

Protokoll 21

Versuch zur Darstellung von Aromaten aus Mandelsäure

Paula Kaltwasser, Albert-V. Meyer, Joshua Schraud

Mittwoch, den 27.11.2024

12. Klasse – Spezialschulteil am ASG Erfurt

Hypothese

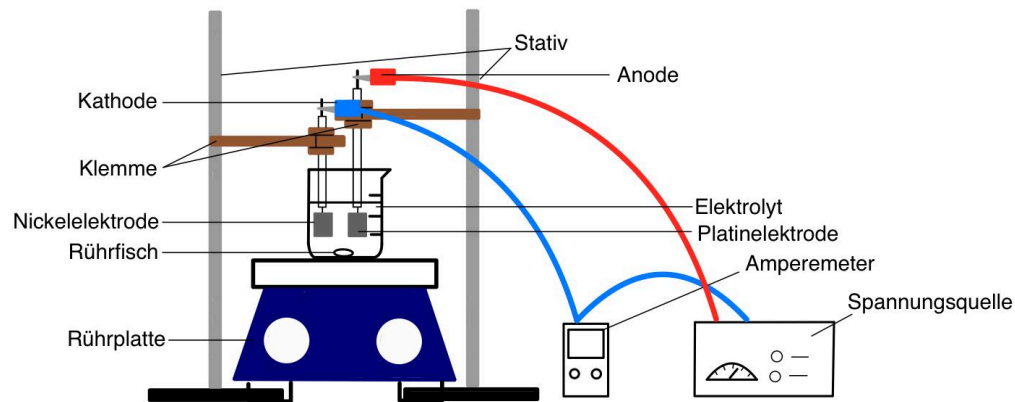
Während der Kolbe-Elektrolyse wird vermutlich eine organische Phase entstehen, bei der es sich wahrscheinlich größtenteils um Benzaldehyd und Benzaldehyd handelt. Diese Vermutung liegt nahe, da diese Produkte bereits in einem ähnlichen, vorher durchgeführten Versuch entstanden.

Geräte und Chemikalien

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

Chemikalien: 10 g Mandelsäure (Hydroxyphenyllessigsäure), 2,7 g Natriumhydroxid, 88 ml destilliertes Wasser

Versuchsaufbau



Durchführung

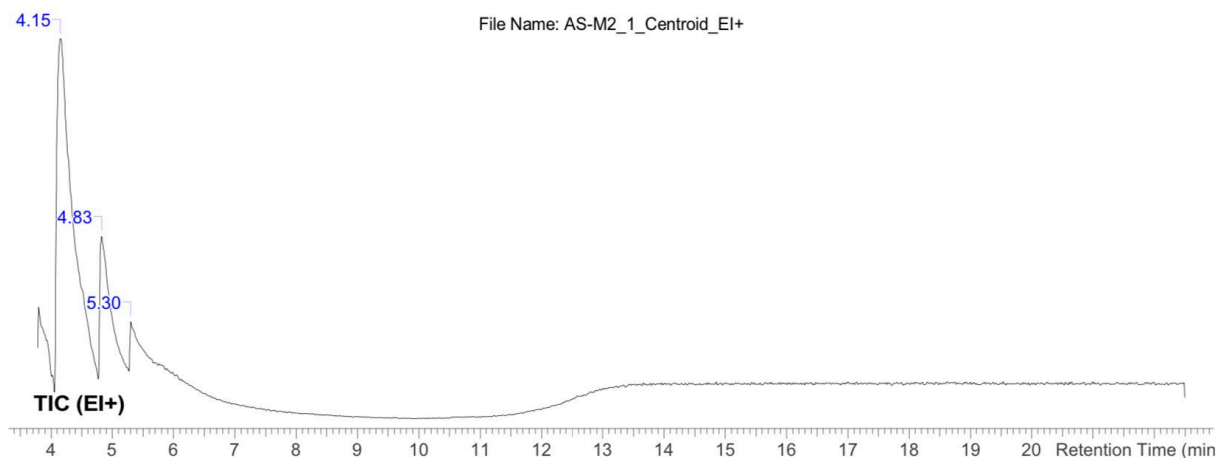
1. Zunächst werden 10 g Mandelsäure mit der Feinwaage abgewogen und in das Becherglas gegeben.
2. Anschließend wird das destillierte Wasser hinzugegeben und das Gemisch wird mit Hilfe eines Magnetrührers gerührt, bis eine homogene Lösung entstanden ist.
3. Die Elektroden werden mittels Stativen, Klemmen 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 36 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:

