

Protokoll 3

Versuch zur Kreuzkupplung von Essigsäure und Caprylsäure

Paula Kaltwasser, Albert-V. Meyer, Joshua Schraud

Freitag, den 23.08.2024

12. Klasse – Spezialschulteil am ASG Erfurt

Hypothese

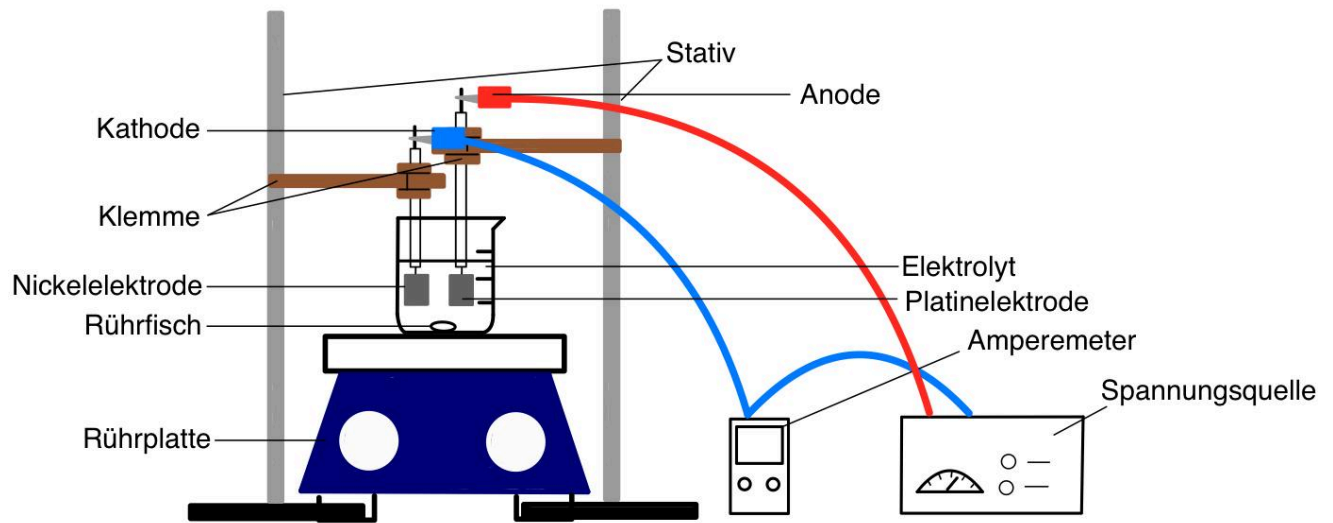
Während der Kreuzkupplung wird vermutlich eine organische Phase entstehen. Bei dieser handelt es sich wahrscheinlich größtenteils um Octan.

Geräte und Chemikalien

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

Chemikalien: 17,33 g Caprylsäure, 7,2 g Natriumhydroxid, 3,6 g Eisessig, 150 ml destilliertes Wasser

Versuchsaufbau



Durchführung

1. Zunächst werden 17,33 g Capronsäure, 3,6 g Eisessig und 7,2 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. Zum Schluss werden die unpolaren Substanzen mittels DCM aus der entstandenen organischen Phase extrahiert und abschließend durch eine Gaschromatographie-Massenspektrometrie analysiert.

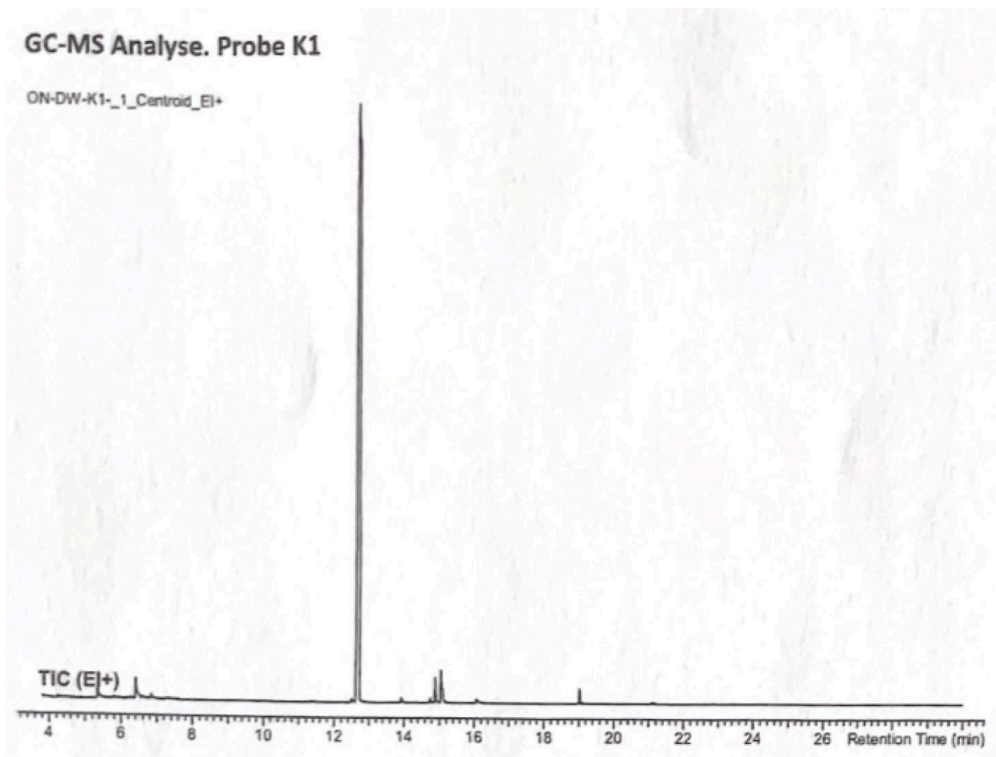
Messdaten:

- Spannung: $U = 5 \text{ V}$
- Stromstärke: $I = 1,4 \text{ A}$
- Aussehen des Elektrolyts während der Elektrolyse:

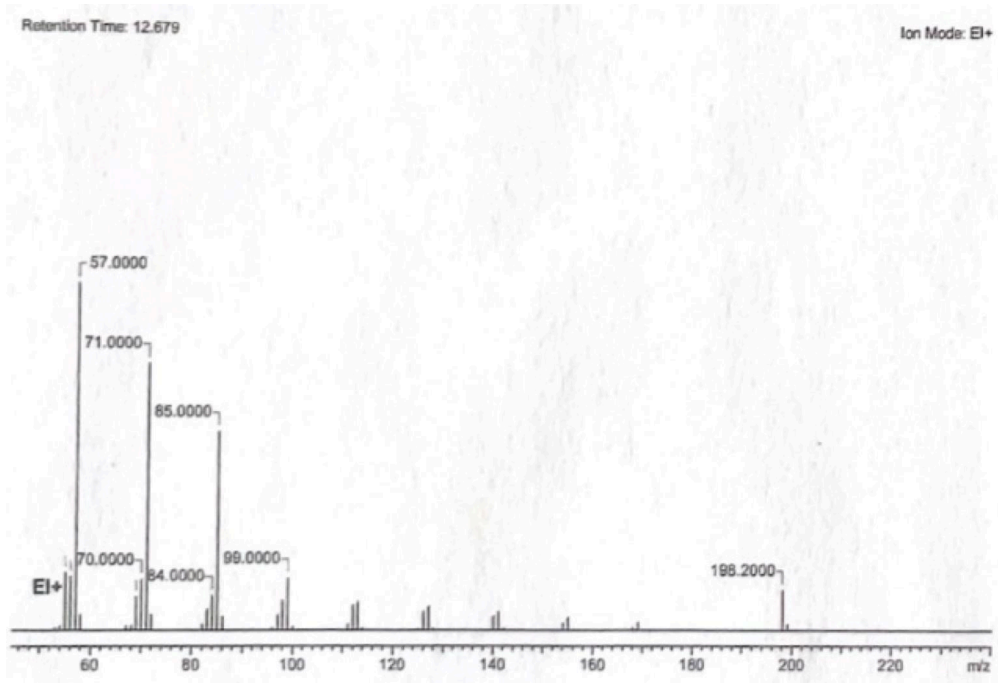


- aufgenommene Spektren der organischen Phase:

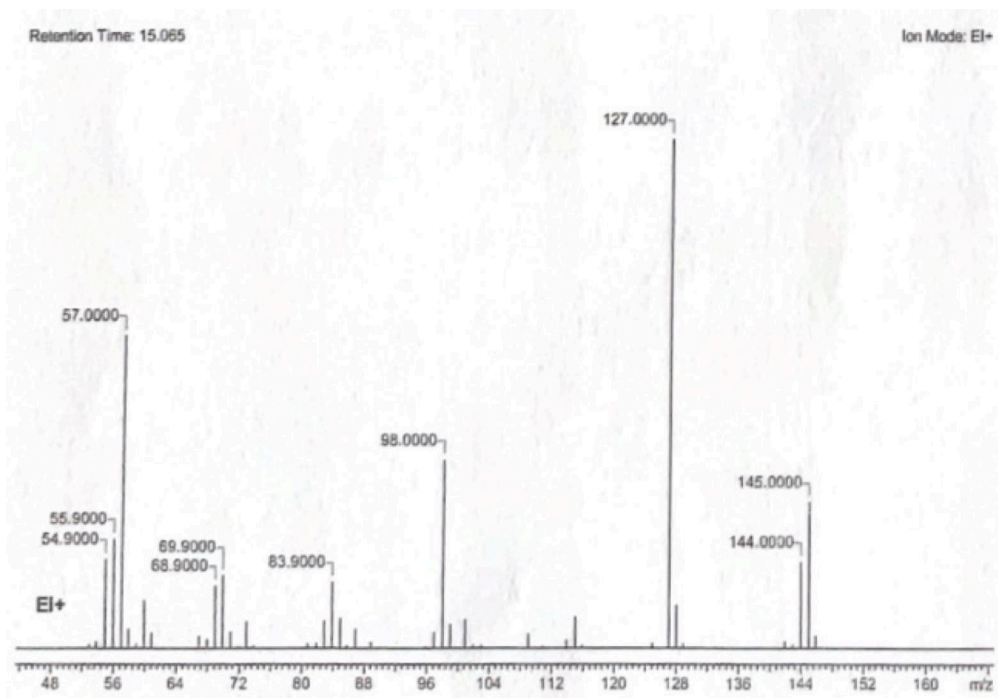
I)



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 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 Tetradecans überein (z. B. Butyl-Fragment bei m/z 57). Bei der organischen Phase, welche während der Elektrolyse entstanden ist, handelte es sich also größtenteils um Tetradecan. Spektrum III zeigt, dass neben Tetradecan ein weiterer organischer Stoff (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

Entgegen der Vermutung ist bei diesem Experiment kein Octan, sondern Tetradecan, entstanden. Es fand keine Kreuzkupplung statt und die Hypothese konnte falsifiziert werden. Aus dem Experiment lässt sich schlussfolgern, dass durch die Elektrolyse von Caprylsäure mit Essigsäure kein Octan herstellbar ist.