

Protokoll 15

*Versuch zur Kreuzkupplung von Caprinsäure und Essigsäure zur
Decan-Synthese*

Paula Kaltwasser, Albert-V. Meyer, Joshua Schraud

Dienstag, den 06.05.2025
12. Klasse – Spezialschulteil am ASG Erfurt

Hypothese

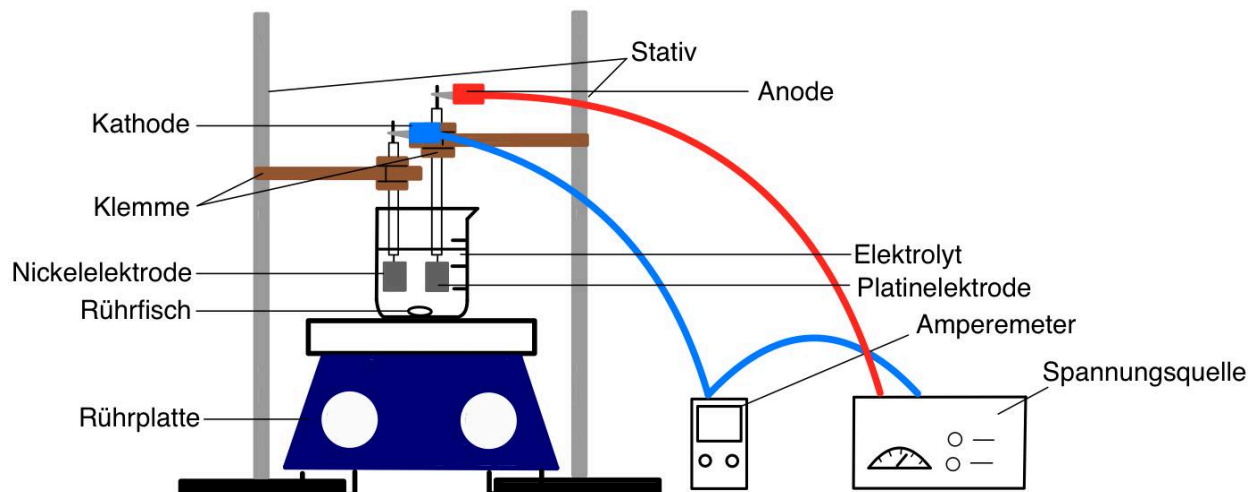
Während der Elektrolyse wird vermutlich eine organische Phase entstehen. Bei dieser handelt es sich wahrscheinlich um Decan.

Geräte und Chemikalien

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

Chemikalien: 3,11 g Caprinsäure, 10,84 g Essigsäure, 7,22 g Natriumhydroxid, 40 ml destilliertes Wasser

Versuchsaufbau



Durchführung

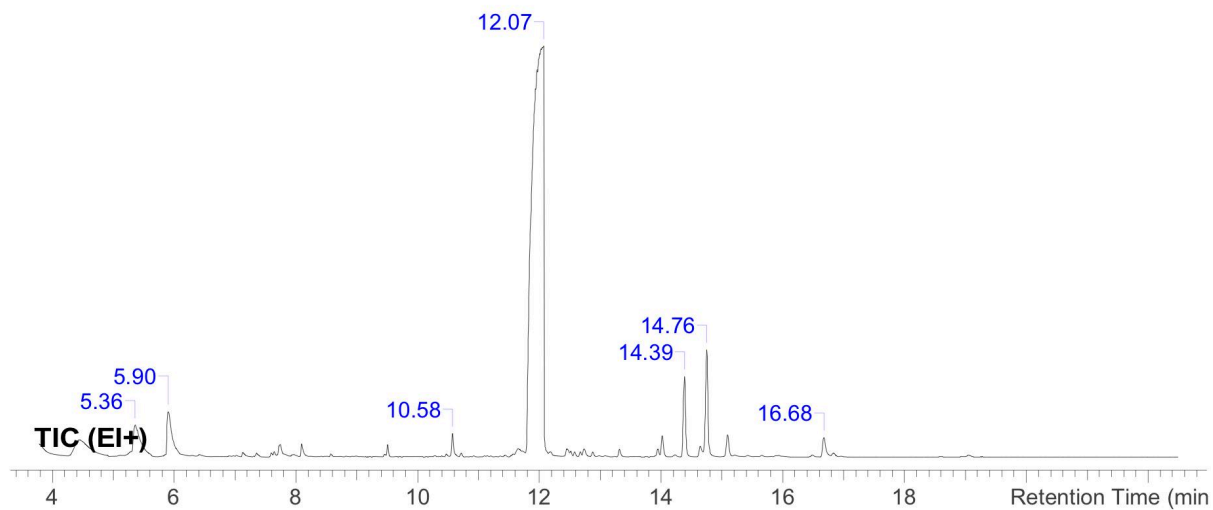
1. Zunächst werden 3,11 g Caprinsäure, 10,84 g Essigsäure und 7,22 g Natriumhydroxid mit der Feinwaage abgewogen und in das Becherglas gegeben.
2. Anschließend wird das destillierte Wasser hinzugegeben und das Gemisch wird mit Hilfe eines Magnetrührers gerührt, bis eine homogene Lösung entstanden ist.
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 und die Elektrolyse wird für 2 Stunden durchgeführt. Die Stromstärke soll dabei 0,969 Ampere betragen.
5. Nun wird die entstandene organische Phase mit Hilfe eines Scheidetrichters abgetrennt. Diese organische Phase wird dann einer Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) unterzogen.

