

Protokoll 2

Versuch zur Tetradecan-Synthese durch die Elektrolyse von Caprylsäure

Paula Kaltwasser, Albert-V. Meyer, Joshua Schraud

Sonntag, den 18.08.2024

12. Klasse – Spezialschulteil am ASG Erfurt

Hypothese

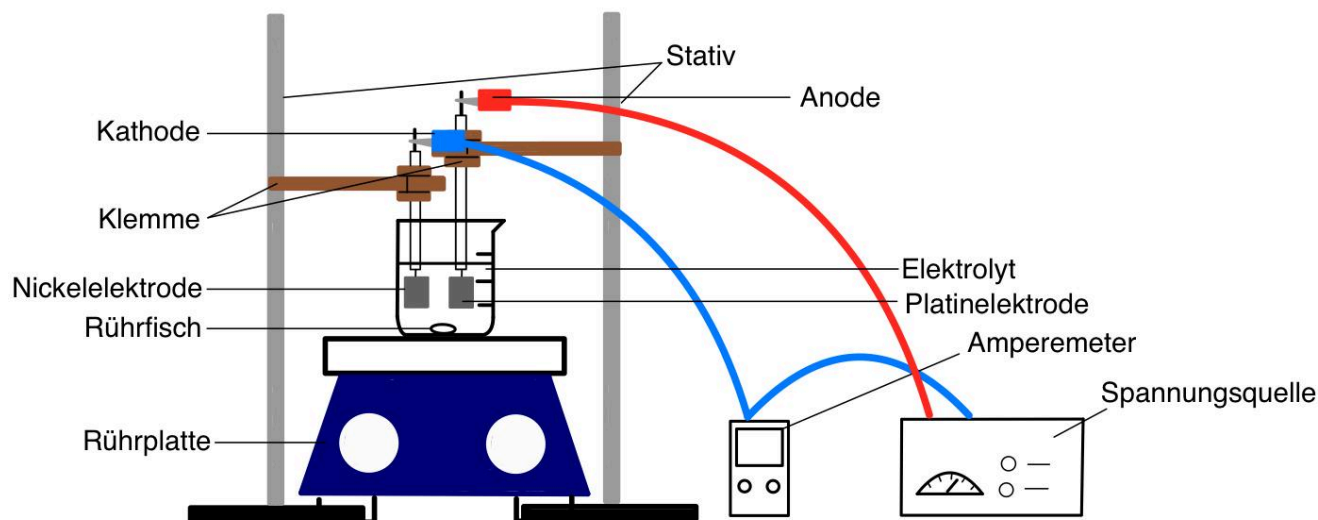
Während der Elektrolyse wird vermutlich eine organische Phase entstehen. Bei dieser handelt es sich wahrscheinlich um Tetradecan.

Geräte und Chemikalien

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

Chemikalien: 43,26 g Capronsäure, 12 g Natriumhydroxid, 150 ml destilliertes Wasser

