

**Skript zum Anorganisch-Chemischen
Fortgeschrittenenpraktikum (AFP)**

- Molekülteil -



Universität Freiburg
Wintersemester 2009/10

Ansprechpartner:

Dr. Daniel Himmel
daniel.himmel@ac.uni-freiburg.de
0761-2036152

Dr. Nils Trapp
nils.trapp@ac.uni-freiburg.de
0761-2036156

Dieses Skript erhebt keinen Anspruch auf Vollständigkeit. Alle Angaben ohne Gewähr.

1.	PRAKTIKUMSORDNUNG.....	4
1.1.	ZUTRITT ZU DEN PRAKTIKUMSRÄUMEN.....	4
1.2.	SICHERHEITSBESTIMMUNGEN / UNFALLVERHÜTUNG.....	4
1.3.	ABFALLBESEITIGUNG	6
1.4.	ENTSORGUNG VON FESTEN RÜCKSTÄNDEN	7
1.5.	UMGANG MIT CHEMIKALIEN.....	8
1.6.	PLATZAUSRÜSTUNG UND GLASBRUCH, PLATZÜBERNAHME UND PLATZABGABE	9
1.7.	PROTOKOLLE	9
1.8.	FEUERALARMS/NOTFALLALARMS.....	19
1.9.	WENN EIN NOTFALL EINTRITTS	19
1.10.	ERSTE HILFSMAßNAHMEN BEI UNFÄLLEN	19
2.	HINWEISE ZUR DARSTELLUNG DER VERBINDUNGEN IM AFP.....	20
2.1.	ALLGEMEINE HINWEISE ZUM ARBEITEN UNTER INERTBEDINGUNGEN.....	20
2.2.	ALLGEMEINE HINWEISE ZUM ARBEITEN MIT EINER SCHLENK-ANLAGE	21
2.3.	VERWENDUNG DER HANDSCHUHBOX	23
2.4.	RICHTIGES AUSWIEGEN	25
2.5.	ABGABE VON NMR-PROBEN	26
2.6.	REINIGUNG VON GLASGERÄTEN UND FRITTEN	26
2.7.	UMGANG MIT GASFLASCHEN	27
2.8.	BEWERTUNG IM FORTGESCHRITTENENPRAKTIKUM ANORGANISCHE CHEMIE	27
3.	PRÄPARATEVERZEICHNIS	29
3.1.	Ag[Al(OC(CF ₃) ₃) ₄] / Ag[Al(OCH(CF ₃) ₂) ₄] / Ag[Al(OCCH ₃ (CF ₃) ₂) ₄]	29
3.2.	AlBr ₃	29
3.3.	Al(OC(CF ₃) ₃) ₃ *C ₆ H ₅ F.....	30
3.4.	Al(OC(CF ₃) ₃) ₃ *TMS	30
3.5.	AsF ₃	31
3.6.	(CH ₃) ₄ NF.....	31
3.7.	^T (C ₄ H ₉) ₂ PCL	32
3.8.	[(H ⁵ -C ₅ H ₅) ₂ TiCl ₂]	33
3.9.	[(H ⁵ -C ₅ H ₅) ₂ TiS ₅]	33
3.10.	[(C ₅ ME ₅)AsCl ₂]	34
3.11.	[(H ⁵ -C ₅ H ₅)Fe(CO) ₂] ₂	34
3.12.	[(C ₅ ME ₅)PCL ₂]	35
3.13.	[(C ₅ H ₅)Mn(CO) ₂ NO][BF ₄]	36
3.14.	[(C ₇ H ₇)Mo(CO) ₃][PF ₆]	36
3.15.	(C ₇ H ₈)Mo(CO) ₃	36
3.16.	1-C ₄ H ₉ -2-CH ₃ -3-CH ₃ -C ₃ H ₂ N ₂ [B ₃ H ₈].....	37
3.17.	C ₁₂ F ₁₅ OH.....	38
3.18.	[Co(C ₅ H ₅) ₂].....	38
3.19.	[Co(C ₅ H ₅) ₂][PF ₆]	39
3.20.	Co(C ₅ H ₅)(CO) ₂	39
3.21.	[Cu(CO) ₂][Al(OC(CF ₃) ₃) ₄]	40
3.22.	[Cu(CO) ₂][Al(OC(H)(CF ₃) ₂) ₄].....	40
3.23.	[Cu(O-C ₆ F ₂ H ₄) ₂][Al(OC(CF ₃) ₃) ₄].....	41
3.24.	[Fe(C ₅ H ₅) ₂].....	41
3.25.	[Fe(C ₅ H ₅) ₂][PF ₆]	42
3.26.	Fe ₃ (CO) ₁₂	42
3.27.	[Fe(H ₂ O) ₆](CF ₃ SO ₃) ₂ / [Fe(CH ₃ SO ₃) ₂]	43
3.28.	GA[Al(OC(CF ₃) ₃) ₄] / GA[Al(OCCH ₃ (CF ₃) ₂) ₄].....	44
3.29.	GABr ₃	44
3.30.	H(ET ₂ O) ₂ [Al(OC(CF ₃) ₃) ₄]	45
3.31.	H(ET ₂ O) ₂ [P(C ₂ O ₄) ₃]	45
3.32.	IN(C ₂ H ₅) ₃	46
3.33.	KN(SIME ₃) ₂	46
3.34.	[KAT][Al(HFIP) ₄] (KAT = SUBSTITUIERTES IMIDAZOLIUM-, PYROLIDIUM-, PYRIDINIUM-, PIPERIDIUM- ODER PHOSPHONIUMKATION)	47
3.35.	3,5-(CF ₃) ₂ -C ₆ H ₃ I	47

