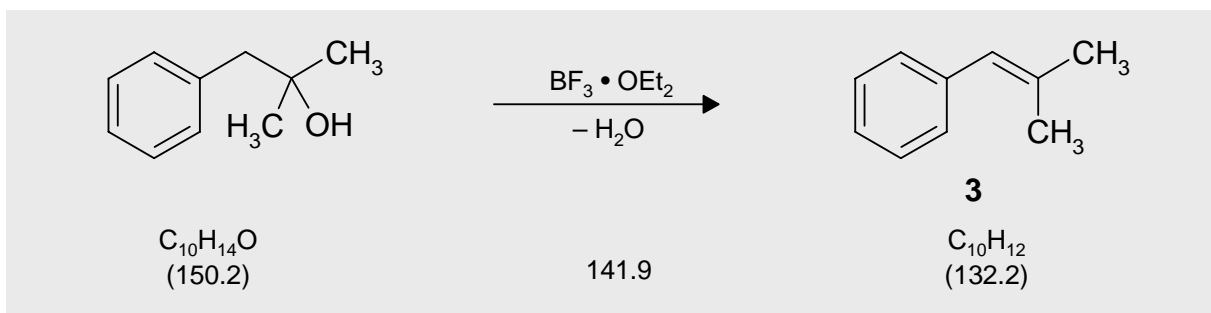


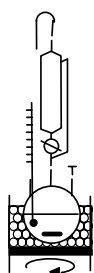
### 2.1.3 Dehydratisierung von 2-Methyl-1-phenyl-2-propanol mit Bortrifluorid-diethyletherat zu 2-Methyl-1-phenyl-1-propen (3)



**Arbeitsmethoden:** Destillation

#### Chemikalien

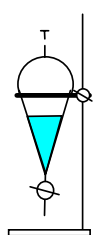
2-Methyl-1-phenyl-2-propanol	Sdp. 104–105 °C /13 hPa, $d = 0.98$ g/ml.
Bortrifluorid-diethyletherat	Sdp. 125–135 °C, $d = 1.13$ g/ml. <b>Giftig</b> beim Einatmen, verursacht <b>Verätzungen</b> . Reagiert heftig mit Wasser unter Entwicklung von hochentzündlichem Diethylether.
Cyclohexan	Sdp. 80 °C, $d = 0.78$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 104 hPa.



#### Durchführung

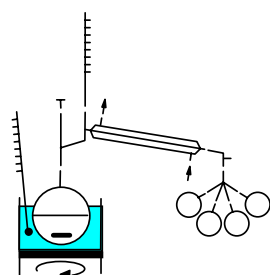
Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem trockenen 250-ml-Dreihalskolben mit Tropftrichter mit aufgesetztem Trockenrohr und Innenthermometer werden unter Rühren 75.0 mmol (11.3 g, 11.5 ml) 2-Methyl-1-phenyl-2-propanol in 100 ml trockenem Cyclohexan vorgelegt und im Eisbad auf 0 °C gekühlt. Bei dieser Temperatur lässt man 100 mmol (14.2 g, 12.6 ml) Bortrifluorid-diethyletherat innerhalb von 30 min zutropfen. Nach beendeter Zugabe lässt man auf Raumtemperatur kommen und rührt noch 1 h weiter.



#### Isolierung und Reinigung

Die Lösung wird in einen Scheidetrichter überführt und durch kräftiges Schütteln mit 20 ml gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung neutralisiert (häufiges Belüften des Scheidetrichters!). Die organische Phase wird von der wässrigen getrennt und die wässrige Phase noch zweimal mit je 30 ml Cyclohexan ausgeschüttelt. Die wässrige Phase wird verworfen ( $\rightarrow \text{E}_1$ ), die vereinigten organischen Phasen werden über Magnesiumsulfat getrocknet. Nach dem Abfiltrieren vom Trockenmittel ( $\rightarrow \text{E}_2$ ) wird das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert ( $\rightarrow \text{R}_1$ ). Der Rückstand wird in einer kleinen Destillationsapparatur mit Spinne und tarierten Vorlagekölbchen bei vermindertem Druck fraktionierend destilliert. Man führe ein Destillationsprotokoll und bestimme Menge und Brechungsindices der erhaltenen Fraktionen, die bei gleichem Brechungsindex vereinigt werden ( $\rightarrow \text{E}_3$ ). Ausbeute an **3**: 70–75%, Sdp. 99 °C/57 hPa,  $n_D^{20} = 1.533$ .

