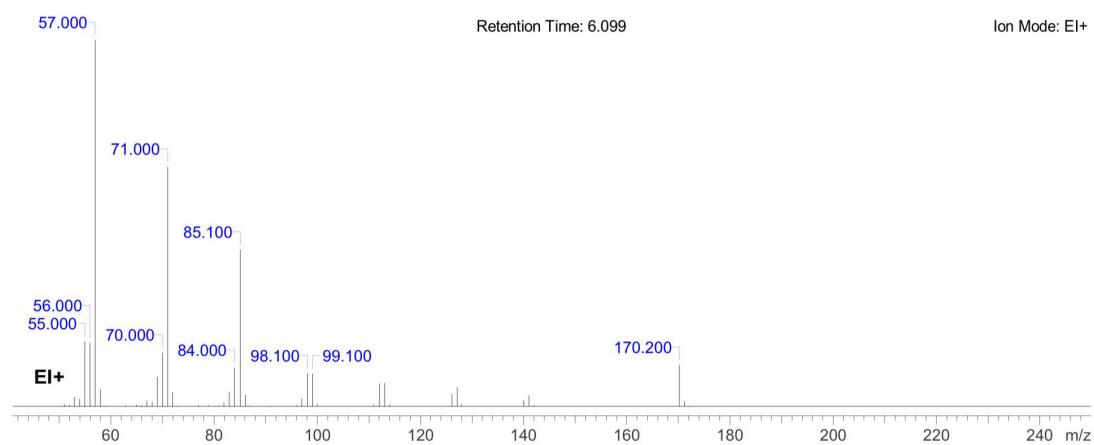
Messdaten:

- Spannung: $U = 10 \text{ V}$
- Stromstärke: $I = 1,3 \text{ A}$
- aufgenommene Spektren der organischen Phase:

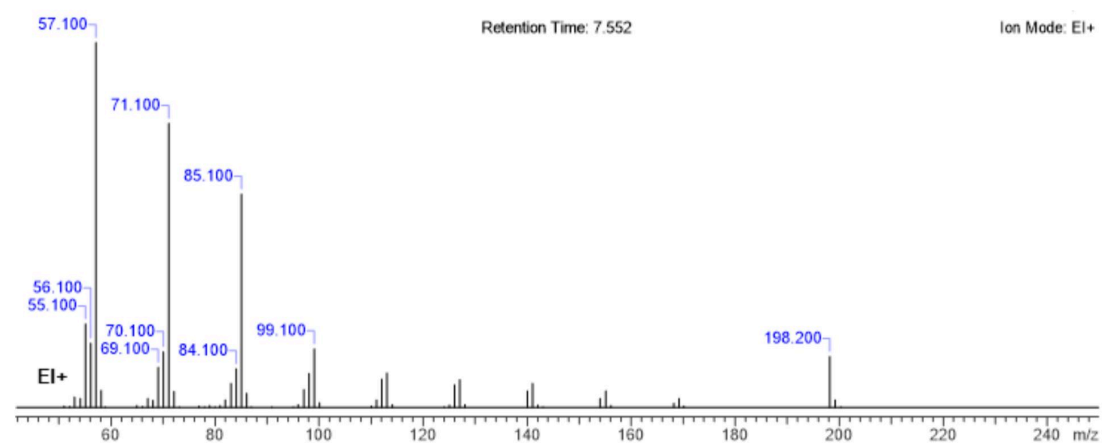
I)



II)



III)



Spektrum I ist das Ergebnis der Gaschromatographie. Die nach der Retentionszeit aufgetrennten Stoffe wurden anschließend durch eine Massenspektrometrie analysiert und lieferten die Spektren II und III. Jedes Massenspektrum kann also einem Peak des Gaschromatogramms zugeordnet werden.

Auswertung

Das Massenspektrum III ist dem Tetradecan zuzuordnen. Der Molekülpeak von Spektrum II passt zur Molmasse von Tetradecan mit etwa 198 g/mol. Die restlichen Peaks stimmen größtenteils mit linearen Bruchstücken des Tetradecans überein (z. B. Butyl-Fragment bei m/z 57). Spektrum II zeigt, dass neben Tetradecan auch Dodecan, das gewünschte Produkt der Kreuzkupplung, entstanden ist (Molekülpeak bei m/z 170 und lineare Bruchstücke des Dodecans).

Messfehler

Zufällige Fehler:

- Verunreinigung an den Geräten (z. B. Elektroden, Bechergläser)
- ungenaues Ablesen der Spannung an der Spannungsquelle

Systematische Fehler:

- Stromstärke nicht vollständig konstant
- Fertigungstoleranz der Feinwaage

Ergebnisse und Schlussfolgerungen

Der Versuch zeigt auf, dass eine Kreuzkupplung von Capron- und Caprylsäure möglich ist und - wie vermutet - zur Synthese von Dodecan verwendet werden kann. Neben Dodecan befindet sich außerdem Tetradecan unter den Produkten, welches durch die symmetrische Kolbe-Elektrolyse von Caprylsäure entsteht.