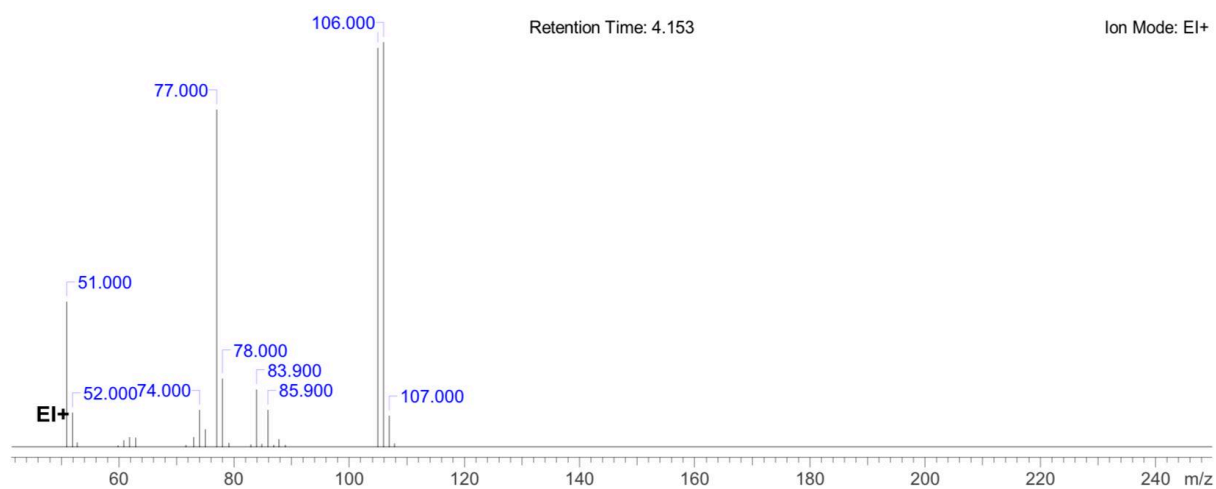
- Spannung: $U = 6 \text{ V}$
- Stromstärke: $I = 1,3 \text{ A}$
- Aussehen des Elektrolyts während der Elektrolyse:

- aufgenommene Spektren der organischen Phase:

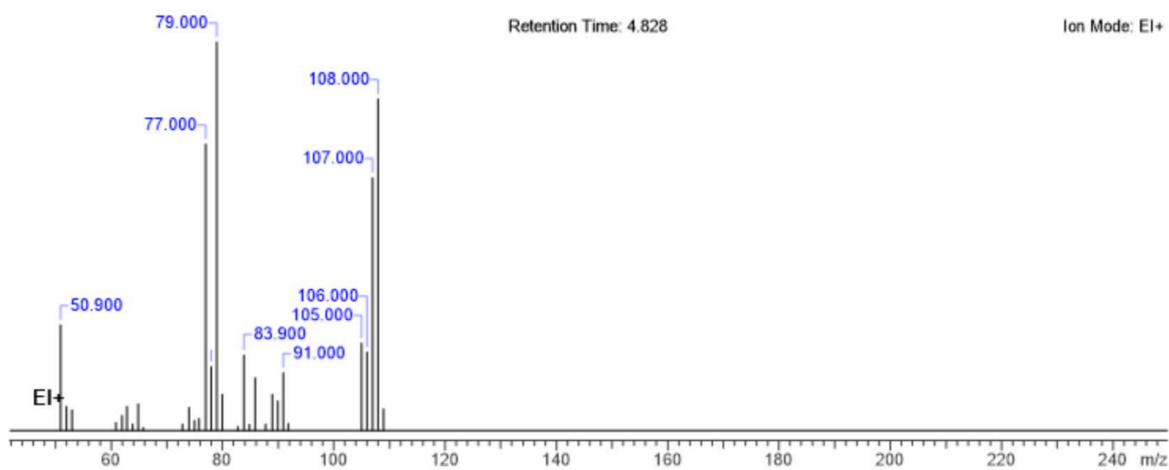
I)