Versuchsaufbau



Durchführung

1. Zunächst werden 43,26 g Capronsäure und 12 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.

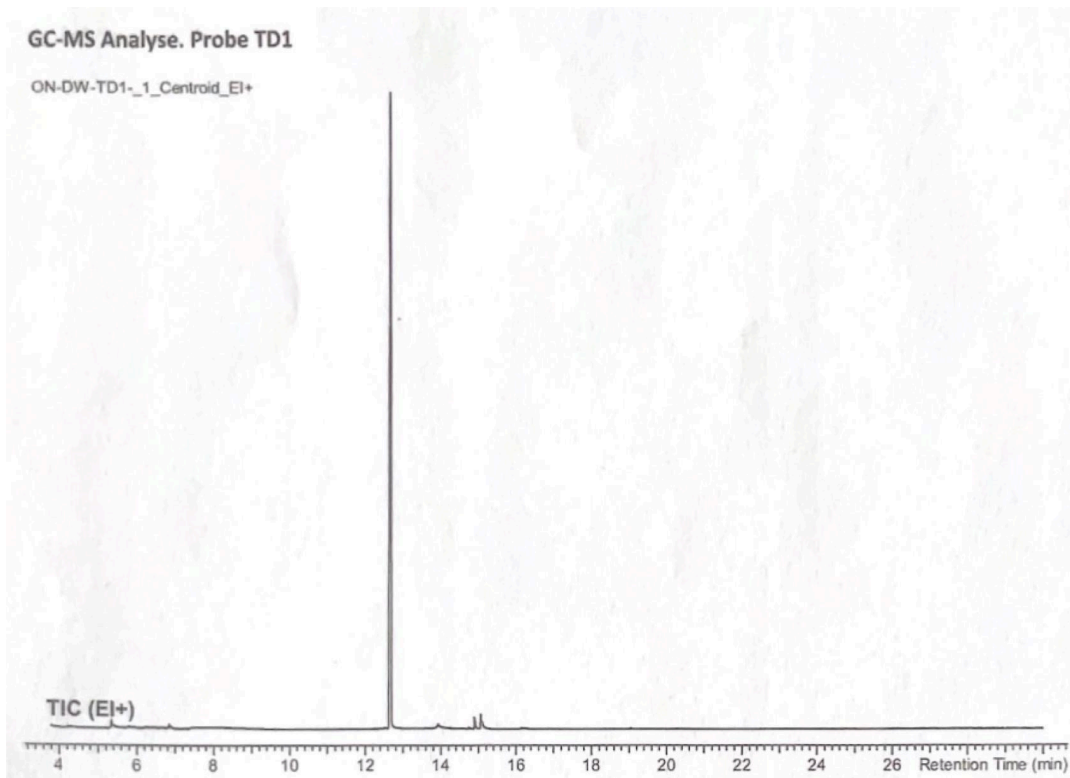
Messdaten:

- Spannung: $U = 5 \text{ V}$
- Stromstärke: $I = 1,4 \text{ A}$
- Aussehen des Elektrolyts (inklusive der organischen Phase) nach der Elektrolyse:

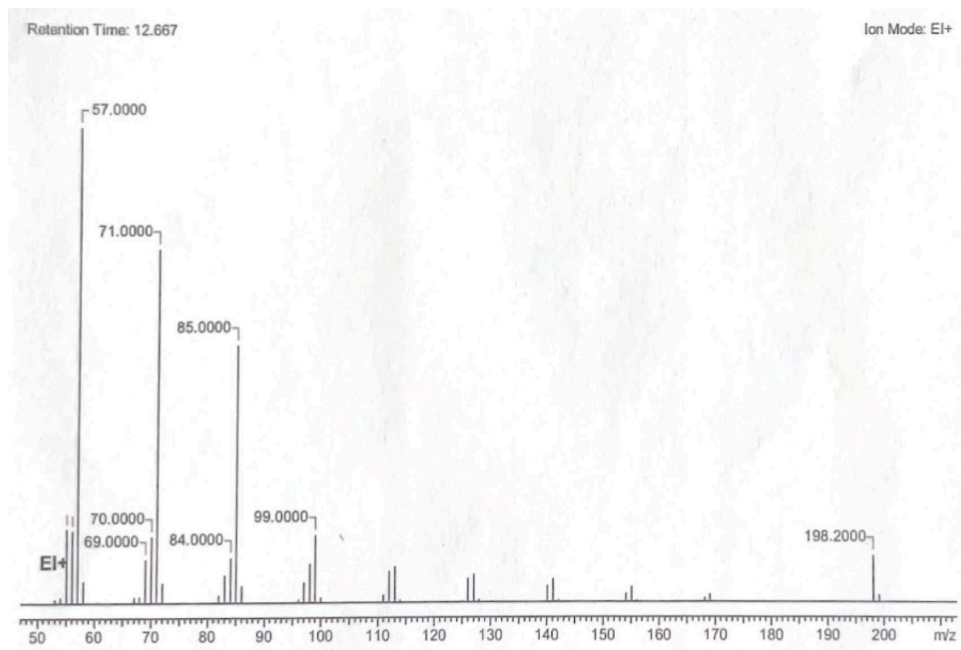


- aufgenommene Spektren
- a) Spektren der organischen Phase:

I)

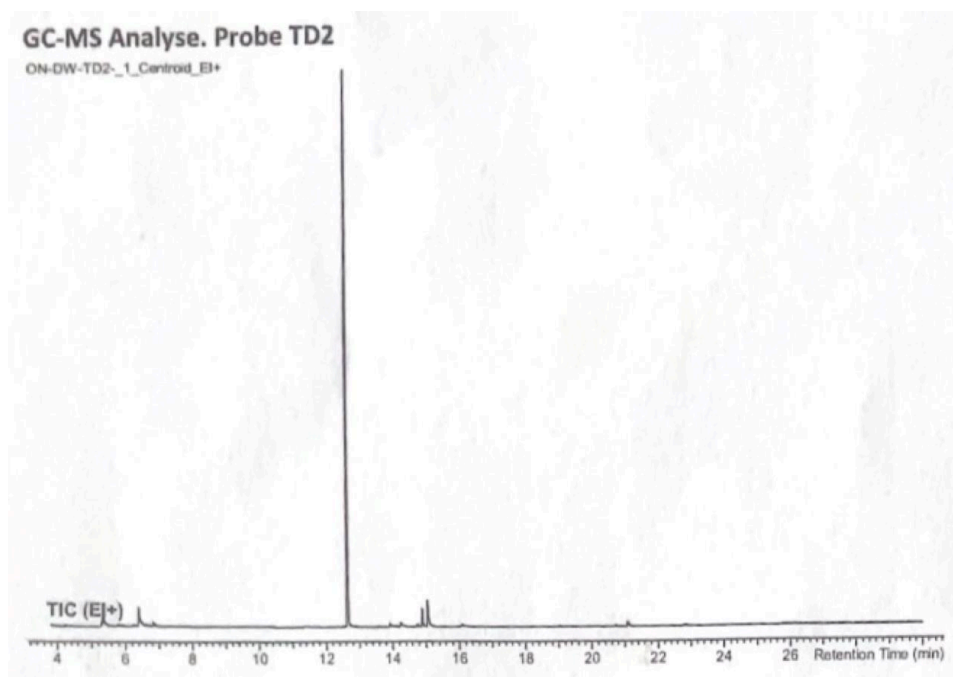


II)

