

# Hauptprotokoll (Muster)

## für das Anorganische Fortgeschrittenenpraktikum

**Gruppennummer:** 42

**Name der Praktikanten:** Karin Musterfrau, Max Mustermann

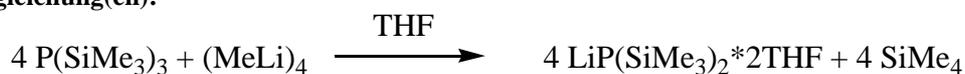
**Betreuender Assistent:** Michael Musterassi

**Datum:** 10.3.2009

**Präparat:**

Lithium-bis-(trimethylsilyl)phosphat-bis(Tetrahydrofuran)  $\text{LiP}(\text{SiMe}_3)_2 \cdot 2\text{THF}$

**Reaktionsgleichung(en):**



**Literatur:**

G. Becker, H. Schmidt, G. Uhl, W. Uhl, *Inorganic Synthesis* **1990**, 27, 243.

**Ansatzmengen:**

Substanz	MG [g/mol]	Fp/Kp [°C]	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Gefahren- symbole	R-/S- Sätze	Stoffmenge [g, (ml), mol]
n-Pentan	72.15	-130/36	0.63	F+, Xn, N	R 11 S9-16-29-33	~750ml als LM
Tetrahydrofuran THF	72.11	-108/66	0.89	Xn	R 10-23-34-50 S 9-16-26- 36/37/39-45-61	~ 500ml als LM
Methylithium (1.6-molar in Et <sub>2</sub> O)	21.97	-/-34.6 (Et <sub>2</sub> O)	0.70	F+, C	R 12-14/15-17- 34 S 6.1-7/9-26-33- 36/37/39-45	281.9ml, 0.451mol
Tris(trimethylsilyl)- phosphan	250.54	24/102	0.86	F, C	R 17-34 S 26-36/37/39- 45	113.13ml (114.89g), 0.460mol

**Hauptprotokoll akzeptiert:**

**Unterschrift Assistent / Datum**

### Versuchsdurchführung:

In einen 1l-Einhalskolben mit Hahn wurden 114.89 g Tris(trimethylsilyl)phosphan in ~500 ml THF gelöst und auf 0°C abgekühlt. Dann wurden über einen Tropftrichter innerhalb einer Stunde 282 ml Methyllithium (Maßlösung) in Et<sub>2</sub>O zugegeben.

Danach wurde die Reaktionsmischung auf 20°C erwärmt und weitere 8 Stunden gerührt. Alle flüchtigen Komponenten wurden unter reduziertem Druck (0.1 mbar) bei Raumtemperatur abdestilliert. Zu dem braunen Rückstand wurden ~700 ml n-Pentan gegeben. Während die Suspension gerührt wurde, wurden langsam ~40 ml THF zugegeben, bis sich der Feststoff vollständig gelöst hatte. Bei -30°C wuchsen farblose nadelförmige Kristalle von LiP(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·2THF. Die flüssige Phase wurde vorsichtig mit einer Teflonkanüle entfernt. Die überstehende restliche Lösung wurde im Vakuum entfernt (4 Stunden). Die Mutterlauge wurde aufgrund der bereits akzeptablen Ausbeute nicht weiter aufgearbeitet und verworfen.

**Anmerkung:** Bitte die kleinen Unterschiede zwischen geplanter und tatsächlicher Durchführung beachten. Beobachtungen (z.B. Gasentwicklung, unerwartete Farbe der Produkte oder Farbumschläge) einfügen.

### Ausbeute:

Es wurden 98.97g (0.29 mol) LiP(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·2.25THF erhalten (THF-Gehalt NMR-spektroskopisch bestimmt). Dies entspricht einer Ausbeute von 64%.

### Charakterisierung:

$\delta^1\text{H}$  (Toluol-d<sub>8</sub>, RT): 0.50 (Singulett, 18H); 1.44 (Triplett von Triplets, 4H,  $^3J_{\text{H,H}}=6.6$  und 2.5 Hz), 3.69 (Triplett, 4H,  $^3J_{\text{H,H}}=2.4$  Hz) ppm.

Durch Vergleich der Integrale von THF und LiP(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub> wurde ein THF-Gehalt von ca. 2.25 Formeleinheiten bestimmt.

$\delta^{31}\text{P}$  (Toluol-d<sub>8</sub>, RT): -297.0 (Singulett), -236.4 (Dublett, vermutlich Nebenprodukt HP(SiMe<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,  $^1J_{\text{H,P}}=188.2$  Hz) ppm.

$\delta^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$  (Toluol-d<sub>8</sub>, RT): -296.9 (Singulett) ppm.

**Anmerkung:** Analog für alle durchgeführten Charakterisierungsmethoden verfahren. Bei Schwingungsspektroskopie Bandenlage und relative Intensität jeder Bande angeben. Charakteristische Banden zuordnen (z.B. C=O-Banden). Zur Verfügung stehen: NMR in Lösung (fast alle Kerne), DSC, FT-Raman (fest oder flüssig), FT-IR (gas, flüssig oder fest als KBr-Pressling, Verreibung zwischen CsI-Platten, ZnSe-ATR oder Diamant-ATR), Schmelzpunktbestimmung (digital oder manuell).

Bitte alle gemessenen Spektren ans Protokoll anheften.