

Protokoll 20

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

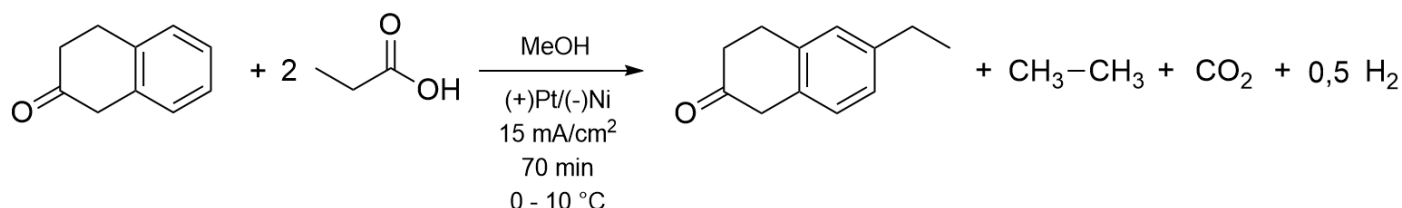
Namen: Albert-V. Meyer und Joshua Schraud

Datum: 15.12.2025

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:

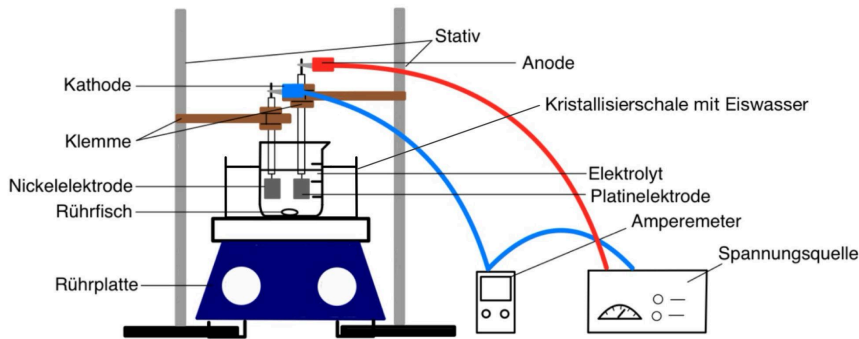
1) Edukte

Chemikalie	Masse bzw. Volumen	GHS-Kennzeichnung	Entsorgung
2-Tetralon	0,436 g		Entsorgung im halogenfreien organischen Abfall
Kaliumpropionat	1,4 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
Kohlenstoffdioxid		entweicht in den Abzug

