Protokoll 5

Versuch zur Darstellung von Cyclohexan aus Korksäure

Paula Kaltwasser, Albert-V. Meyer, Joshua Schraud

Mittwoch, den 27.11.2024 12. Klasse – Spezialschulteil am ASG Erfurt

Hypothese

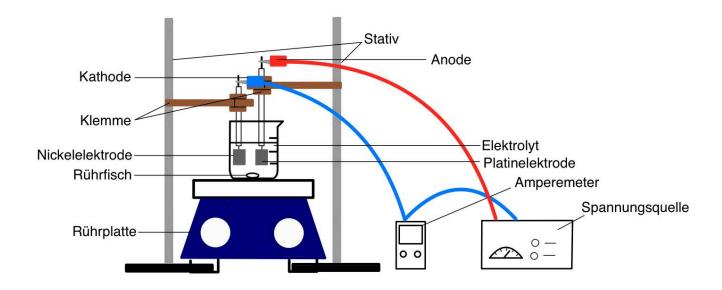
Während der Kolbe-Elektrolyse wird vermutlich eine organische Phase entstehen, bei der es sich nach unserer Vermutung größtenteils um Cyclohexan handelt.

Geräte und Chemikalien

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

Chemikalien: 10 g Korksäure (Octandisäure), 4,6 g NaOH, 88 ml destilliertes Wasser

Versuchsaufbau



Durchführung

- 1. Zunächst werden 10 g Korksäure 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 = 6 V

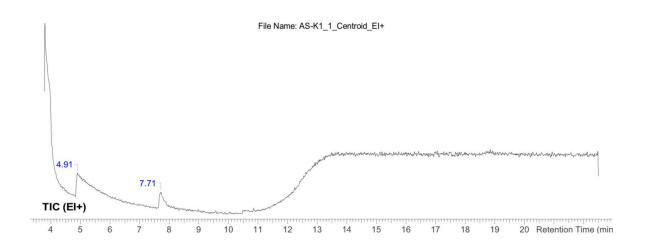
- Stromstärke: I = 1,3 A

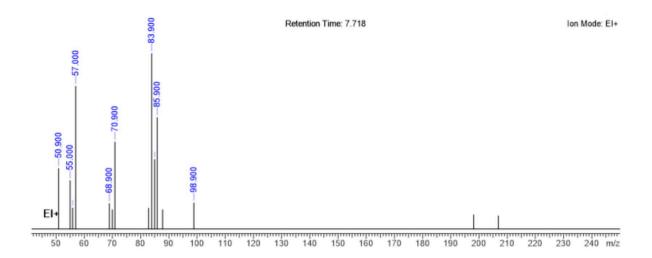
- Aussehen des Elektrolyts während der Elektrolyse:



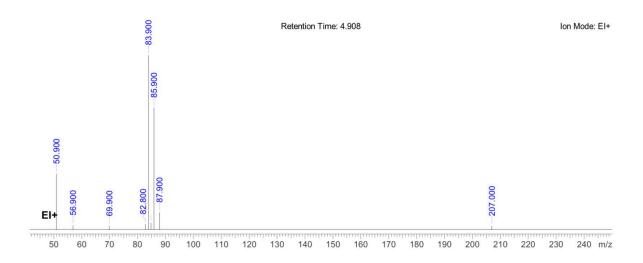
- aufgenommene Spektren der organischen Phase:

I)





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 der Gaschromatographie zugeordnet werden.

Die Peaks in den Massenspektren bei m/z 207 sind jeweils Geisterpeaks. Die Peaks bei m/z 83,9; m/z 85,9 und m/z 87,9 sind dem Lösungsmittel Dichlormethan zuzuordnen.

Auswertung

Die Massenspektren II und III lassen darauf schließen, dass kein Cyclohexan enthalten ist. Anhand der Massenspektren lässt sich jedoch nicht auf eindeutige Produkte schließen, da Fragmente unter einem Masse-zu-Ladungsverhältnis von 50 nicht abgebildet sind.

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

Entgegen der Hypothese ist bei diesem Experiment kein Cyclohexan entstanden. Korksäure ist demnach nicht geeignet, um als Plattformchemikalie zur elektrochemischen Herstellung von Cycloalkanen zu fungieren.