

Betriebsanweisung / Versuchsvorprotokoll (Muster)

für das Anorganische Fortgeschrittenenpraktikum

Gruppennummer: 42

Name der Praktikanten: Karin Musterfrau, Max Mustermann

Betreuender Assistent: Michael Musterassi

Datum: 27.2.2009

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 ³]	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 ₂ O)	21.97	--/34.6 (Et ₂ 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

Präparat zur Synthese mit den berechneten Stoffmengen freigegeben:

Anmerkung: Ohne Unterschrift des Assistenten wird die Synthese auf keinen Fall begonnen !

Der Assistent darf aus Haftungsgründen kein sicherheitstechnisch bedenkliches Protokoll abzeichnen. Die abgezeichneten Protokolle müssen zur Abschlussprüfung mitgebracht werden.

Unterschrift Assistent / Datum

Wortlaut der genannten R- und S-Sätze:

n-Pentan:

R11 Leichtentzündlich
S9 Behälter an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren.
S16 Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen.
S29 Nicht in die Kanalisation gelangen lassen.
S33 Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen.

THF:

R10 Entzündlich.
R23 Giftig beim Einatmen.
R34 Verursacht Verätzungen.
R50 Sehr giftig für Wasserorganismen.
S9 Behälter an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren.
S16 Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen.
S26 Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren.
S36/37/39 Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung, Schutzhandschuhe und Schutzbrille / Gesichtsschutz tragen.
S45 Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen (wenn möglich, dieses Etikett vorzeigen).
S61 Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Besondere Anweisungen einholen / Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen.

Methylithium:

R12 Hochentzündlich.
R14/15 Reagiert heftig mit Wasser unter Bildung hochentzündlicher Gase.
R17 Selbstentzündlich an der Luft.
R34 Verursacht Verätzungen.
S6.1 Unter Stickstoff aufbewahren.
S7/9 Behälter dicht geschlossen an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren.
S26 Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren.
S33 Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen.
S36/37/39 Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung, Schutzhandschuhe und Schutzbrille / Gesichtsschutz tragen.
S45 Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen (wenn möglich, dieses Etikett vorzeigen).

Tris(trimethylsilyl)-phosphan:

R17 Selbstentzündlich an der Luft.
R34 Verursacht Verätzungen.
S26 Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren.
S36/37/39 Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung, Schutzhandschuhe und Schutzbrille / Gesichtsschutz tragen.
S45 Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen (wenn möglich, dieses Etikett vorzeigen).

Beschreibung der eingesetzten Stoffe/Verhalten im Gefahrenfall, Entsorgung:

n-Pentan:

Farblose Flüssigkeit mit benzinartigem Geruch (Schmelzpunkt -130°C /Siedepunkt 36°C). Die Explosionsgrenzen liegen zwischen 1,4-8 Vol%, die Dichte beträgt $0,63\text{g/cm}^3$.

Mögliche Gefahren: Hochentzündlich. Giftig für Wasserorganismen-sollte nicht ins Abwasser gelangen. Verschlucken kann zu Lungenschäden führen. Einatmen der Dämpfe kann Benommenheit verursachen. Kontakt kann zu rissiger Haut führen.

Erste-Hilfe-Maßnahmen: Nach Einatmen Frischluft zuführen (ggf. Beatmung). Nach Hautkontakt mit reichlich Wasser abwaschen, kontaminierte Kleidung entfernen. Nach Augenkontakt mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen-Arzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: Vorsicht bei Erbrechen-Aspirationsgefahr. Arzt hinzuziehen.

Maßnahmen zur Brandbekämpfung: Geeignete Löschmittel sind Pulver, Schaum, Feuerlöscher Klasse K, P. Dämpfe sind schwerer als Luft, Bildung explosionsfähiger Luftgemische möglich. Von Zündquellen fernhalten. Aufenthalt im Gefahrenbereich nur mit unabhängigem Atemschutzgerät. Elektrostatische Aufladung vermeiden. Behälter aus sicherer Entfernung mit Sprühwasser kühlen. Löschwasser möglichst nicht in Kanalisation oder Grundwasser gelangen lassen.

Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung: Kontakt vermeiden, Dämpfe nicht einatmen. Für Frischluftzufuhr sorgen. Nicht in Kanalisation gelangen lassen. Mit Binder aufnehmen und entsorgen, z.B. Chemisorb.

Stabilität und Reaktivität: In gasförmigem Zustand explosionsfähig. Überhitzung vermeiden.

Entsorgung: Halogenfreie organische Lösemittelabfälle.

THF:

Farblose Flüssigkeit mit etherartigem Geruch (Schmelzpunkt -108°C /Siedepunkt 66°C). Die Explosionsgrenzen liegen zwischen 1.5-12.4 Vol%, die Dichte beträgt 0.89g/cm^3 . THF ist mit Wasser und organischen Lösungsmitteln mischbar. Die Zündtemperatur beträgt 215°C , an Luft bildet die Verbindung explosive Peroxide.

Mögliche Gefahren: Leichtentzündlich. Kann explosionsfähige Peroxide bilden. Reizt die Haut und Atmungsorgane.

Erste-Hilfe-Maßnahmen: Nach Einatmen Frischluft zuführen (ggf. Beatmung). Nach Hautkontakt mit reichlich Wasser abwaschen, kontaminierte Kleidung entfernen. Nach Augenkontakt mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen-Arzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: Viel Wasser trinken, Erbrechen auslösen-Arzt hinzuziehen.

Maßnahmen zur Brandbekämpfung: Geeignete Löschmittel sind Pulver, Schaum, Wasser, Feuerlöscher Klasse K, P. Dämpfe sind schwerer als Luft, Bildung explosionsfähiger Luftgemische möglich. Von Zündquellen fernhalten. Aufenthalt im Gefahrenbereich nur mit unabhängigem Atemschutzgerät und geeigneter Chemieschutzkleidung. Elektrostatische Aufladung vermeiden. Behälter aus sicherer Entfernung mit Sprühwasser kühlen. Löschwasser möglichst nicht in Kanalisation oder Grundwasser gelangen lassen.

Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung: Kontakt vermeiden, Dämpfe nicht einatmen. Für Frischluftzufuhr sorgen. Nicht in Kanalisation gelangen lassen-Explosionsgefahr ! Mit Binder aufnehmen und entsorgen, z.B. Chemisorb.

Stabilität und Reaktivität: In gasförmigem Zustand explosionsfähig. Überhitzung vermeiden.

Entsorgung: Halogenfreie etherhaltige organische Lösemittelabfälle.

Methylithium:

Hochentzündliche, ätzende 5%iger Lösung in Diethylether, die sich in Wasser unter heftiger Reaktion zersetzt.

Mögliche Gefahren: Hochentzündlich. Reagiert mit Wasser unter Bildung hochentzündlicher Gase. Selbstentzündlich an Luft ! Gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Einatmen der Dämpfe kann Benommenheit verursachen.

Erste-Hilfe-Maßnahmen: Nach Einatmen Frischluft zuführen (ggf. Beatmung). Nach Hautkontakt mit reichlich Wasser abwaschen, Abtupfen mit Polyethylenglykol, kontaminierte Kleidung sofort schnell entfernen. Nach Augenkontakt mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mind. 10 Minuten)-Arzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: Viel Wasser trinken, Erbrechen vermeiden-sofort Arzt hinzuziehen. Bei spontanem Erbrechen Gefahr der Aspiration, Lungenversagen möglich.

Maßnahmen zur Brandbekämpfung: Geeignete Löschmittel auf Basis von Natriumchlorid, -hydrogencarbonat oder Kalkstein, Feuerlöscher Klasse M. Keinesfalls mit Wasser löschen ! Dämpfe sind schwerer als Luft, Bildung explosionsfähiger Luftgemische möglich. Von Zündquellen fernhalten. Aufenthalt im Gefahrenbereich nur mit unabhängigem Atemschutzgerät und geeigneter Chemieschutzkleidung. Elektrostatische Aufladung vermeiden.

Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung: Kontakt vermeiden, Dämpfe nicht einatmen. Für Frischluftzufuhr sorgen. Nicht in Kanalisation gelangen lassen-Explosionsgefahr ! Mit Binder aufnehmen und entsorgen, z.B. Chemisorb.