3.36.	$K[B(C_6H_3-3,5-(CF_3)_2)_4] / NA[B(C_6H_3-3,5-(CF_3)_2)_4]$	48
3.37.	$Li[AL(OC(CF_3)_3)_4] / Li[AL(OCH(CF_3)_2)_4] / Li[AL(OCCH_3(CF_3)_2)_4]$	49
3.38.	$Li(C_5ME_5)$	49
3.39.	$LiP(SiME_3)_2 \cdot x THF (x = 1.8 - 2.2)$	50
3.40.	$LiSi(SiME_3)_3 \cdot 3 THF$	51
3.41.	$[Mg(C_5H_5)_2]$	51
3.42.	$[Mn(CO)_5BR]$	52
3.43.	$[Mo(O_2CCH_3)_4]$	52
3.44.	NA_2SE	53
3.45.	$NA[CPM(CO)_3] (M = CR, Mo, W)$	53
3.46.	$[ET_3NH]_2[B_{12}H_{12}]$	54
3.47.	$NA(C_5H_5)$	55
3.48.	$[Ni(C_8H_{12})_2]$	55
3.49.	$[NO][AL(OC(CF_3)_3)_4]$	56
3.50.	$P(CH_3)_3$	56
3.51.	$P(C_2H_5)_3$	57
3.52.	$P((CH_3)_3C_6H_2)_3$	58
3.53.	PI_3	58
3.54.	P_2I_4	59
3.55.	$[PH_3C][AL(OC(CF_3)_3)_4]$	59
3.56.	$PHCH_2K$	60
3.57.	$PHLi$	60
3.58.	$[ME_3SNCL] / [ME_3SNBR]$	61
3.59.	$(PPH_3)_2N[BH_4]$	61
3.60.	$(PPH_3)_2NCL$	62
3.61.	$S(SiME_3)_2 / SE(SiME_3)_2$	62
3.62.	$SE (ROT)$	63
3.63.	$Si(SiME_3)_4$	64
3.64.	SO_2CLF	64

1. Praktikumsordnung

1.1. Zutritt zu den Praktikumsräumen

Der Aufenthalt in einem chemischen Labor ist nur jenen Praktikanten gestattet, die dort einen Arbeitsplatz besitzen. Voraussetzungen für die Teilnahme am Praktikum sind die Immatrikulation, die Zuweisung eines Arbeitsplatzes durch Vertreter der Institutsleitung und der durch die Bezahlung der Sozialgebühr erworbene Versicherungsschutz gegen Unfälle im Labor.

Vor Beginn des Praktikums wird jeder Teilnehmer über Sicherheitsbestimmungen und Vorsichtsmaßnahmen zur Unfallverhütung unterrichtet. Er bestätigt dies durch Unterschrift. Die Arbeitsplätze und Garderobenschränke werden vom Institut zugeteilt. Jeder Student muss seinen Arbeitsplatz und seinen Garderobenschrank mit einem Namensschild kennzeichnen. Die Universität übernimmt keine Haftung für den Inhalt der Schränke. In keinem Fall dürfen in den Garderobenschränken Chemikalien oder Geräte gelagert werden. Das Institut ist jederzeit berechtigt, Kontrollen durchzuführen und hierzu die Schränke zu öffnen.

Das Arbeiten in den Praktikumsälen ist nur während der von den Leitern der Praktika festgelegten Arbeitszeiten erlaubt. Längeres Arbeiten ist nur mit Genehmigung des zuständigen Assistenten gestattet. Besucher dürfen aus Sicherheitsgründen nicht in den Laboratorien empfangen werden.