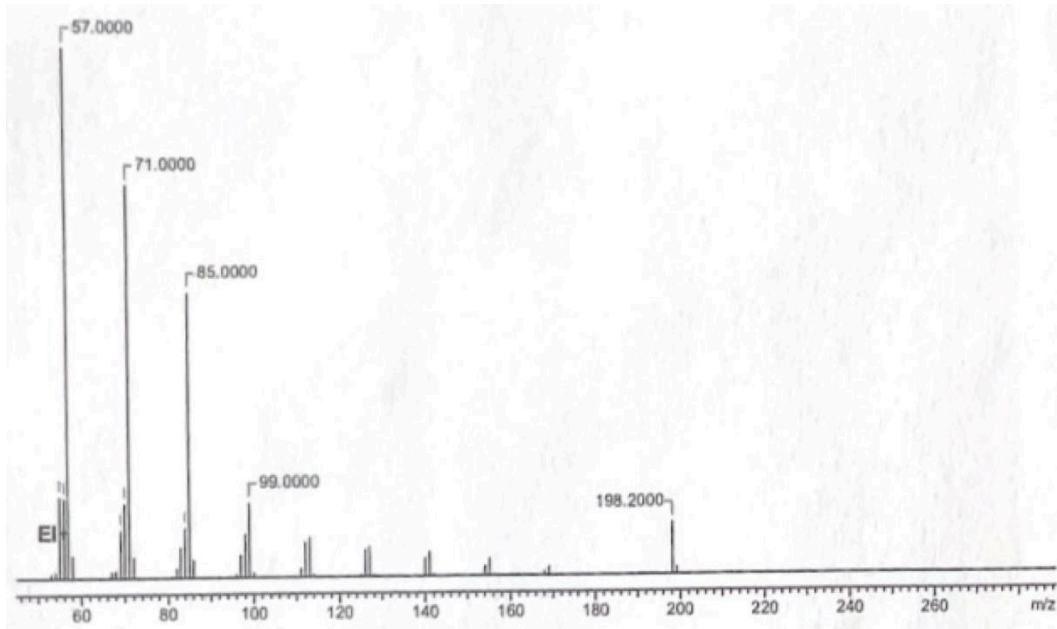


b) Spektren des verbleibenden Elektrolyts:

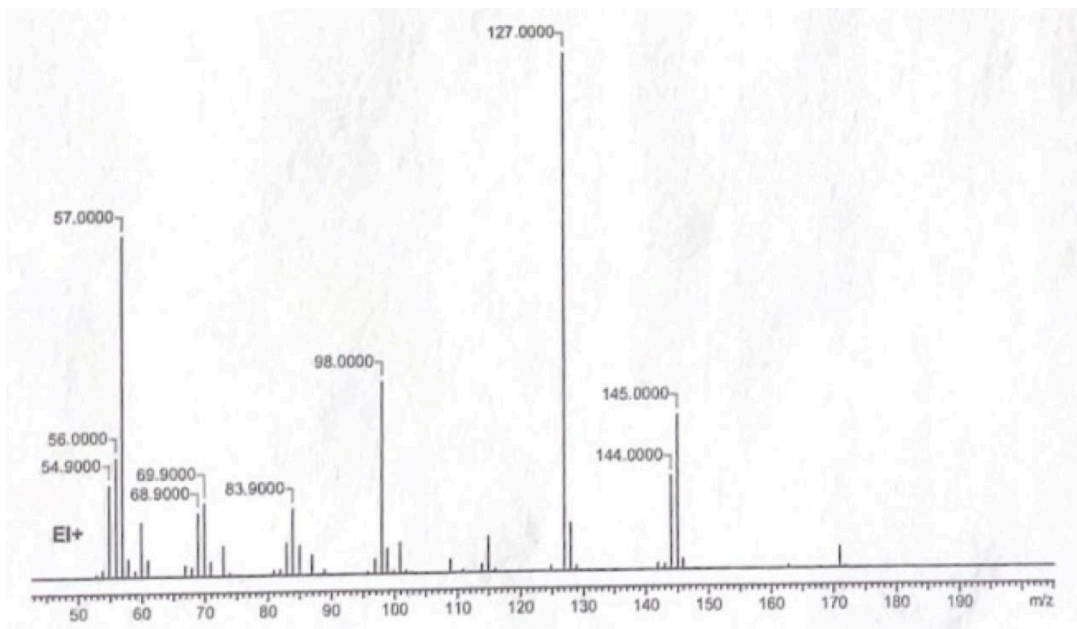
III)



IV)



V)



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

Auswertung

Das Massenspektrum II 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 Tetradecan überein (z. B. Butyl-Fragment bei m/z 57). Bei der organischen Phase, welche während der Elektrolyse entstanden ist, handelte es sich also um Tetradecan.

Die Spektren, welche für die im Elektrolyt gelösten Substanzen aufgenommen wurden, sind zu den Spektren I und II nahezu identisch. Ein Teil des entstandenen Produkts hat sich demnach im wässrigen Elektrolyt gelöst. Das Auftreten von Spektrum V zeigt, dass neben Tetradecan ein weiterer organischer Stoff (zumindest in geringen Mengen) im Elektrolyt gelöst war.

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

Wie vermutet, ist bei diesem Experiment tatsächlich eine organische Phase entstanden, die zu großen Teilen aus Tetradecan besteht. Die Hypothese konnte demnach bestätigt werden. Aus dem Experiment lässt sich schlussfolgern, dass durch die Elektrolyse von Caprylsäure tatsächlich Tetradecan herstellbar ist.