

Protokoll 5

Versuch zur Aromaten-Synthese durch die Elektrolyse von Mandelsäure

Paula Kaltwasser, Albert-V. Meyer, Joshua Schraud

Samstag, den 03.08.2024

12. Klasse – Spezialschulteil am ASG Erfurt

Hypothese

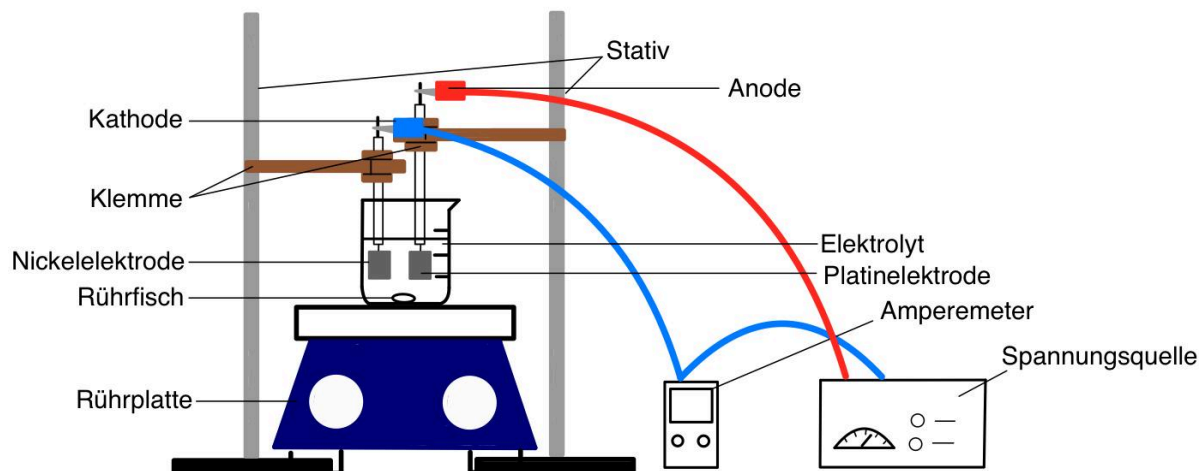
Es steht zu vermuten, dass während der Elektrolyse die aromatische Substanz 1,2-Diphenylethan entstehen wird.

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, 2,63 g Natriumhydroxid, 150 ml destilliertes Wasser

Versuchsaufbau



Durchführung

1. Zunächst werden 10 g Mandelsäure und 2,63 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. Nun wird die entstandene organische Phase mit Hilfe eines Scheidetrichters abgetrennt. Um letzte Reste von Wasser zu entfernen, wird Calciumchlorid dazugegeben und anschließend durch einen Filter wieder von der organischen Phase getrennt. Die verbliebene organische Phase wird dann einer Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) unterzogen.
6. Zum Schluss werden die unpolaren Substanzen mittels DCM aus dem verbleibendem Elektrolyt extrahiert und erneut durch eine GC-MS analysiert.

