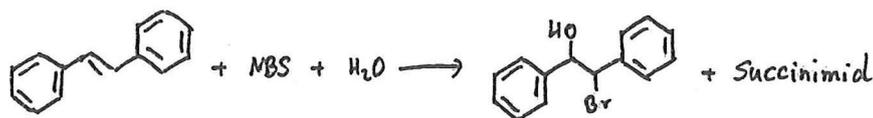


2.1.5. 2-Brom-1,2-diphenylethanol

2-Brom-1,2-diphenylethanol ist eine Stufe eines Vierstufenpräparates:

1,2-Diphenylethanol (8.2.4.) → *trans*-Stilben (3.6.) → 2-Brom-1,2-diphenylethanol → Stilbenoxid (4.2.5.)

Reaktion:



Ansatz: 3,0 g *trans*-Stilben;
 5,9 g N-Bromsuccinimid;
 45 mL Dimethylsulfoxid;
 225 mL Diethylether
 Natriumchlorid, Natriumsulfat, Petrolether

Vorschrift: *trans*-Stilben wird in 1,5 mL Wasser und 45 mL Dimethylsulfoxid gelöst. Sollte es sich nicht lösen, wird auf dem Wasserbad leicht erwärmt oder weiteres Dimethylsulfoxid zugegeben. Zu der klaren, farblosen Lösung wird dann unter kräftigem Rühren das N-Bromsuccinimid in kleinen Portionen innerhalb von 30 min gegeben. Anschließend wird weitere 30 min leicht gerührt und danach die hell-orange Lösung in ein 400 mL Becherglas mit 150 mL eiskaltem Wasser gegossen. Die milchig weiße Lösung wird nach Zugabe von 60 mL Wasser dreimal mit jeweils 75 mL Diethylether extrahiert. Danach werden die vereinigten organischen Extrakte zweimal mit jeweils 50 mL Wasser und 50 mL gesättigter Natriumchloridlösung (jeweils kräftig und mehrfach Schütteln) gewaschen. Nach Trocknung über Natriumsulfat wird der Diethylether abgetrennt und das erhaltene Rohprodukt (etwa 3 g) aus Petrolether (60 -120 mL) umkristallisiert. Unlösliche Bestandteile müssen vor dem Auskristallisieren abgetrennt werden.

Literatur: nach J. A. Ciaccio, *J.Chem.Educ.* **1995**, 72, 1037-1038

Produkt: 2-Brom-1,2-diphenylethanol: Schmp.: 82 °C (Rohprodukt: 80 °C)

Mechanismus: elektrophile Addition an nichtaktivierte C-C-Mehrfachbindungen (Halogenhydrinsynthese)

Bemerkungen: Beim Reaktionsmechanismus ist besonders die Stereochemie der Reaktion zu diskutieren. Die Reinigungsoperation kann dünnschichtchromatographisch verfolgt werden: Silicagelfolie; Laufmittel: Petrolether: Essigsäureethylester (20:1); Detektion: UV-Licht oder Jodkammer; R_f -Werte: *trans*-Stilben = 0,8; R_f 2-Brom-1,2-diphenylethanol = 0,2. Zu untersuchen sind: Etherextrakt, umkristallisiertes Produkt, Mutterlaugen. Das

Gefährdung: *trans*-Stilben und N-Bromsuccinimid sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

2-Brom-1,2-diphenylethanol

Entsorgung: Reaktions- und Kristallisationslaugen des Diethylethers in Sammelbehälter für halogenhaltige, organische Lösungsmittel.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 1,0 h; Reaktionsdauer: 1,5 h; Aufarbeitung: 2,5 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	R-Sätze	S-Sätze
2-Brom-1,2-diphenylethanol		82				
N-Bromsuccinimid	177,99	179		Xn	22-36/37/38	26-36
<i>trans</i> -Stilben	180,25	122-124	306-307	Xn	22-37/38	
Diethylether	74,12	-116	34	F+, Xn	12-19-22-66	9-16-29-33
Natriumchlorid	58,45	801	1461			
Natriumsulfat	142,04	888				
Petrolether	>-80	50 - 70		F, Xn, N	11-38-48/20-51/53-62-65-67	9-16-33-36/37-61-62
Dimethylsulfoxid	78,13	18	189	Xi	36/38	26

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
2-Brom-1,2-diphenylethanol							
Dimethylsulfoxid	DTL	BK	WK	WA	L	WKA	SchPW FeuerlöscherK, P, W
N-Bromsuccinimid	KD	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
<i>trans</i> -Stilben	ADL	BK	WK	W	L	WE	CSchP
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Natriumchlorid	AD	BK	W	W	L	A	
Petrolether	ADL	BHK	WK	WA	LA	A	PSch
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		