Messdaten:

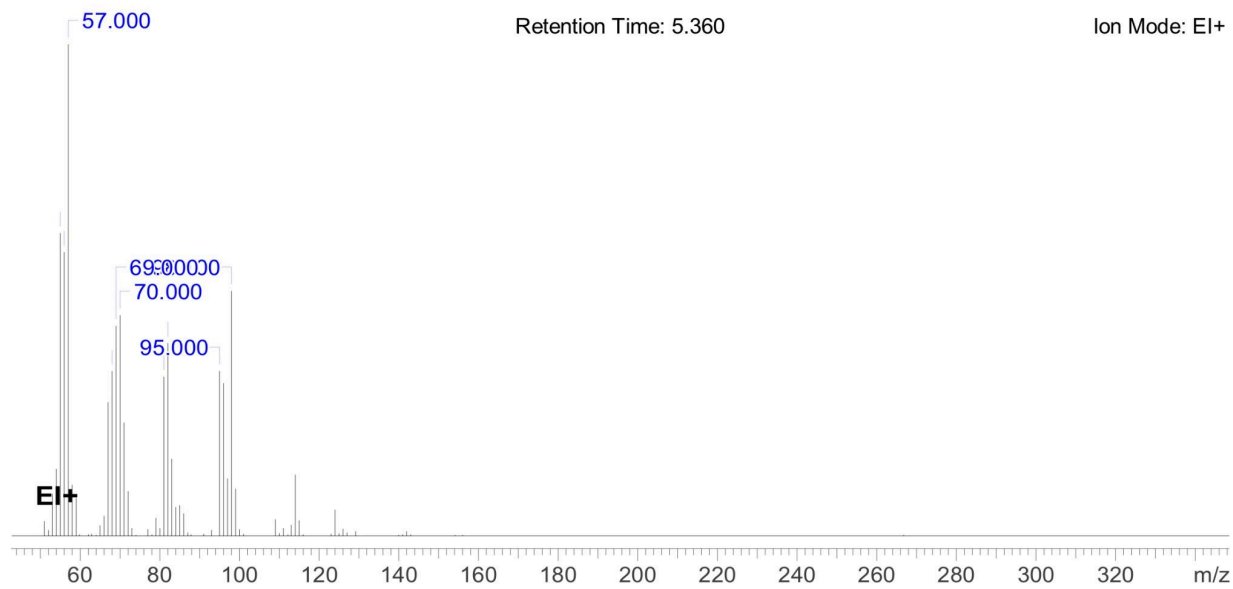
aufgenommene Spektren:

a) Spektren der organischen Phase:

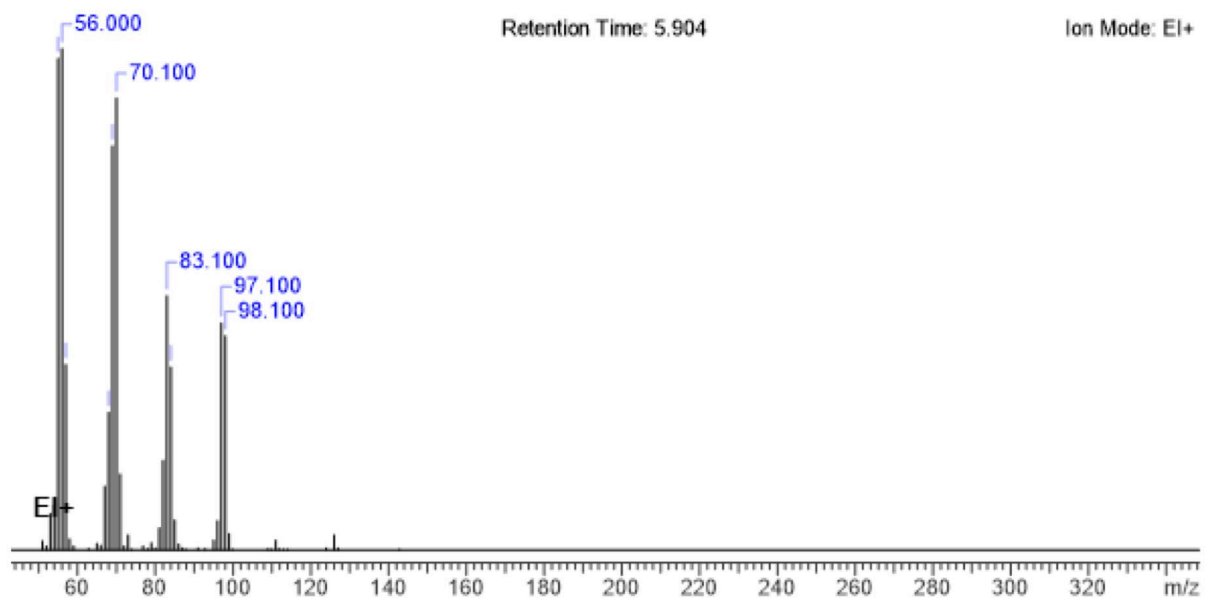
I)



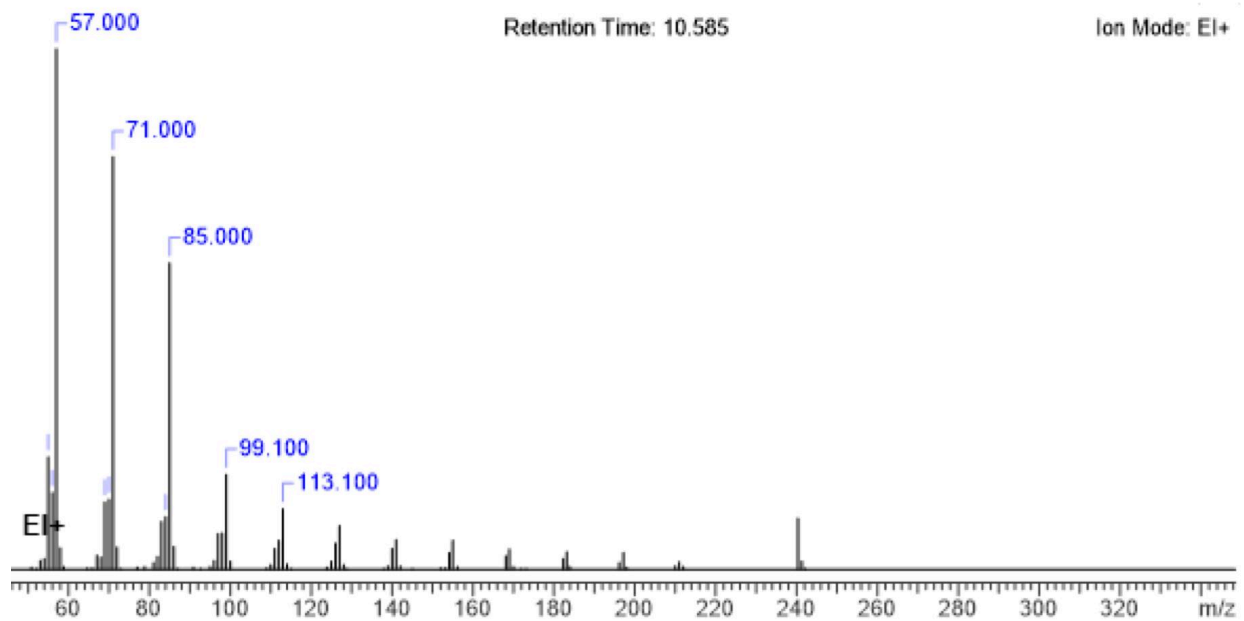
II)



