

Protokoll 20

Versuch zur Umsetzung von 2-Tetralon zu 6-Ethyl-2-Tetralon

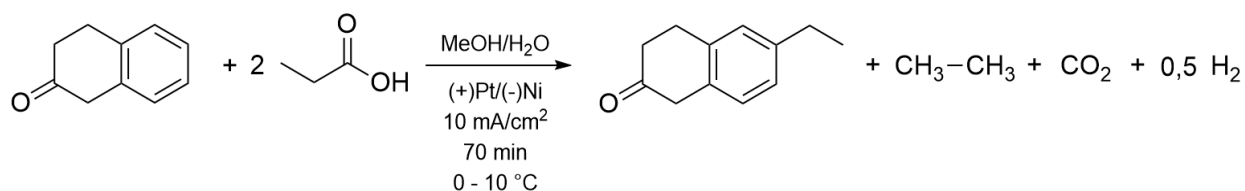
Namen: Albert-V. Meyer und Joshua Schraud

Datum: 09.12.2025

Institution: Technische Universität München

Hypothese

2-Tetralon soll elektrochemisch mit Kaliumpropionat umgesetzt werden. An der Anode kann eine Oxidation des Propionat-Ions stattfinden, wobei ein Ethylradikal entsteht. Dieses kann vermutlich am aromatischen System von 2-Tetralon angreifen. Dafür kommen die Positionen C-6 oder C-7 infrage. Greift das Radikal am C-6-Kohlenstoff an, so entsteht das gewünschte Produkt 6-Ethyl-2-Tetralon:









Geräte und Chemikalien




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


Chemikalien:

1) Edukte

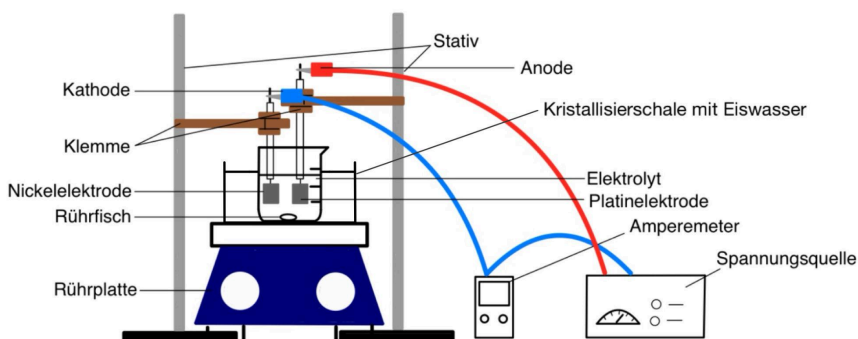
Chemikalie	Masse bzw. Volumen	GHS-Kennzeichnung	Entsorgung
2-Tetralon	0,436 g		Entsorgung im halogenfreien organischen Abfall
Kaliumpropionat	0,28 g	keine	Elektrolyt in den wässrigen anorganischen Abfall
Methanol	35 ml	  	Entsorgung in halogenfreien organischen Abfall
Wasser	35 ml	keine	Elektrolyt in den wässrigen anorganischen Abfall
Eiswasser	1000 ml	keine	Abfluss
Dichlormethan (DCM)	90 - 150 ml	 	Entsorgung im halogenhaltigen organischen Abfall
gesättigte Kochsalzlösung	20 - 30 ml	keine	Elektrolyt in den wässrigen anorganischen Abfall
Natriumsulfat	5 - 10 g	keine	Entsorgung im Feststoffabfall

2) Erwartete Produkte

Chemikalie	GHS-Kennzeichnung	Entsorgung
6-Ethyl-2-Tetralon		nach Extraktion Entsorgung im halogenfreien organischen Abfall
Butan, Ethan	 	entweicht in den Abzug

Kohlenstoffdioxid		entweicht in den Abzug
-------------------	---	------------------------

