

Protokoll 20

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

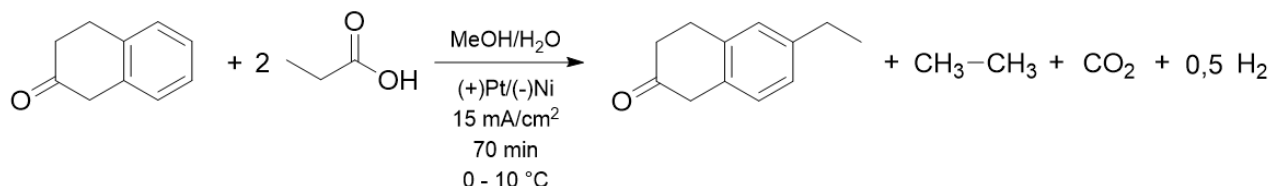
Namen: Albert-V. Meyer und Joshua Schraud

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 Magnetprüher, 2 Stative, 2 Klemmen, 2 Muffen, programmierbare Spannungsquelle, Amperemeter, 2 Krokodilklemmen, 3 Stromkabel, Platinelektrode, Nickelelektrode, Kristallisierschale



Chemikalien:

1) Edukte

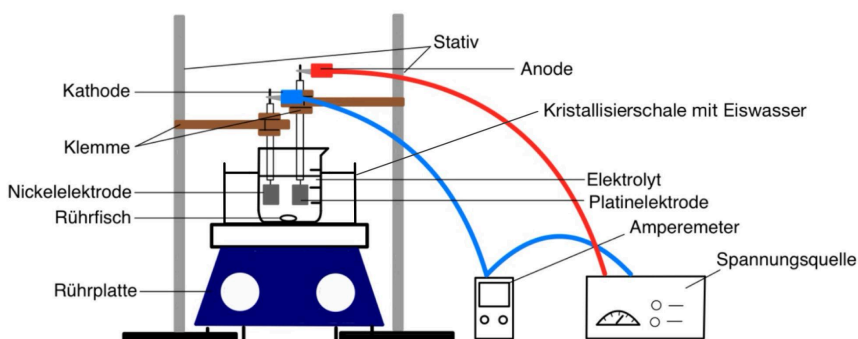
Chemikalie	Masse bzw. Volumen	GHS-Kennzeichnung	Entsorgung
2-Tetralon	0,436 g		Entsorgung im halogenfreien organischen Abfall
Kaliumpropionat	0,28 g	keine	Elektrolyt in den wässrigen anorganischen Abfall
Methanol	35 ml		Entsorgung in halogenfreien organischen Abfall
Wasser	35 ml	keine	Elektrolyt in den 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 (halogenierten) 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

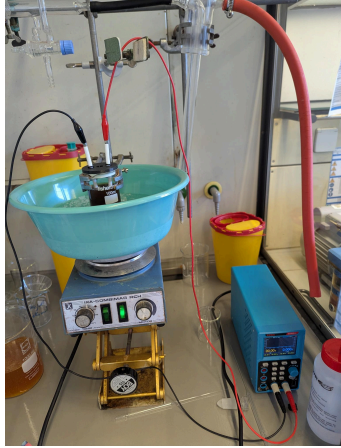


Durchführung

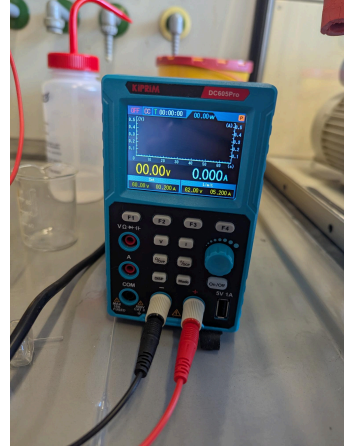
1. Zunächst werden 0,436 g 2-Tetralon (das entspricht 0,376 ml) und 0,28 g Kaliumpropionat mit der Feinwaage abgewogen und in das Becherglas gegeben.
2. Anschließend werden 35 ml destilliertes Wasser und 35 ml Methanol zugegeben und das Gemisch wird mit Hilfe eines Magnetrührers gerührt, bis sich alle Feststoffe gelöst haben.
3. Die Elektroden werden mittels Stativen, Klemmen und Muffen befestigt, sodass sie sich vollständig in der Lösung befinden. Das Becherglas mit der Elektrolytlösung wird mittels eines Eisbades gekühlt.
4. An die Elektroden wird nun eine Spannung angelegt, sodass die Stromstärke bei 97 mA liegt (so beträgt die Stromdichte 10 mA/cm^2 , da die Anode eine Fläche von $9,68 \text{ cm}^2$ hat) und die Elektrolyse wird für 70 Minuten durchgeführt.
5. Das Methanol wird mit einem Rotationsverdampfer aus dem Elektrolyt entfernt, um bei der anschließenden Extraktion eine Vermischung der Phasen zu verhindern.
6. Danach werden die unpolaren Substanzen dreimal mit 30 - 50 ml DCM extrahiert (evtl. davor Zugabe der gesättigten NaCl-Lösung zur Vermeidung einer Emulsion).
7. 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
(Hochleistungsflüssigkeitschromatographie-Massenspektrometrie) analysiert.