Praktikumszeiten sind wochentags von 13:00 bis 18:00, sofern kein Seminar stattfindet. Nach Rücksprache ist der Zutritt zum Praktikum auch Vormittags von 10:00 bis 13:00 möglich.

1.2. Sicherheitsbestimmungen / Unfallverhütung

Chemische Substanzen können u.a. brennbar, explosiv, reizend sowie akut toxisch sein. Das Arbeiten mit Chemikalien verlangt daher spezifische Sicherheitsvorkehrungen. Diese Sicherheitsverordnungen sind in der Gefahrstoffverordnung definiert. In der Gefahrstoffverordnung werden Umgang, Aufbewahrung, Lagerung, Transport und Entsorgung von Chemikalien verbindlich geregelt. Die meisten Unfälle entstehen durch Unaufmerksamkeit, Handlungen gegen den gesunden Menschenverstand oder Nichtbeachtung von Anweisungen der Assistenten. Jeder, der in chemischen Laboratorien arbeitet, hat die Verpflichtung, zur Verhütung von Unfällen beizutragen. Beim Aufenthalt in den Laboratorien sind insbesondere auch stets die Gefährdungen durch die in der Umgebung durchgeführten Arbeiten zu beachten. Um Unfälle bei chemischen Arbeiten zu vermeiden und die Arbeiten anderer nicht zu stören, ist es Pflicht, die von der Berufsgenossenschaft herausgegebenen "Richtlinien für chemische Laboratorien" einzuhalten. Studierende, Diplomanden und Doktoranden sind über Gefahrstoffe und entsprechende Schutzmaßnahmen in regelmäßigen Abständen zu unterweisen. Es sollen daher regelmäßig Sicherheitsseminare besucht werden. Der Besuch der Spezialvorlesung "Toxikologie und Rechtskunde" wird dringend empfohlen. Folgenden Punkten ist bei der Arbeit im chemischen Labor besondere Beachtung zu schenken. Nachfolgend werden eine Reihe von allgemeinen Aspekten der Sicherheitsinformation, der Arbeitsorganisation und der Chemikalien-Entsorgung in Stichworten zusammengefasst:

1. In den Labors ist Essen, Trinken und Rauchen aus Sicherheitsgründen verboten.
2. In den Labors darf nicht ohne Aufsicht der Saalassistenten gearbeitet werden.
3. Von jedem Praktikanten ist eine für den Schutz der Augen geeignete Brille zu tragen. Das Tragen von

Kontaktlinsen ist verboten. Auch für Brillenträger ist eine zusätzliche Schutzbrille, ersatzweise eine Schutzbrille mit Korrektur, erforderlich. Wer wiederholt ohne Schutzbrille angetroffen wird, wird vom Praktikum teilweise oder ganz ausgeschlossen.

4. Es dürfen nur Experimente durchgeführt werden, die angeordnet sind. Hierzu muss ein vom zuständigen Assistenten abgezeichnetes Vorprotokoll vorliegen und ein Kolloquium zum Versuch durchgeführt worden sein. Mengen und Stoffangaben dürfen nicht verändert werden, es sei denn der zuständige Assistent ordnet dies an und unterschreibt einen entsprechenden Vermerk auf dem Vorprotokoll.

5. Die Praktikanten sind verpflichtet, sich über die Gefahren zu informieren, die von den Chemikalien, mit denen sie arbeiten, ausgehen können (Brennbarkeit, Reaktivität, Stabilität und Giftigkeit). Informationen sind beim Assistenten, in diesem Skript (s.u.) und in der Bibliothek zu erhalten. Mit leicht entflammaren Lösungsmitteln wie Aceton, Ether, Alkoholen, usw. darf nur gearbeitet werden, wenn sich keine offene Flamme in der Nähe befindet.

6. Das Arbeiten mit toxischen Stoffen ist nur nach sorgfältiger Planung der Versuche erlaubt. Hierzu gehören insbesondere Überlegungen, wie die Kontrolle der toxischen Stoffe unter allen Umständen gewährleistet ist, und wie Rückstände beseitigt werden können.

7. Aggressive oder giftige Stoffe dürfen nur in einem Abzug verwendet werden. Zu diesen Substanzen gehören z.B. konzentrierte Halogenwasserstoffsäuren, Halogene, Schwefelwasserstoff, Selenwasserstoff, Blausäure, nitrose Gase oder Phosgen. Das Abrauchen von Säuren ist ebenfalls nur unter dem Abzug gestattet.