Versuchsaufbau



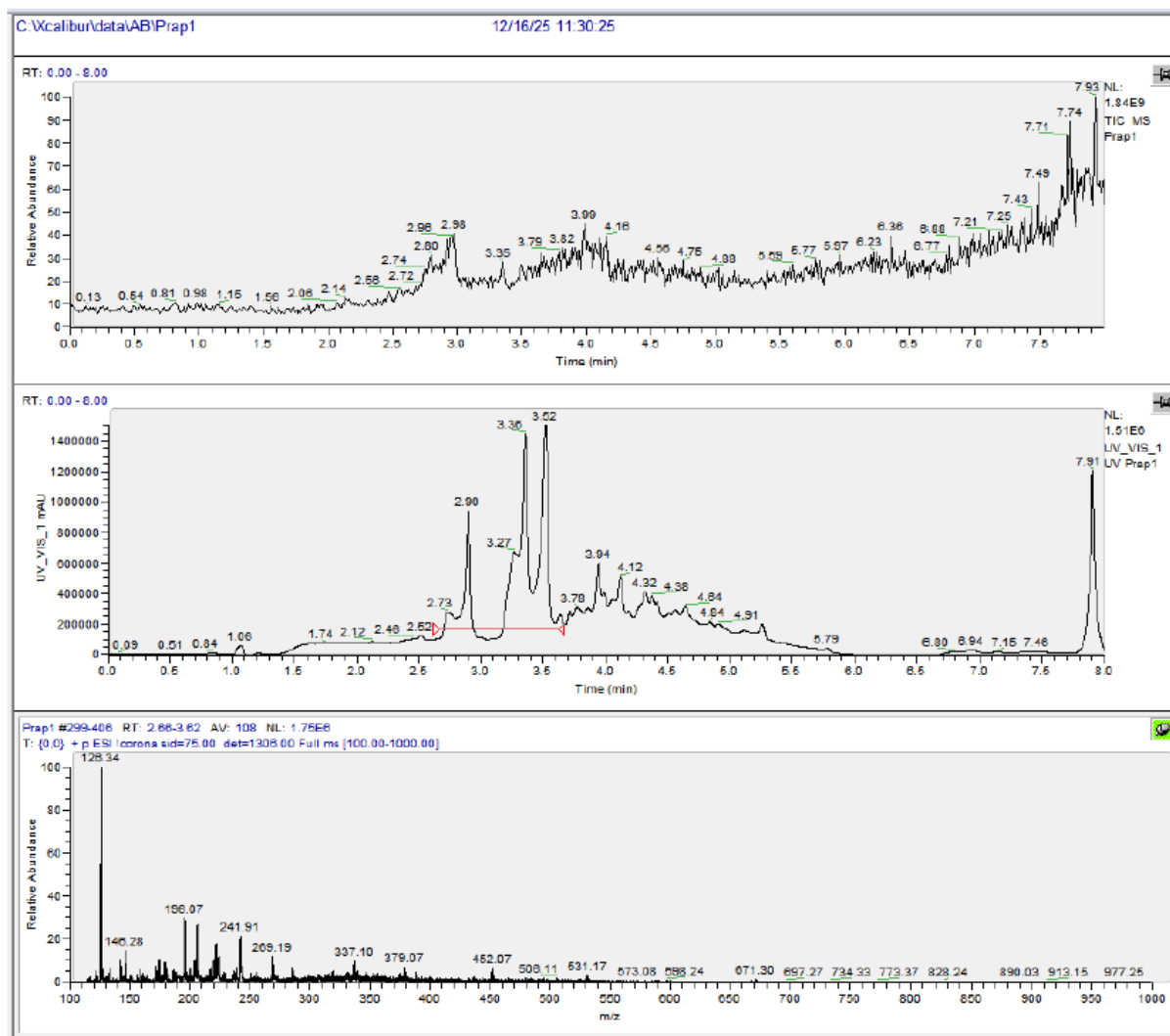
Durchführung

1. Zunächst werden 0,436 g 2-Tetralon (das entspricht 0,376 ml) und 0,28 g Kaliumpropionat mit der Feinwaage abgewogen und in das Becherglas gegeben.
2. Anschließend werden 35 ml destilliertes Wasser und 35 ml Methanol zugegeben und das Gemisch wird mit Hilfe eines Magnetrührers gerührt, bis sich alle Feststoffe gelöst haben.
3. An die Elektroden wird nun eine Spannung angelegt, sodass die Stromstärke bei 175 mA liegt (so beträgt die Stromdichte ca. 18 mA/cm^2 , da die Anode eine Fläche von $9,68 \text{ cm}^2$ hat) und die Elektrolyse wird für 70 Minuten durchgeführt.
4. Das Methanol wird mit einem Rotationsverdampfer aus dem Elektrolyt entfernt, um bei der anschließenden Extraktion eine Vermischung der Phasen zu verhindern.
5. Danach werden die unpolaren Substanzen dreimal mit 30 - 50 ml DCM extrahiert (evtl. davor Zugabe der gesättigten NaCl-Lösung zur Vermeidung einer Emulsion).
6. Zum Schluss wird die Lösung mit Natriumsulfat getrocknet und filtriert. Das DCM wird mit einem Rotationsverdampfer entfernt und abschließend das Produkt durch eine HPLC-MS analysiert.

Messdaten:

- Spannung: $U = 18 \text{ V}$ (ungefähr, Spannung variabel)

- Stromstärke: $I = 100 \text{ mA}$
- aufgenommene HPLC-MS-Spektren der Produkte:



Auswertung

Die Molekülmasse des gewünschten Produktes (174,24 g/mol) ist im Massenspektrum nicht zu finden. Stattdessen zeigt sich im Massenspektrum eine Reihe von nicht genauer identifizierten Nebenprodukten. Der Molekülpeak von 2-Tetralon bei m/z 146 hat eine sehr geringe Intensität, es ist also davon auszugehen, dass eine Nebenreaktion stattgefunden hat.

Messfehler

Zufällige Fehler:

- Verunreinigung an den Geräten (z. B. Elektroden, Bechergläser)
- ungenaues Ablesen der Spannung an der Spannungsquelle
- ungleichmäßige Durchmischung der Elektrolytlösung
- ungenau eingestellte Elektrodenabstände

Systematische Fehler:

- Genauigkeit der Anzeige der Spannungsquelle
- Fertigungstoleranz der Feinwaage
- Verdunstung von Lösungsmittel beeinflusst die Leitfähigkeit und Reaktion
- Temperatur nicht vollständig konstant

Ergebnisse und Schlussfolgerungen

Die Synthese war unter diesen Bedingungen nicht erfolgreich. Unter anderem war der Ohmsche Widerstand in der Lösung sehr hoch, wodurch eine hohe Spannung benötigt wurde, um die gewünschte Stromdichte zu erreichen. Für folgende Versuche wird eine Stromdichte von 15 mA/cm_2 gewählt, um sicherzustellen, dass die Reaktion nicht durch eine zu geringe Stromdichte gehemmt ist.