Aufbau der Elektrolyse:



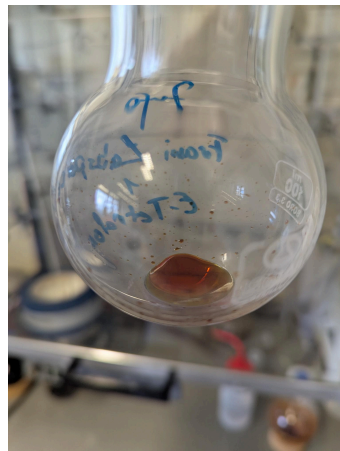
Verwendete Stromquelle:



Extraktion des Produktes:



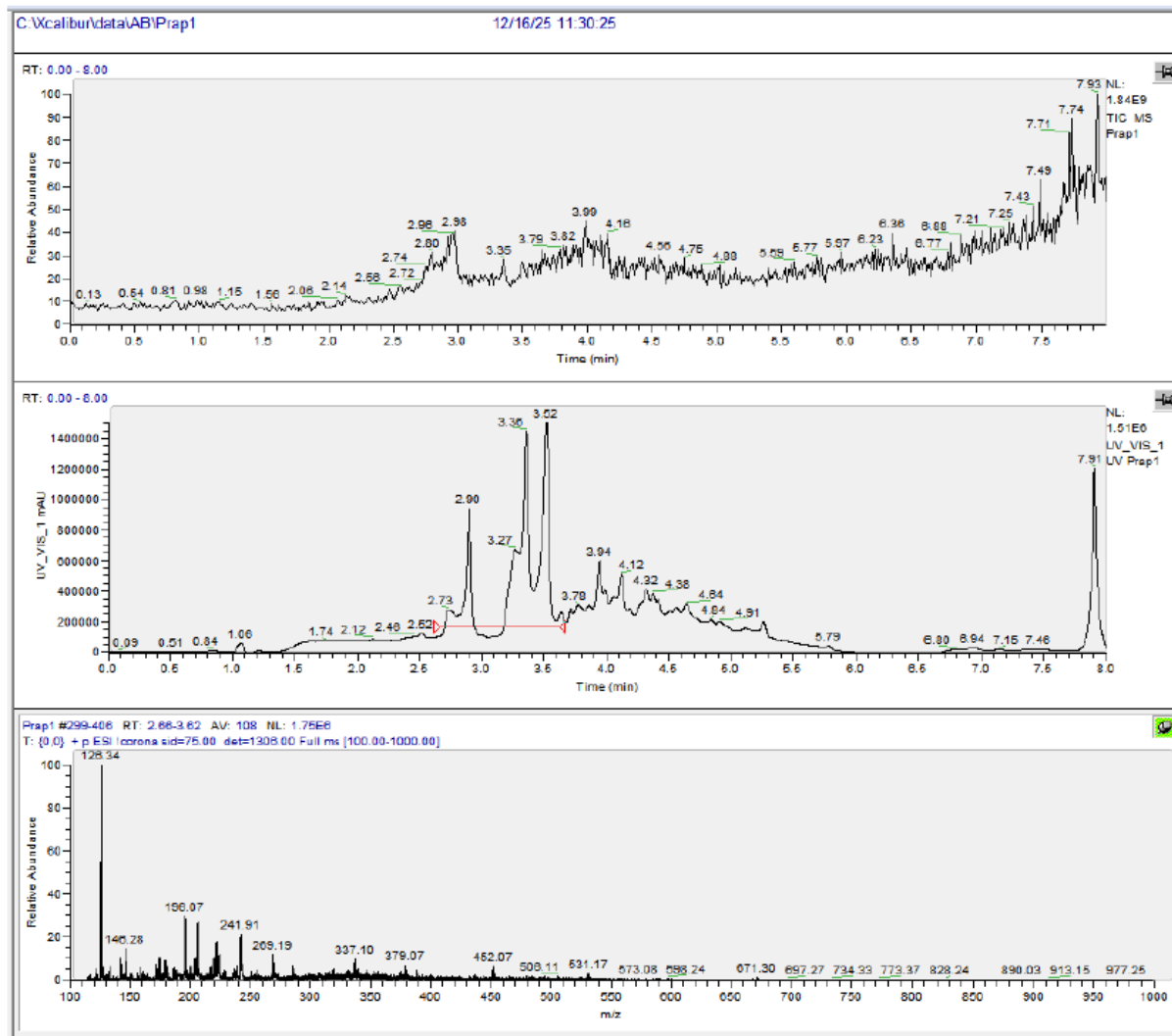
Extrahiertes Produkt:



nau

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 zeigen 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/cm₂ gewählt, um sicherzustellen, dass die Reaktion nicht durch eine zu geringe Stromdichte gehemmt ist.