

Protokoll 7

Versuch zur Kreuzkupplung von Lävulinsäure und Caprylsäure

Paula Kaltwasser, Albert-V. Meyer, Joshua Schraud

Dienstag, den 26.11.2024
12. Klasse – Spezialschulteil am ASG Erfurt

Hypothese

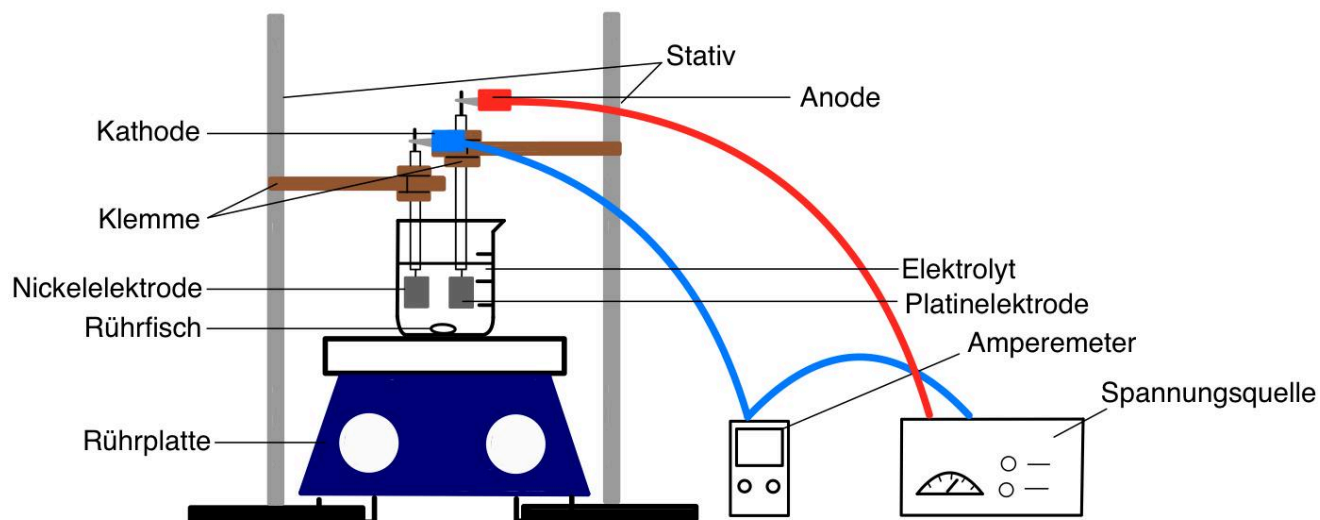
Während der Kreuzkupplung wird vermutlich eine organische Phase entstehen. Bei dieser handelt es sich unserer Vermutung nach größtenteils um Undecan.

Geräte und Chemikalien

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

Chemikalien: 14,42 g Caprylsäure, 11,61 g Lävulinsäure, 8 g Natriumhydroxid, 150 ml destilliertes Wasser

