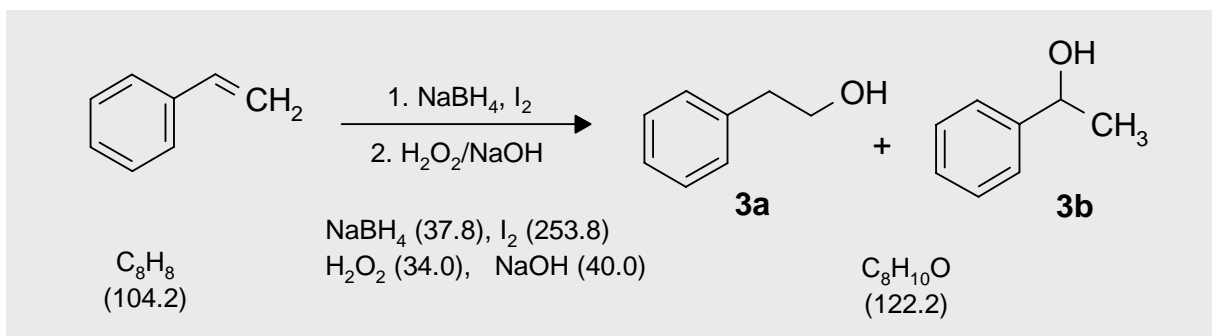


### 3.2.3 Hydroborierung/Oxidation von Styrol zu 2-Phenylethanol (3a) und 1-Phenylethanol (3b)



**Arbeitsmethoden:** Arbeiten unter Feuchtigkeitsausschluss, Destillation

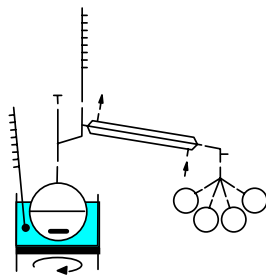
#### Chemikalien

Styrol Sdp. 145 °C,  $d = 0.91$  g/ml. Styrol muss frisch destilliert werden.

Tetrahydrofuran, *tert*-Butylmethylether, Natriumtetrahydroborat, Iod, Wasserstoffperoxid: Siehe allgemeine Arbeitsvorschrift 3.2.1.

#### Durchführung

Siehe [allgemeine Arbeitsvorschrift 3.2.1](#). Es werden 60 mmol (6.25 g, 6.9 ml) frisch destilliertes Styrol eingesetzt.



#### Isolierung und Reinigung

Siehe [allgemeine Arbeitsvorschrift 3.2.1](#). Das Rohprodukt wird in einen kleinen Kolben (25 ml) überführt und bei vermindertem Druck fraktionierend destilliert (kleine Destillationsapparatur mit Spinne und tarierten Vorlagekölbchen). Man führe ein Destillationsprotokoll und bestimme Menge und Brechungsindizes der erhaltenen Fraktionen, die bei gleichem Brechungsindex vereinigt werden ( $\rightarrow \mathbf{E}_4$ ). Ausbeute an **3a/b**: 80–86%, Sdp. 97–106 °C/20 hPa.

2-Phenylethanol (**3a**): Sdp. 98 °C/20 hPa,  $n_D^{20} = 1.5325$ ; 1-Phenylethanol (**3b**): Sdp. 105 °C/20 hPa,  $n_D^{20} = 1.5275$ .

#### Hinweise zur Entsorgung (E)

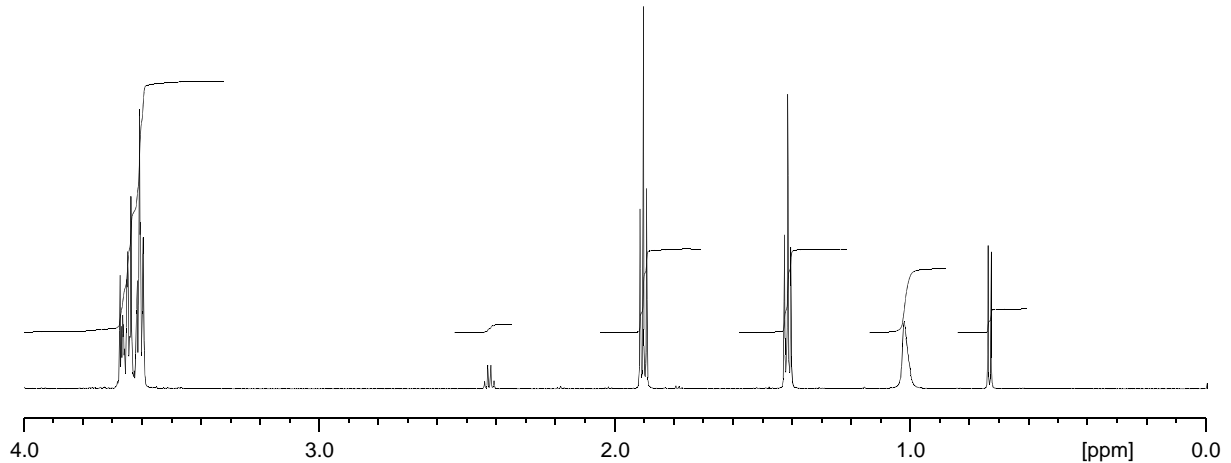
Siehe [Allgemeine Arbeitsvorschrift 3.2.1](#).