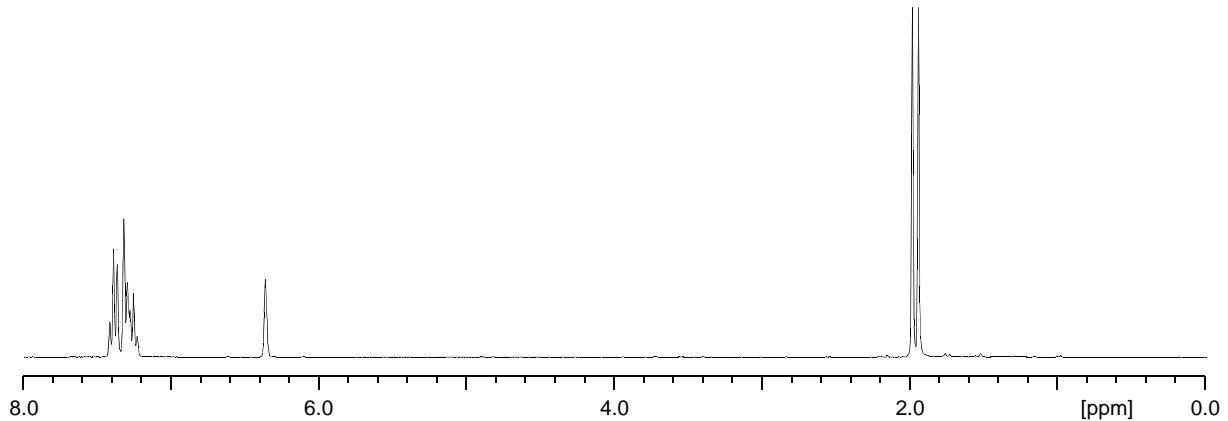


### Hinweise zur Entsorgung (E), Recycling (R) der Lösungsmittel

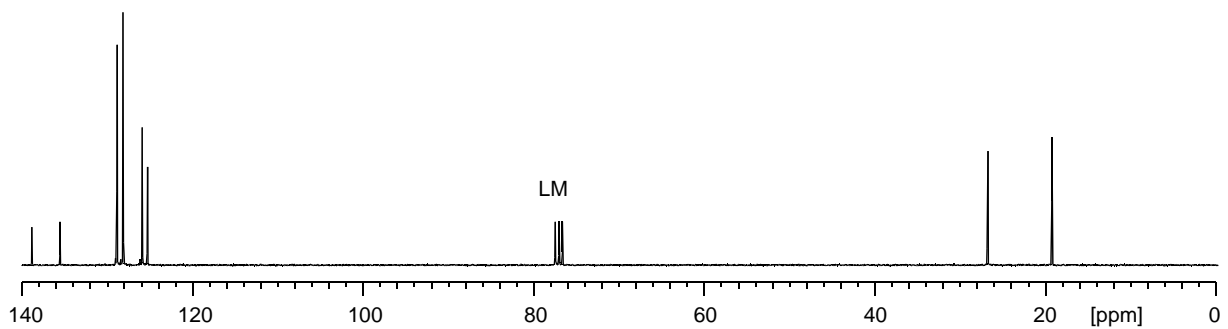
- E<sub>1</sub>:** Wässrige, halogenhaltige Lösung von Natriumhydrogencarbonat mit Borverbindungen und organischen Verunreinigungen → **Entsorgung** (H<sub>2</sub>O mit RHal/Halogenid).  
**E<sub>2</sub>:** Kontaminiertes Trockenmittel → **Entsorgung** (Anorg. Feststoffe).  
**E<sub>3</sub>:** Destillationsrückstand und verunreinigte Fraktionen in wenig Aceton lösen → **Entsorgung** (RH).  
**R<sub>1</sub>:** Abdestilliertes Lösungsmittel → **Recycling** (Cyclohexan).