Versuchsaufbau



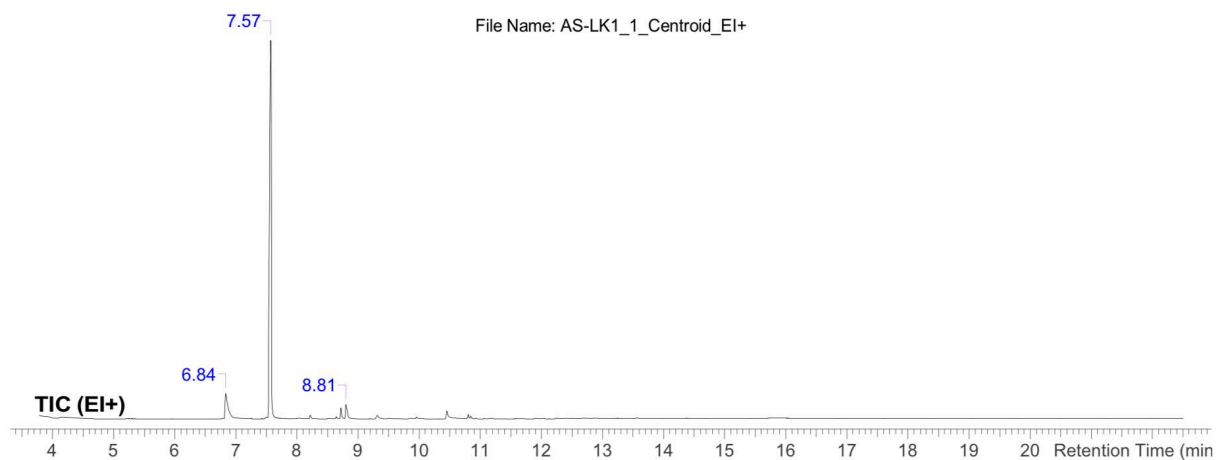
Durchführung

1. Zunächst werden 14,42 g Caprylsäure, 11,61 g Lävulinsäure und 8 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.

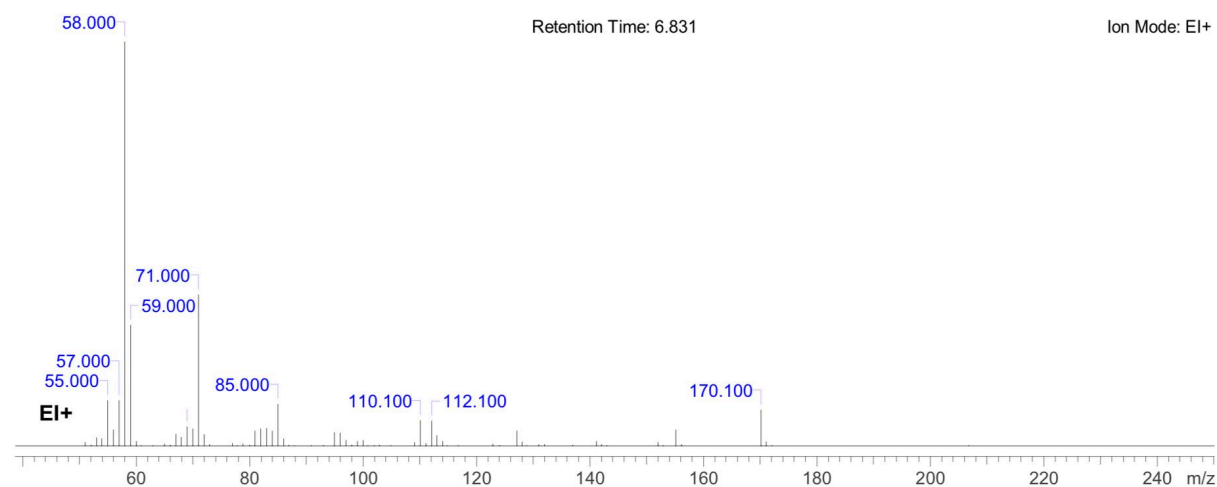
Messdaten:

- Spannung: $U = 10 \text{ V}$
- Stromstärke: $I = 1,3 \text{ A}$
- aufgenommene Spektren der organischen Phase:

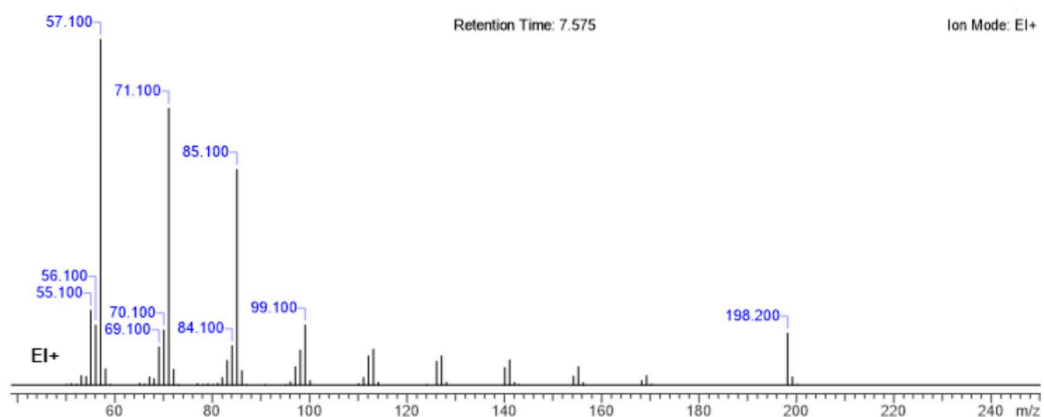
I)