$\mathbf{E}_4$ : Destillationsrückstand und verunreinigte Fraktionen mit wenig Aceton lösen  $\rightarrow$  Entsorgung (RH).

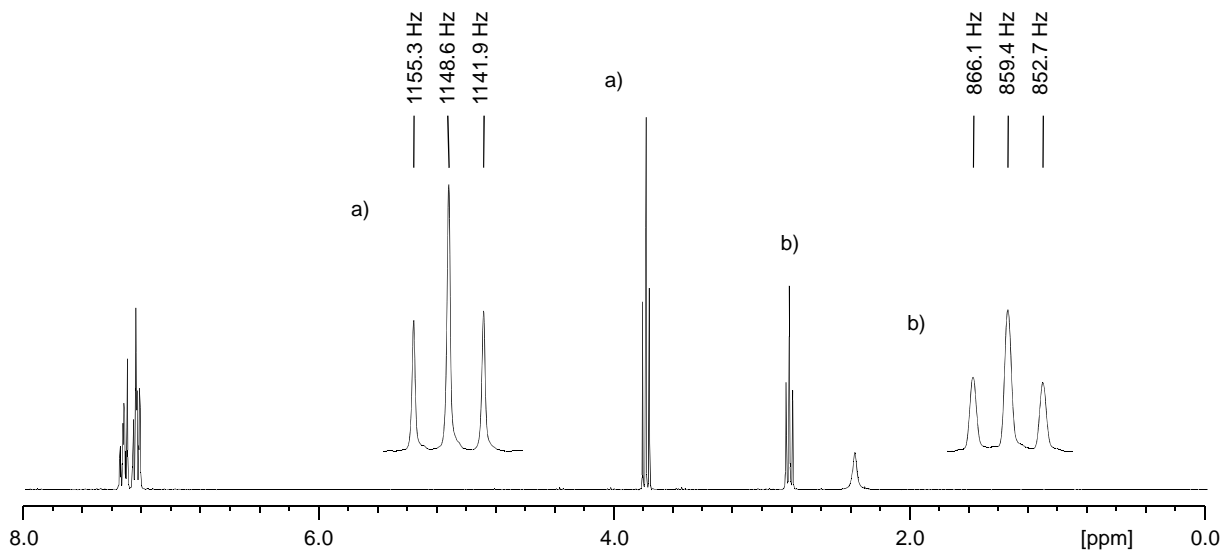
### Auswertung des Versuchs

Schätzen Sie das Verhältnis **3a**: **3b** aus dem  $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum ab. Die Anteile von **3a** und **3b** können auch gaschromatographisch bestimmt werden.

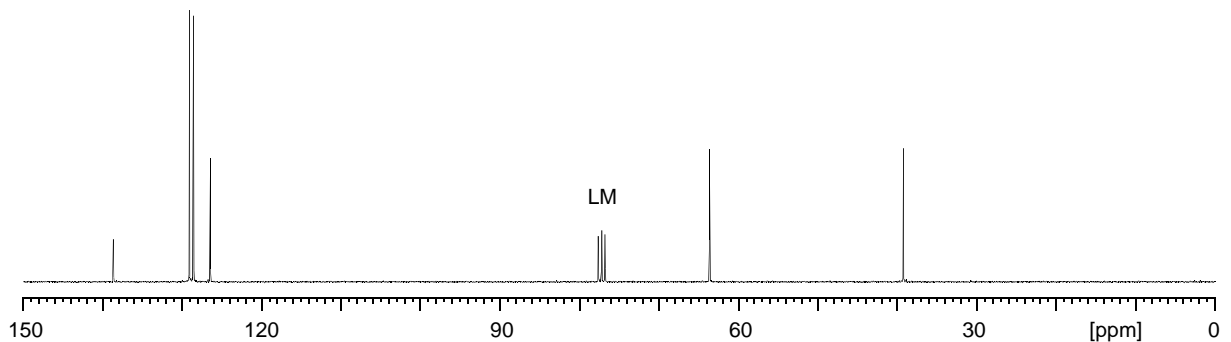
$^1\text{H-NMR}$ -Spektrum der Produktmischung **3a** und **3b** (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):