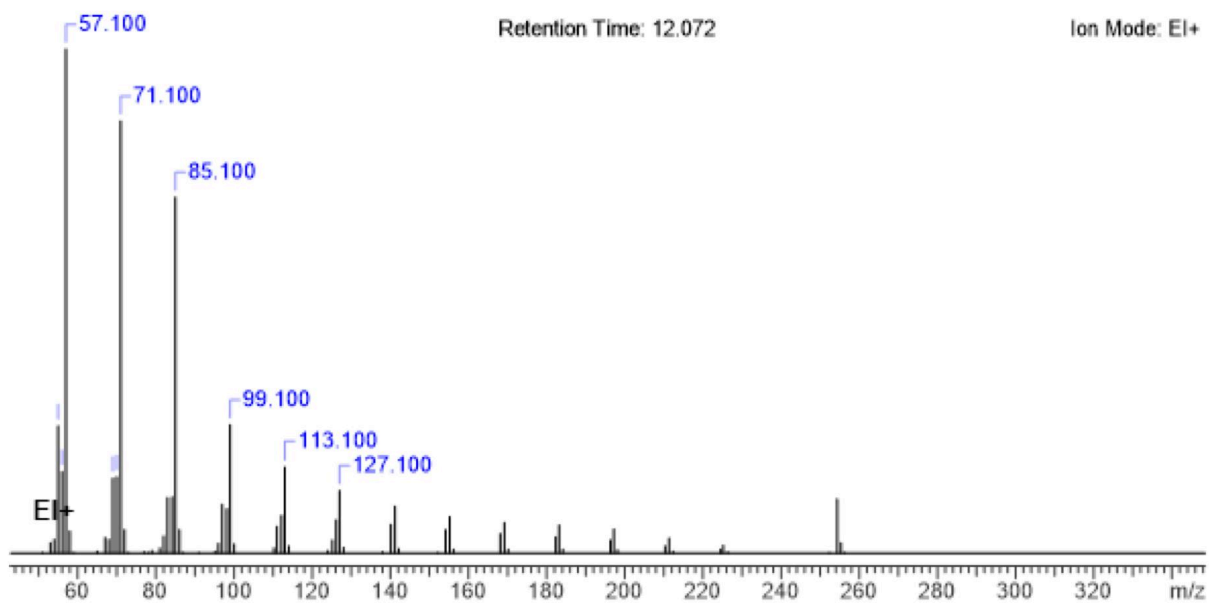
III)



