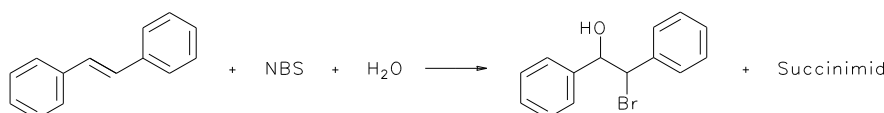


2.1.5. 2-Brom-1,2-diphenylethanol

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

1. Stufe: 1,2-Diphenylethanol (8.2.4.); 2. Stufe: *trans*-Stilben (3.6.);
3. Stufe: 2-Brom-1,2-diphenylethanol; 4. Stufe: 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 im Wasserbad etwas erwärmt oder weiter Dimethylsulfoxid zugegeben. Danach wird bei Raumtemperatur zur klaren, farblosen Lösung unter kräftigem Rühren in kleinen Portionen das N-Bromsuccinimid innerhalb von ca. 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.

Bemerkungen:

- (1) Beim Reaktionsmechanismus ist besonders die Stereochemie der Reaktion zu diskutieren.
- (2) 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.

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

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

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

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.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen, Abzug schließen

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

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
2-Brom-1,2-diphenylethanol		82				
N-Bromsuccinimid	177,98	180-183		C, Xn	H302, H314	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
<i>trans</i> -Stilben	180,24	122-124	306-307	Xn, N	H302, H319, H411	P264, P273, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P330, P337+P313, P391, P501
Diethylether	74,12	-116	34	F+, Xn	EUH019, EUH066, H224, H302, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P303+P361+P353, P330, P370+P378, P403+P235, P501
Natriumchlorid	58,44	802	1413			
Natriumsulfat	142,04	884				
Petrolether	>-80	50 - 70		F, Xn, N	H225, H304, H315, H336, H361f, H373, H411	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P273, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P370+P378, P391, P403+P235, P405, P501
Dimethylsulfoxid	78,13	18	189			

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		

Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atemschutzmaske mit Filter	T	Trockenlöscher verwenden
D	Behälter dicht verschlossen halten	B	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	H	Schutzhandschuhe	C	CO ₂ -Löscher verwenden
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen
T	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			P	Pulverlöscher

Anweisungen zur Ersten Hilfe							
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt		bei Inhalation		bei Verschlucken	
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischluf zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	A	Arzt aufsuchen
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschlammung trinken