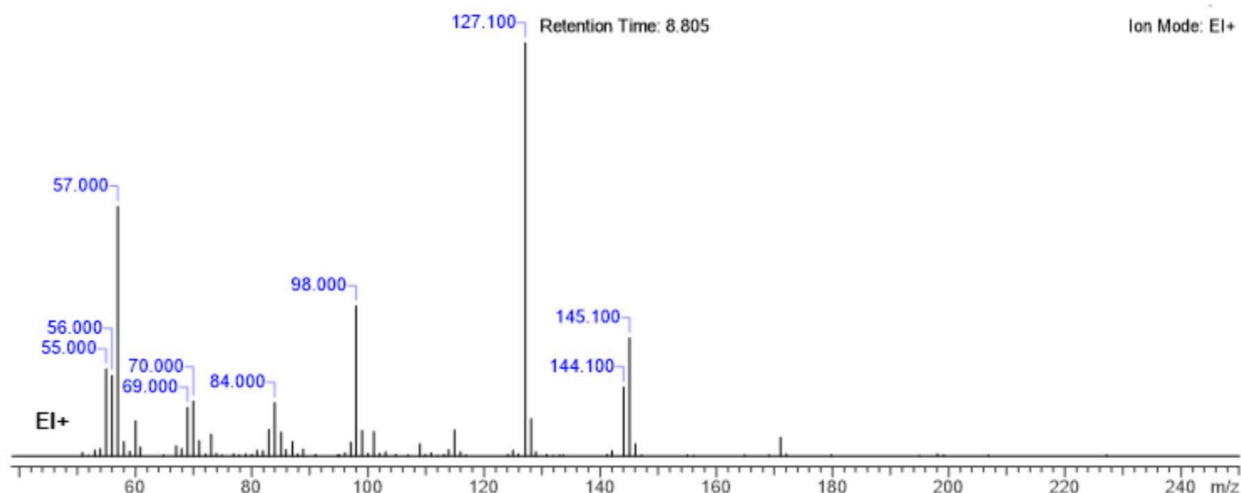
II)



III)



IV)



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

Auswertung

Das Massenspektrum III 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). Spektrum II gehört zur Substanz Undecan-2-on, es ist nahezu identisch zu entsprechenden Massenspektren aus der Literatur [a]. Das Spektrum IV zeigt, dass neben den genannten Stoffen in geringen Mengen noch eine weitere Substanz in der organischen Phase enthalten war. Da es sich hierbei vermutlich um ein Produkt einer symmetrischen Umsetzung von Lävulinsäure handelt, ist es für diese Betrachtung nicht von großer Relevanz.

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

Der Versuch zeigt auf, dass eine Kreuzkupplung von Lävulin- und Caprylsäure möglich ist. Jedoch findet die elektrochemische Reduktion zur Gewinnung von Undecan aus 2-Undecanon nicht statt, sodass 2-Undecanon das Produkt der Kreuzkupplung ist. Die Kreuzkupplung findet allerdings nicht ausschließlich statt; ebenfalls wird Caprylsäure durch symmetrische Kolbe-Elektrolyse umgesetzt.

Literatur

[a] National Institute of Standards and Technology: *2-Undecanone*;
<https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C112129&Mask=200>, letzter Zugriff: 08.12.2024