### Auswertung des Versuchs

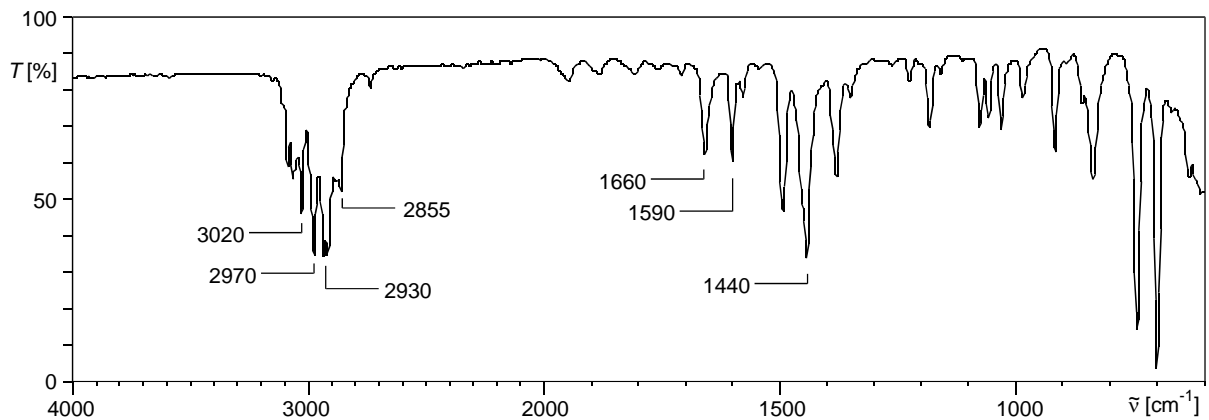
**<sup>1</sup>H-NMR-Spektrum** von **3** (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 1.95 (3 H), 1.98 (3 H), 6.37 (1 H), 7.20–7.45 (5 H).



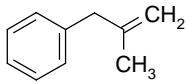
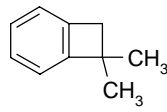
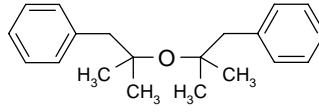
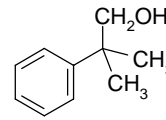
**<sup>13</sup>C-NMR-Spektrum** (75.5 MHz, CDCl<sub>3</sub>) von **3**: δ = 19.37 (CH<sub>3</sub>), 26.87 (CH<sub>3</sub>), 125.19 (CH), 125.78 (CH), 128.03 (CH), 128.75 (CH), 135.40 (C), 138.70 (C).



**IR-Spektrum** von **3** (Film):



\* Formulieren Sie den zu **3** führenden Reaktionsmechanismus.

**Weitere denkbare Reaktionsprodukte:****A****B****C****D**

- \* Mit welchen spektroskopischen Daten und einfachen Versuchen lassen sich **A–D** ausschließen?
- \* Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

**Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode**

Mit Bortrifluorid-diethyletherat können tertiäre Alkohole unter sehr milden Bedingungen und in guten Ausbeuten zu den Alkenen dehydratisiert werden, das thermodynamisch stabilere Alken wird bevorzugt gebildet. Primäre und sekundäre Alkohole (außer sekundären Allylalkoholen) werden nicht dehydratisiert.<sup>[1]</sup>

- [1] G. H. Posner, E.M. Shulman-Roskes, C.H. Oh, J.-C. Carry, J.V. Green, A.B. Clark, H. Dai, T.E.N. Anjeh, *Tetrahedron Lett.* **1991**, 32, 6489–6492.