Stabilität und Reaktivität: Erwärmung und Feuchtigkeit vermeiden. Kontakt mit Luft, Wasser, Oxidationsmitteln, Alkoholen und Säuren vermeiden. Gefährliche Zersetzungsprodukte: Peroxide.

Entsorgung: Im Abzug vorsichtig in n-Butanol tropfen. Nach Beendigung der Gasentwicklung noch eine Stunde rühren und einen Überschuss an Wasser zugeben. Die organische Phase in halogenfreie etherhaltige organische

Lösemittelabfälle, die wässrige Phase als anorganische Salzlösung entsorgen.

Weitere Substanzen:

Da dies nur ein Musterprotokoll ist, erfolgt hier keine Auflistung der weiteren Substanzen. Im echten Protokoll müssen alle verwendeten Chemikalien wie oben beschrieben werden, auch und besonders die Produkte! Wenn für die Produkte noch keine Sicherheitseinstufungen vorhanden sind, sind die Sicherheitsmaßnahmen in Absprache mit dem Assistenten abzuschätzen.

Vorbereitende Maßnahmen:

THF und n-Pentan müssen entgast, über Natrium getrocknet und destilliert werden. Apparaturen werden im Vakuum gründlich ausgeheizt. Es wird durchgehend mit Schlenk-Inertgastechiken in einer N₂-Atmosphäre gearbeitet.

Genauere Einwaage (vor Ort auszufüllen):

Methylolithium in Et₂O:

Tris(trimethylsilyl)-phosphan:

Anmerkung: Genauere, tatsächlich eingewogene Stoffmengen in tabellarischer Form (in g, bei Flüssigkeiten ml, und mol). Alternativ kann die Versuchsdurchführung in Form eines Lückentextes gestaltet werden, in den dann die tatsächlich eingewogenen, genauen Mengen vor Ort eingetragen werden (s. unten).

Geplante Versuchsdurchführung:

In einen 1l-Einhalskolben mit Hahn werden _____ g (_____ mol) Tris(trimethylsilyl)phosphan in _____ ml THF gelöst und auf 0°C abgekühlt. Nun werden über einen Tropftrichter innerhalb einer Stunde _____ ml (_____ mol) Methylolithium in Et₂O zugegeben.

Danach erwärmt man die Reaktionsmischung auf 20°C und rührt weitere 8 Stunden. Alle flüchtigen Komponenten werden dann unter reduziertem Druck (_____ mbar) bei Raumtemperatur abdestilliert. Zu dem braunen Rückstand gibt man _____ ml n-Pentan. Während die Suspension gerührt wird, gibt man langsam _____ ml THF zu, bis sich der Feststoff vollständig gelöst hat. Bei -30°C fallen farblose bis leicht gelbliche Kristalle von LiP(SiMe₃)₂·2THF aus. Die flüssige Phase wird vorsichtig mit einer Kanüle abgepresst. Die überstehende restliche Lösung wird im Vakuum entfernt. Die Mutterlauge wird zur Erhöhung der Ausbeute nochmals wie oben beschrieben aufgearbeitet.

Versuchsaufbau (Skizze):

Anmerkung: Hier bitte eine handgezeichnete, aussagekräftige (!) Skizze des Aufbaus einfügen.

Charakterisierung:

Da das Produkt sich an Luft spontan entzündet (auch in Lösung) und temperaturempfindlich ist, wird auf IR- oder Ramanspektroskopie und Elementaranalyse verzichtet. Aus demselben Grund wird auf eine Bestimmung des Schmelzpunktes verzichtet. Stattdessen kann NMR-Spektroskopie verwendet werden (Lösungsmittel Toluol-d₈). Erwartete Signale: ³¹P{¹H}: Singulett (evtl. mit Satelliten durch ²⁹Si); ¹H: Singulett (18H Methylgruppen), 2 Multipletts (THF bei ca. 1.8 und 3.8 ppm). ¹³C{¹H}: 2 Singulett bei ca. 26 und 68 ppm (THF), Singulett (Methylgruppen). ²⁹Si: Dublett durch Kopplung mit ³¹P. Durch Integration der Signalgruppen von THF und LiP(SiMe₃)₂ im Protonen-NMR kann der genaue THF-Gehalt bestimmt werden.