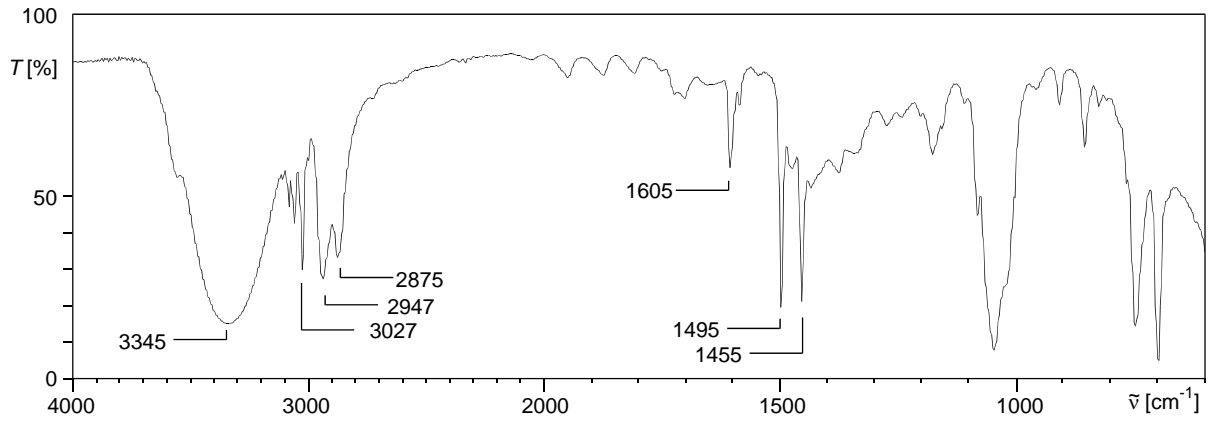
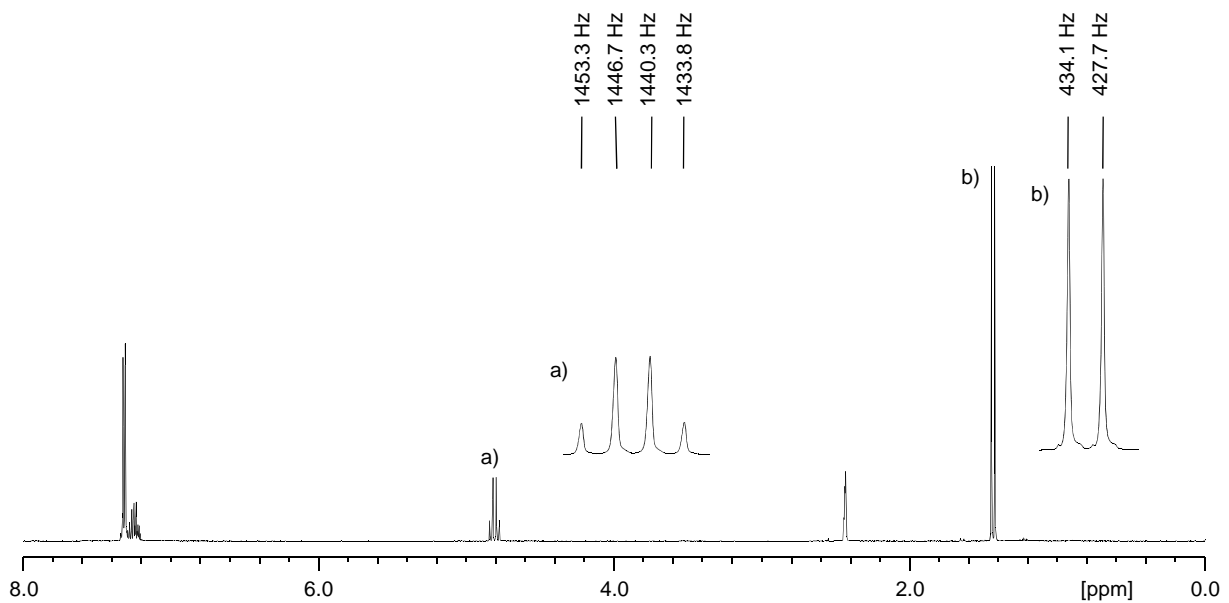
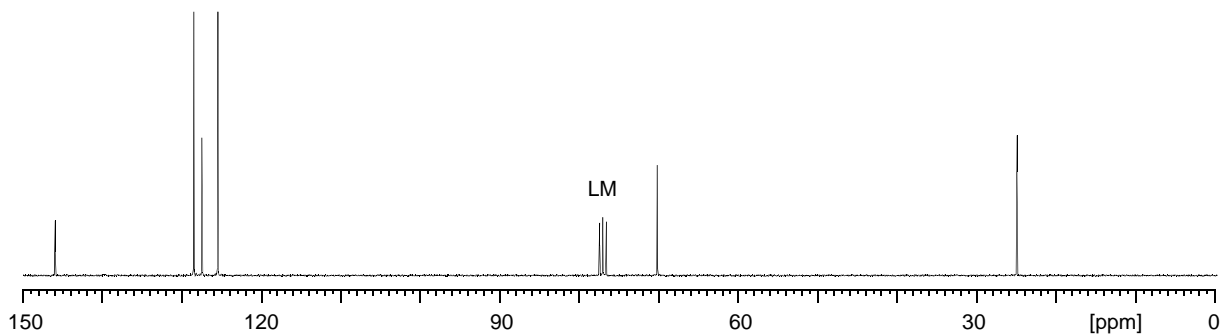