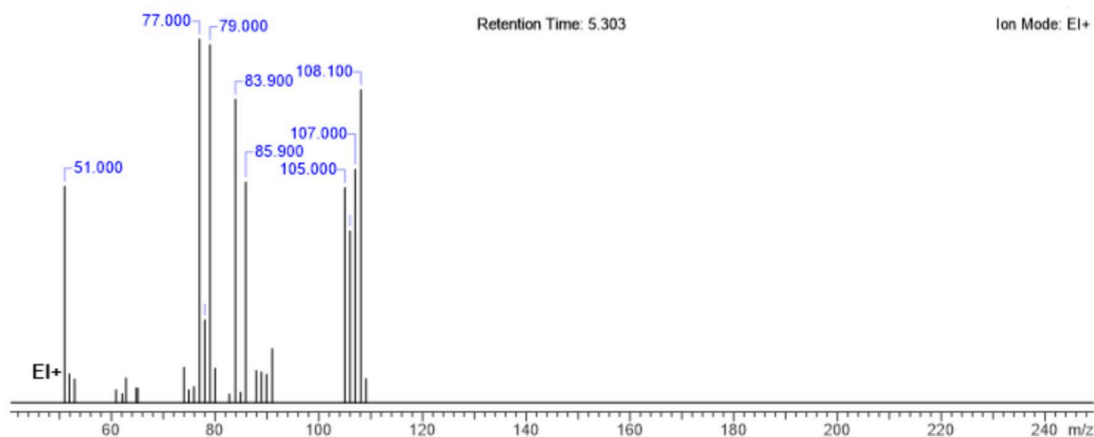
II)



III)



IV)



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

Die Peaks in den Massenspektren bei m/z 83,9; m/z 85,9 und m/z 87,9 sind dem Lösungsmittel Dichlormethan zuzuordnen.

Auswertung

Das Massenspektrum II ist dem Benzaldehyd zuzuordnen. Der Molekülpeak stimmt mit dem von Benzaldehyd überein und das Spektrum ist nahezu identisch zu den Spektren in der Literatur [b]. Das Spektrum III und IV gehört zu Benzylalkohol. Auch diese sind in der Literatur zu findenden Spektren sehr ähnlich [a]. Der Unterschied besteht lediglich darin, dass die während dieses Versuch aufgenommenen Spektren zusätzlich noch Peaks von Dichlormethan aufweisen.

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

Dieser Versuch konnte die Ergebnisse des vorherigen Versuches und auch die Hypothese bestätigen. Auch bei längeren Laufzeiten bleiben Benzaldehyd und Benzylalkohol die hauptsächlichen Produkte.

Literatur

[a] Dr. Brown, Phil: *Interpreting the mass spectrum of benzaldehyde C_6H_5CHO* ;
<https://www.docbrown.info/page06/spectra/benzaldehyde-ms.htm>, letzter Zugriff:
25.11.2024

[b] National Institute of Standards and Technology: *Benzyl Alcohol*;
<https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C100516&Mask=200>, letzter Zugriff: 25.11.2024