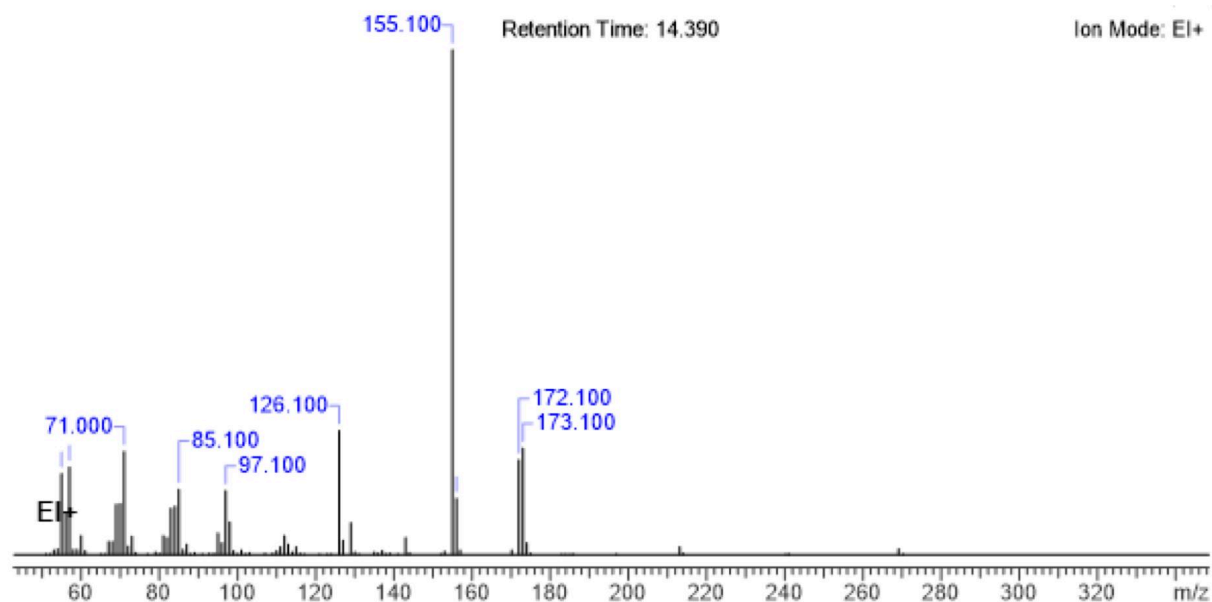
IV)



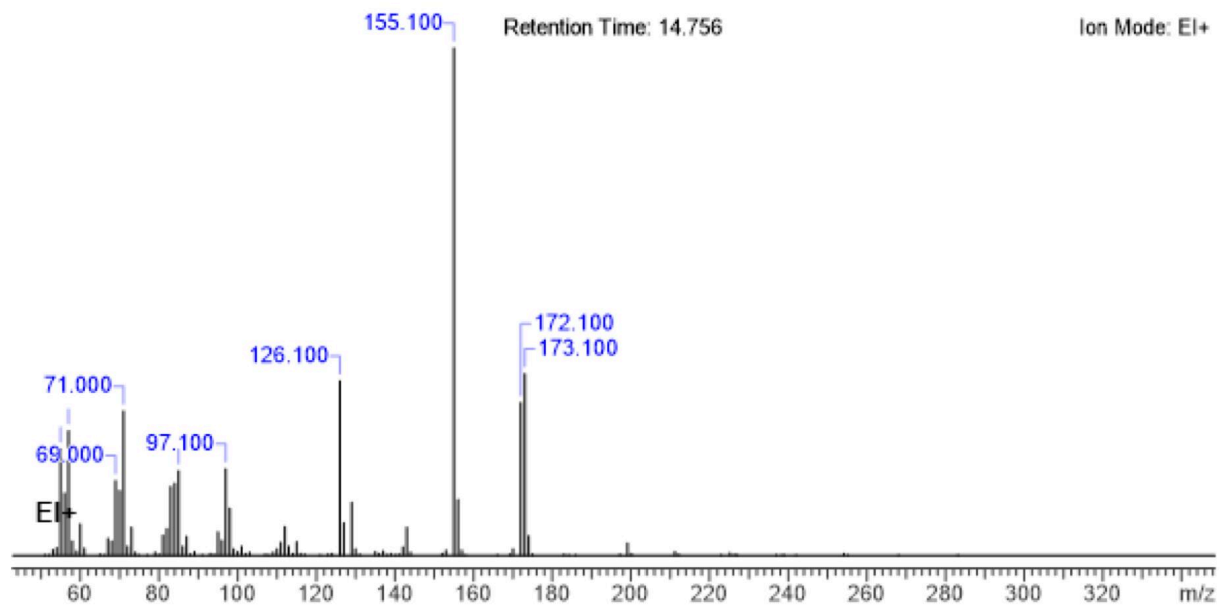
V)