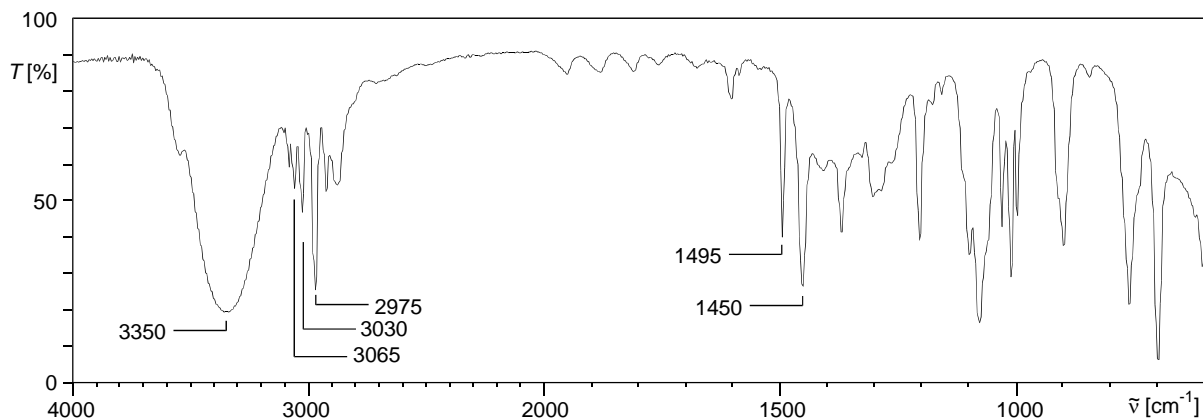
$^1\text{H-NMR}$ -Spektrum von **3a** (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 2.42$  (1 H),  $2.86$  (2 H),  $3.83$  (2 H),  $7.21$ – $7.38$  (5 H).



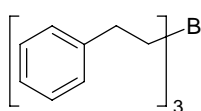
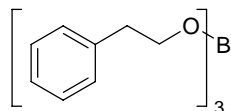
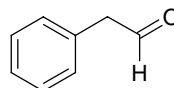
$^{13}\text{C-NMR}$  Spektrum von **3a** (75.5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta = 39.20$  ( $\text{CH}_2$ ),  $63.62$  ( $\text{CH}_2$ ),  $126.47$  (CH),  $128.59$  (CH),  $129.10$  (CH),  $138.66$  (C).



**IR-Spektrum von 3a (Film):****<sup>1</sup>H-NMR-Spektrum von 3b (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>):**  $\delta$  = 1.43 (3 H), 2.44 (1 H), 4.81 (1 H), 7.19–7.35 (5 H).**<sup>13</sup>C-NMR Spektrum von 3b (75.5 MHz, CDCl<sub>3</sub>):**  $\delta$  = 25.18 (CH<sub>3</sub>), 70.34 (CH), 125.47 (CH), 127.45 (CH), 128.50 (CH), 145.91 (C).

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

- \* Man formuliere die einzelnen Hydroborierungsschritte und diskutierte deren Regioselektivität. Ist zu erwarten, dass sich die Regioselektivität mit steigendem Umsatz ändert? Wenn ja, wie?
- \* Wie müsste ein Hydroborierungsreagens aussehen, das sich mit höherer Regioselektivität als  $B_2H_6$  addiert?
- \* Wieviel stereoisomere Phenylethylalkohole gibt es?

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

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

**Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode**

Die Wasseraddition mit Diboran als Hydroborierungsreagens liefert das *anti-Markownikoff*-Produkt 2-Phenylethanol zu ca. 80%.<sup>[1]</sup> Mit Chlorboran/Dimethylsulfid wird **3a** zu 98% erhalten,<sup>[2]</sup> mit Diisooamylboran (Disiamylboran) zu 98%,<sup>[1]</sup> mit 9-BBN zu 98.5%.<sup>[1]</sup>

[1] H.C. Brown, E.F. Knights, C.G. Scouten, *J. Am. Chem. Soc.* **1974**, *96*, 7765–7770.

[2] H.C. Brown, U.S. Racherla, *J. Org. Chem. Soc.* **1986**, *51*, 895–897.