

Protokoll 22

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

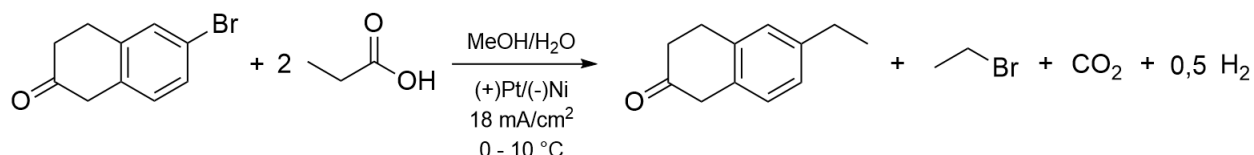
Namen: Albert-V. Meyer und Joshua Schraud

Datum: 19.01.2026

Institution: Technische Universität München

Hypothese

Es soll dabei eine Substitution des Bromatoms durch das Ethylradikal erreicht werden. Ähnliche Reaktionen wurden bereits von Baran et al. gezeigt (allerdings wurde das Radikal nicht elektrochemisch generiert). Ein Vorteil dieser Reaktion gegenüber dem Ansatz mit 2-Tetralon ist die Regioselektivität, da diese Reaktion nur am Brom-substituierten C-Atom ablaufen kann.









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

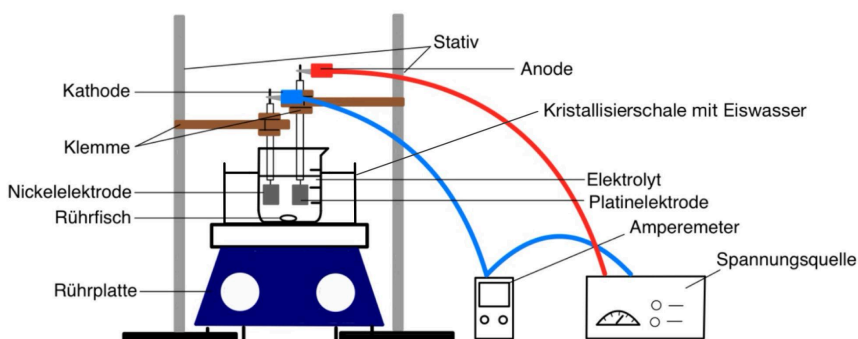
Chemikalie	Masse bzw. Volumen	GHS-Kennzeichnung	Entsorgung
6-Brom-2-Tetralon	0,317 g		Entsorgung im halogenhaltigen organischen Abfall
Kaliumpropionat	0,7 g	keine	Elektrolyt in den wässrigen anorganischen Abfall
Methanol	50 ml	  	Entsorgung in halogenfreien organischen Abfall
Eiswasser	1000 ml	keine	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
Bromethan	  	entweicht in den Abzug

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

Versuchsaufbau



Durchführung

1. Zunächst werden 0,317 g 6-Brom-2-Tetralon und 0,7 g Kaliumpropionat mit der Feinwaage abgewogen und jeweils in etwas Methanol gelöst.
2. Anschließend werden beide Substanzen in ein Becherglas gegeben. Die restliche Menge (von 35 ml) Methanol und 35 ml destilliertes Wasser werden dazugegeben. 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 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.
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

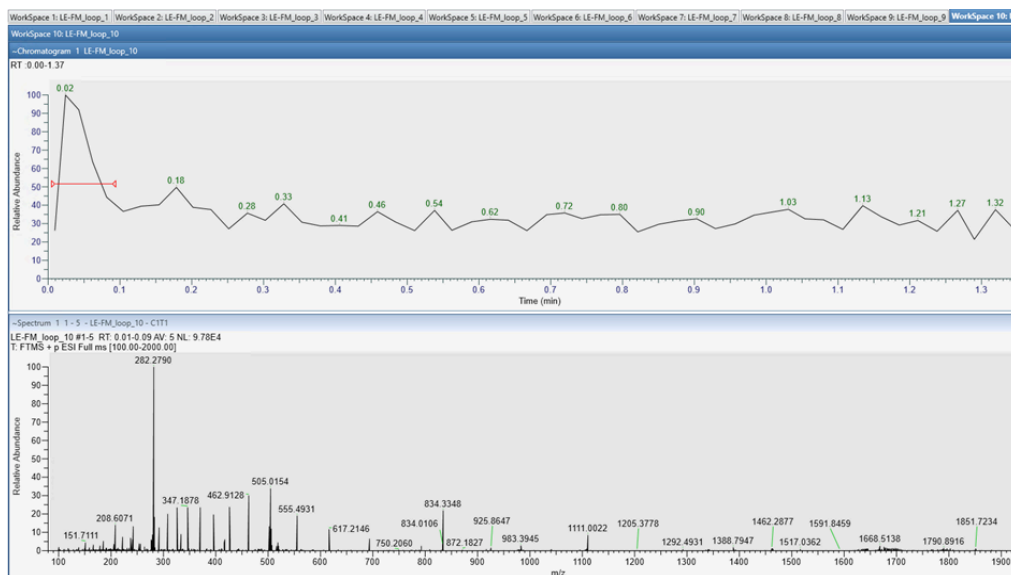
wird mit einem Rotationsverdampfer entfernt und abschließend das Produkt durch eine HPLC-MS analysiert.

Messdaten:

- Spannung: $U = 10\text{ V}$ (ungefähr, Spannung variabel)
- Stromstärke: $I = 175\text{ mA}$
- aufgenommene HPLC-MS-Spektren der Edukte:



- aufgenommene HPLC-MS-Spektren der Edukte:



Auswertung

Auch in dieser Synthese ist die Molekülmasse des gewünschten Produkts (174,24 g/mol) nicht eindeutig im Massenspektrum zu erkennen. Es zeigt sich wieder eine Vielzahl nicht genauer identifizierter Nebenprodukte. Bemerkenswert ist außerdem, dass die Zusammensetzung der Blindprobe ebenfalls ein sehr komplexes Gemisch aus Nebenprodukten zu sein scheint. Unerwünschte Reaktionen finden also auch ohne Elektrolyse statt.

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 den gewählten Bedingungen nicht erfolgreich. Für eine erfolgreiche Umsetzung müssen zunächst die Nebenreaktionen unterbunden werden, um die Zielreaktion zu ermöglichen. Der Einsatz einer Schutzgruppe liegt nahe. Außerdem wird künftig ein Versuch mit einem Nickelkomplex durchgeführt, der - laut einigen Quellen in der Literatur - Reaktionen, wie die hier gewünschte, katalysiert.