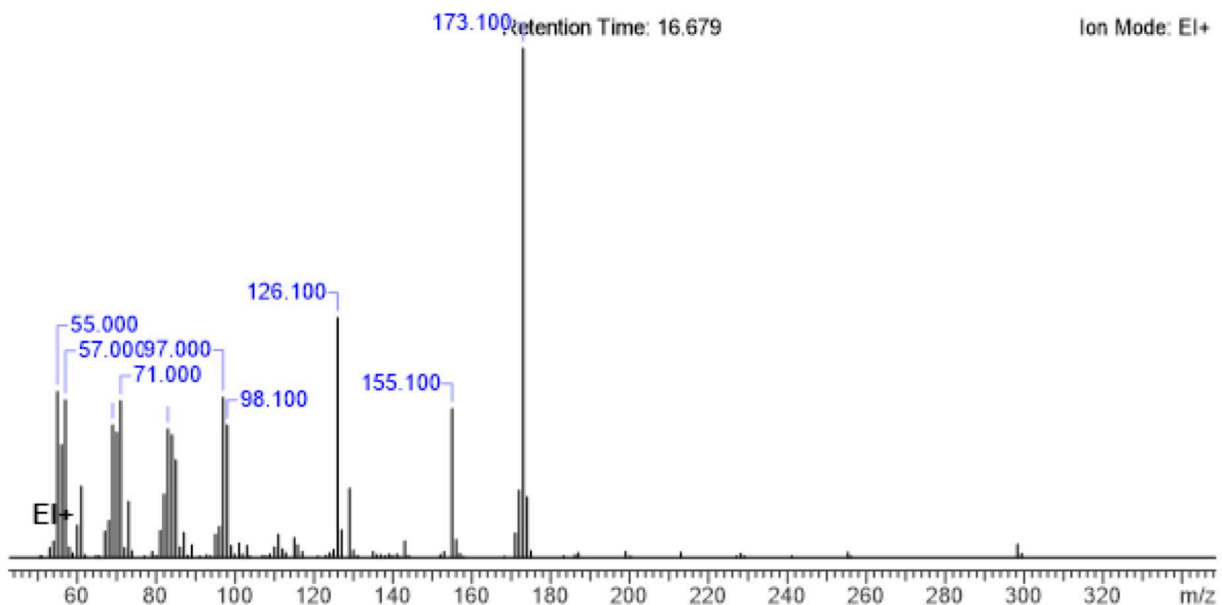
VI)



VII)



VIII)



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

Auswertung

Das Massenspektrum III ist dem Decan zuzuordnen. Der Molekülpeak von Spektrum III passt zur Molmasse von Decan mit etwa 142,3 g/mol. Die restlichen Peaks stimmen größtenteils mit linearen Bruchstücken des Tetradecan überein (z. B. Butyl-Fragment bei m/z 57). Da die Fläche unter dem Peak der GC, welcher Spektrum III zuzuordnen ist, relativ klein im Vergleich zu den Flächen unter den anderen Peaks ist, besteht die organische Phase nur zu einem kleinen Teil aus Tetradecan.

Neben zahlreichen Nebenprodukten, deren Identifizierung nicht im Fokus dieses Versuches liegt, ist vor allem das Produkt der Homokupplung von Caprinsäure entstanden (Octadecan, Spektrum V, Molekülpeak bei m/z 254,5). Octadecan dürfte einen großen Teil der organischen Phase ausmachen, da die Fläche unter dem Peak von Octadecan in der GC mit Abstand die größte ist. Das Produkt der Homokupplung von Essigsäure taucht in der GC auf, da Ethan gasförmig ist und somit während der Elektrolyse aus der Lösung entweicht. Ebenso ist Heptadecan entstanden (Spektrum IV). Der Molekülpeak der MS befindet sich bei m/z 240 und die übrigen Peaks stimmen mit linearen Bruchstücken von Heptadecan überein (z. B. Pentadecyl-Fragment bei m/z 211). Heptadecan ist allerdings nur in sehr geringen Mengen entstanden (die Fläche unter dem Peak von Heptadecan in der GC ist vergleichsweise klein).

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 einem gewissen Teil aus Decan besteht. Die Hypothese konnte demnach bestätigt werden. Aus dem Experiment lässt sich schlussfolgern, dass durch die Elektrolyse von Natriumcaprinat mit Natriumacetat tatsächlich Decan herstellbar ist. Allerdings

entstehen dabei auch eine Reihe von Nebenprodukten, darunter Octadecan und Heptadecan.