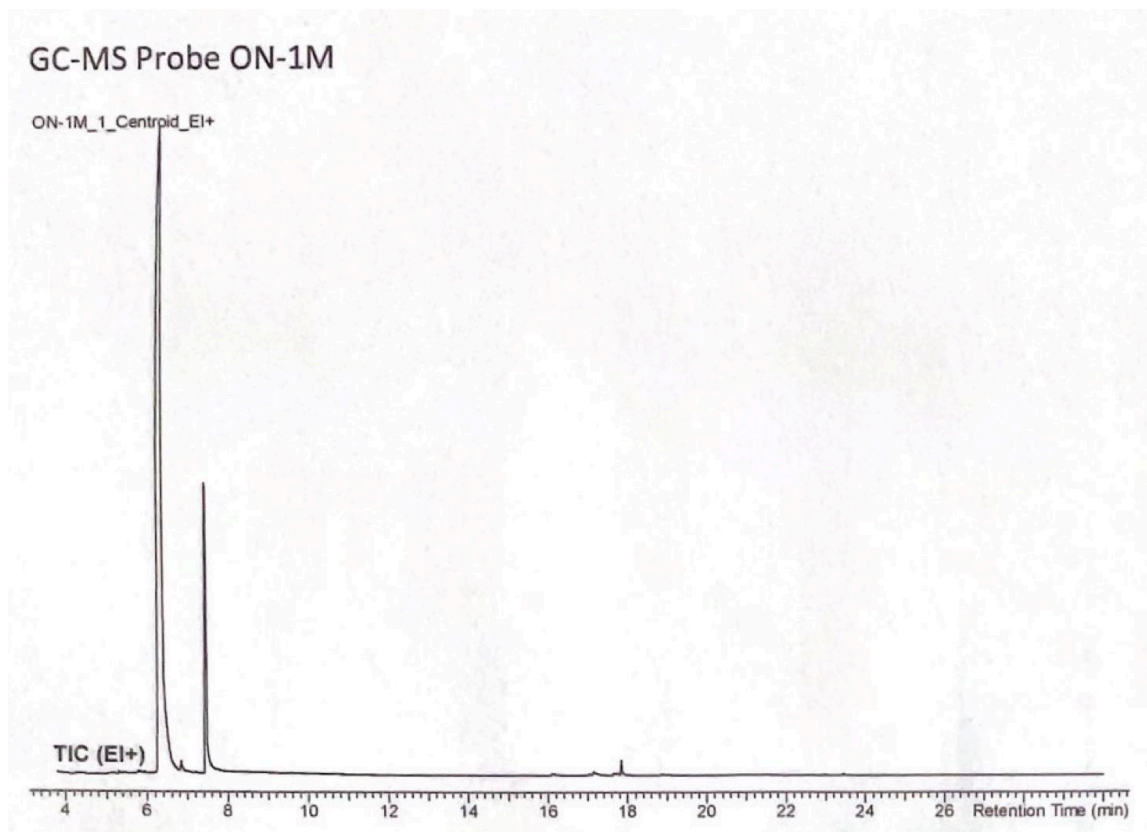
Messdaten:

- Spannung: $U = 4 \text{ V}$
- Stromstärke: $I = 1,3 \text{ A}$
- Aussehen des Elektrolyts (inklusive der organischen Phase) nach der Elektrolyse:

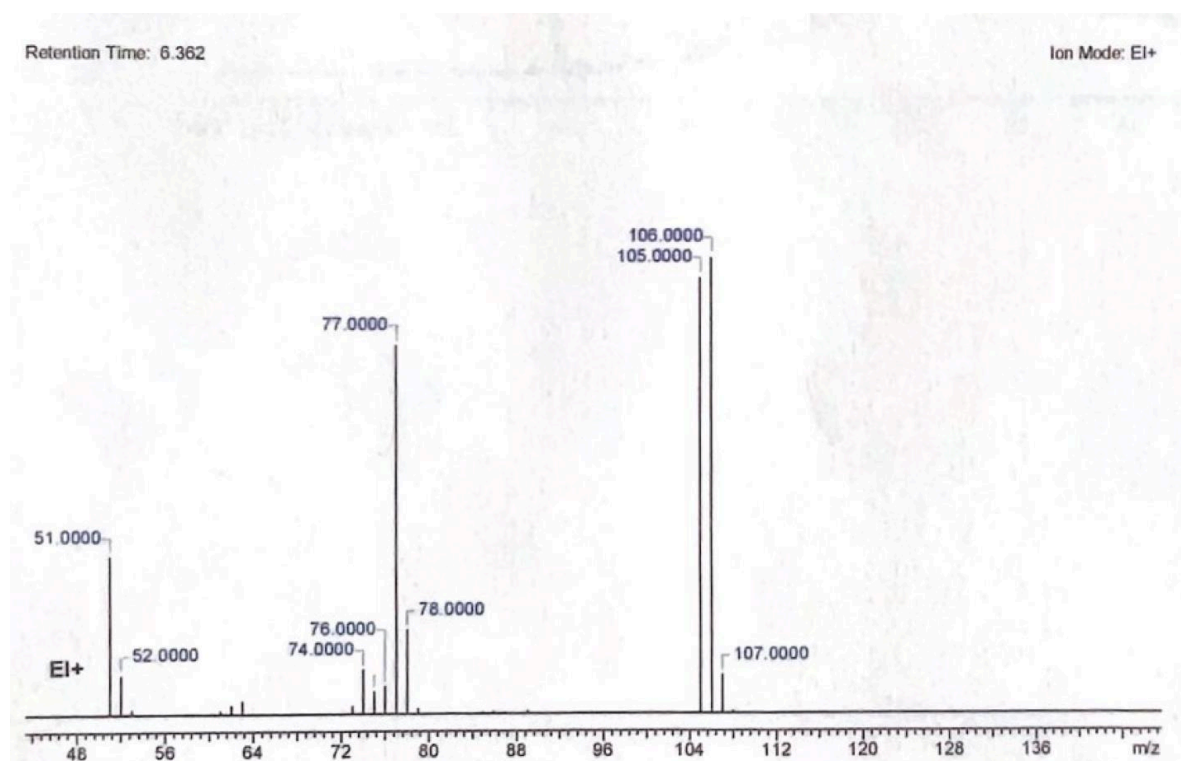


- aufgenommene Spektren der organischen Phase:

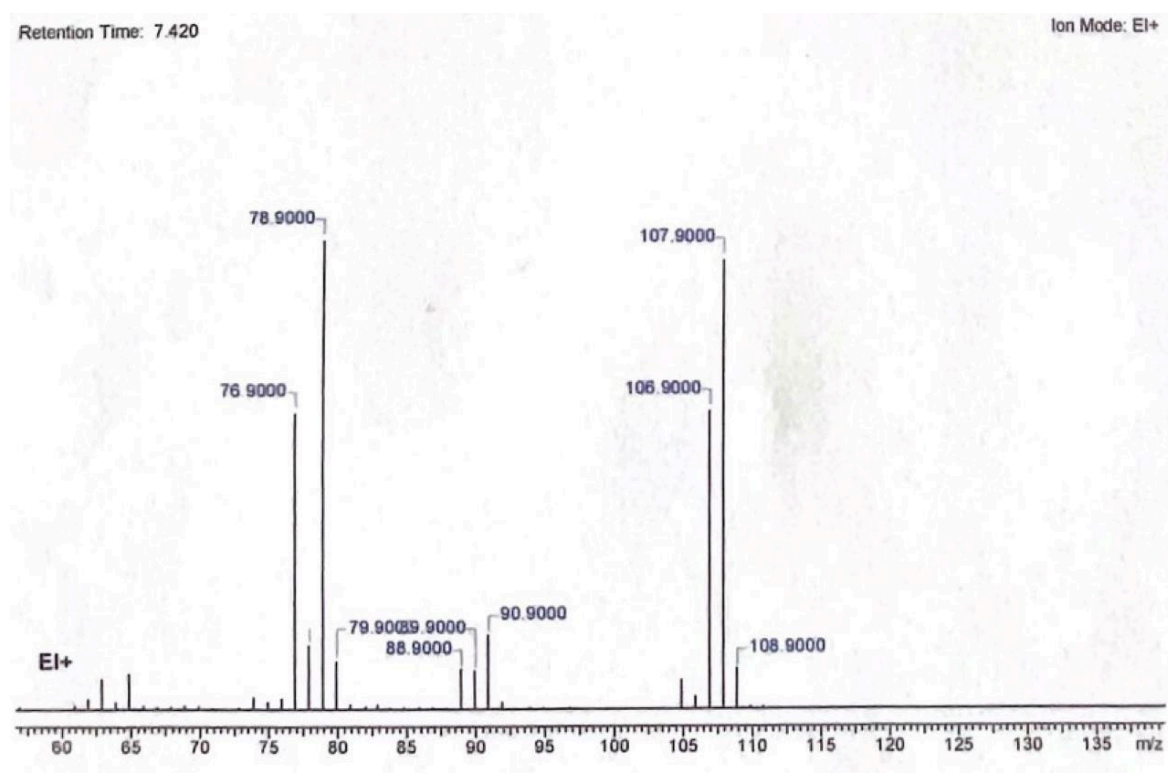
I)



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 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 gehört zu Benzylalkohol. Auch dieses ist den in der Literatur zu findenden Spektren sehr ähnlich. [a]

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 Vermutung fand keine Kolbe-Elektrolyse statt, es ist kein 1,2-Diphenylethan entstanden. Stattdessen entstanden Benzaldehyd und Benzylalkohol.

Literatur

[a] Dr. Brown, Phil: *Interpreting the mass spectrum of benzaldehyde C₆H₅CHO*;
<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