Versuchsaufbau



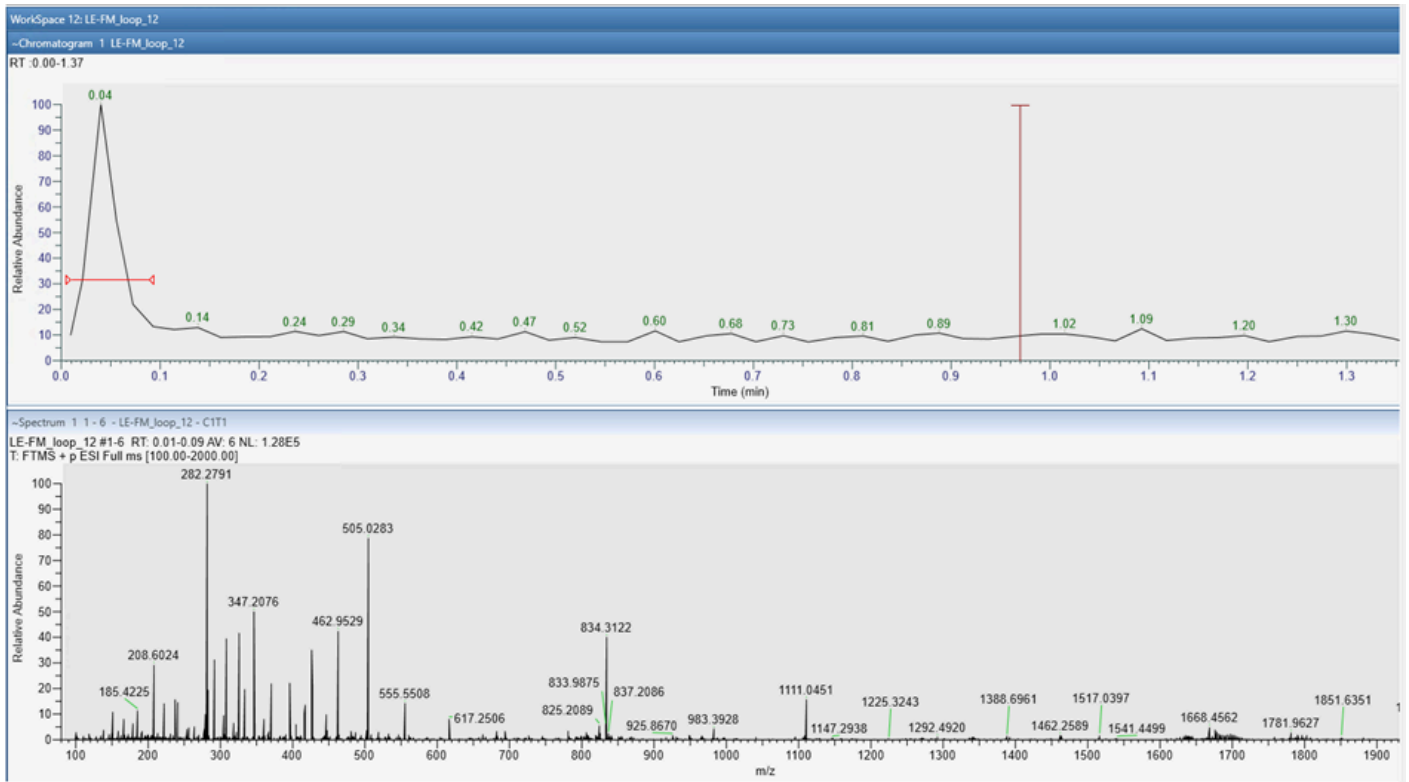
Durchführung

1. Zunächst werden 0,436 g 2-Tetralon (das entspricht 0,376 ml) und 1,4 g Kaliumpropionat (das entspricht einem 5-fachen Überschuss) mit der Feinwaage abgewogen, in jeweils 25 ml gelöst und beide Lösungen in ein Becherglas gegeben.
2. 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.
3. An die Elektroden wird nun eine Spannung angelegt, sodass die Stromstärke bei 145 mA liegt (so beträgt die Stromdichte etwa 15 mA/cm^2 , da die Anode eine Fläche von $9,68 \text{ cm}^2$ hat) und die Elektrolyse wird für 70 Minuten durchgeführt. Die Spannung sollte zwischen unter 10 Volt liegen, falls damit nicht die gewünschte Stromstärke erreicht werden kann, sollte der Elektrodenabstand verringert oder elektrochemisch inertes Leitsalz hinzugegeben werden (wie Tetrabutylammoniumtetrafluorborat).
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. Ebenso wird eine Blindprobe analysiert, bei dem das Reaktionsgemisch keiner Elektrolyse unterzogen wurde.

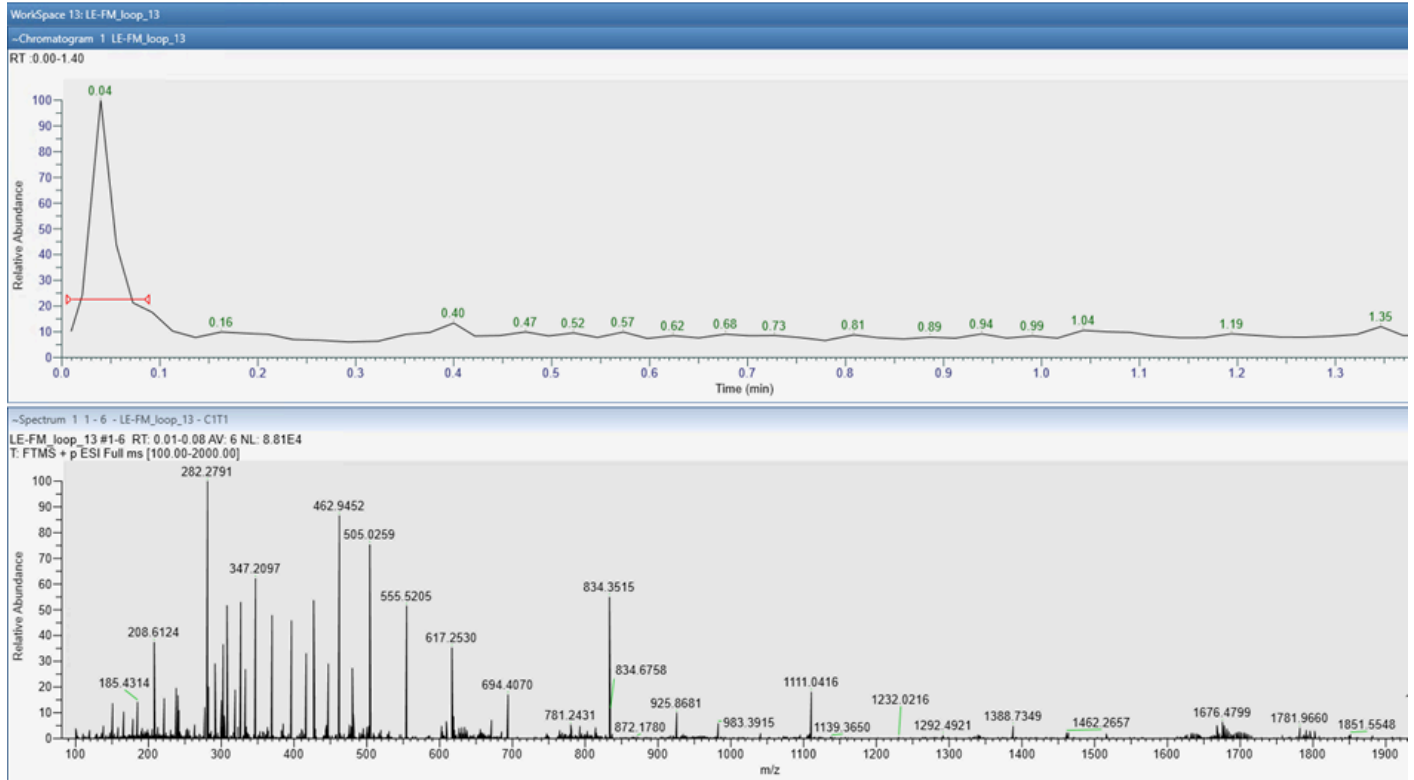
Messdaten:

- Spannung: $U = 8,5 \text{ V}$ (ungefähr, Spannung variabel)
- Stromstärke: $I = 145 \text{ mA}$

- aufgenommene HPLC-MS-Spektren der Edukte:



- aufgenommene HPLC-MS-Spektren der Produkte:



Auswertung

Die Molekülmasse des gewünschten Produkts (174,24 g/mol) ist im Massenspektrum nicht eindeutig zu erkennen. Stattdessen zeigt das Massenspektrum eine Vielzahl nicht genauer identifizierter Nebenprodukte. Es haben also wahrscheinlich mehrere Nebenreaktionen stattgefunden (z. B. Aldolkondensationen), die zu Produkten mit deutlich höheren Massen als denen der Ausgangsstoffe führten. Bemerkenswert ist außerdem, dass die Zusammensetzung der Blindprobe sehr ähnlich ist; die unerwünschte Reaktion findet 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 nun ein alternativer Ansatz zur Herstellung des gewünschten Produkts verfolgt, bei dem 6-Brom-2-Tetralon als Ausgangsstoff verwendet wird.