8. Bei Arbeiten im Laboratorium ist Schutzkleidung zu tragen, zumindest geschlossene Schuhe, ein Laborkittel und ggf. Schutzhandschuhe.

9. Es ist auf größtmögliche Sauberkeit zu achten. Die unkontrollierte Verbreitung von Chemikalien ist unbedingt zu vermeiden.

10. Beim Pipettieren sind Pipettierhilfen zu verwenden. Es ist grundsätzlich verboten, die Flüssigkeit mit dem Mund anzusaugen.

11. Aus den Laboratorien dürfen ohne Anweisung des Assistenten keine Chemikalien entfernt werden.

12. Vor dem Verlassen der Labors sind Hände und Arme mit Seife zu waschen. Am Arbeitsplatz sind alle Gas- und Wasserhähne zu schließen und die Stecker aus den Steckdosen zu entfernen. Die Heißwasserboiler müssen abends ausgeschaltet werden (Brandgefahr).

13. Apparaturen, die über Nacht in Betrieb bleiben müssen, dürfen nur in Nachräumen aufgestellt werden. Hierzu ist die Genehmigung des Aufsicht führenden Assistenten einzuholen. Ausnahmen: Kühlschränke mit dicht verschlossenen und beschrifteten Gefäßen und Trockenschränke ohne Chemikalien.

14. Soweit möglich, müssen die Abzüge geschlossen gehalten werden. Beim Arbeiten im Abzug muss die Scheibe möglichst weit geschlossen bleiben. Vor Vakuumapparaturen ist ein Berstschild aufzubauen.

15. Das Vorprotokoll oder eine Kopie ist bei jedem Versuch an der Abzugsscheibe anzubringen. Das gilt insbesondere für Apparaturen, die in den Sonderräumen stehen (Nachräume).

16. Geräte wie Spektrometer oder Handschuhboxen dürfen nur in Absprache und unter Aufsicht durch einen Assistenten benutzt werden. Schäden müssen den Assistenten sofort gemeldet werden.

17. Reaktionen, die gerade ablaufen, dürfen nie unbeaufsichtigt bleiben.

18. Stahlflaschen mit komprimierten Gasen müssen stets durch Anketten gegen Umfallen gesichert werden.

19. Der Transport von Gefäßen mit aggressiven Chemikalien (z.B. in die Nachräume) muss in geeigneten Behältern (Plastikeimer o.ä.) erfolgen.

20. Die Arbeitsplätze und die Abzüge sind stets sauber zu halten und abends weitgehend aufzuräumen. Für die Sauberkeit der Abzüge und Labortische sind die Praktikanten verantwortlich. Bei Überschwemmungen ist sofort aufzuwischen. Schäden sind dem Assistenten umgehend mitzuteilen. Für Beschmutzung und Beschädigung des Instituts und Inventars haftet jeder Benutzer.
21. Verschüttete Reagenzien und Glasscherben sind sofort und vollständig zu entfernen.
22. In den Kühlschränken dürfen Chemikalien nur in geschlossenen Gefäßen, die mit Namen, Substanzbezeichnung und einer Datumsangabe versehen sind, aufbewahrt werden.
23. Es wird von jedem Praktikanten erwartet, dass er mit Chemikalien, Gas und Strom sparsam umgeht. Jeder Umgang mit Chemikalien stellt eine Belastung für die Umwelt dar. Nicht benutzte Brenner sind auf Sparflamme herunterzudrehen, gleiches gilt für die Verwendung von Schutzgasen bzw. Wasserstrahlpumpen. Wasserschläuche sind zu sichern und vor dem Start der Reaktion einige Minuten lang zu testen.
24. Es ist besonders darauf zu achten, dass Reagenzienflaschen nicht falsch eingeordnet oder Stopfen vertauscht werden. Entnommene und nicht aufgebrauchte Substanzproben dürfen nicht wieder in die Vorratsgefäße zurückgegeben werden. Auch geringe Verschmutzungen der Substanzen sind unbedingt zu vermeiden. Proben dürfen deshalb nur mit sauberen Spateln oder Löffeln entnommen werden.
25. Lagergefäße sind wasserfest zu beschriften, mit den entsprechenden Gefahrensymbolen zu versehen und die Beschriftung mit durchsichtigem Klebeband zu überkleben.
26. Berühren Sie *NIEMALS* ohne Rückfrage fremde Glasgeräte in den Abzügen. Diese können vom Ausheizen noch heiß sein. Legen Sie frisch ausgeheizte Glasgeräte nicht auf die Laborbänke, sondern nur in die Abzüge. Beim Verwenden von Ölbädern ist darauf zu achten, dass kein Wasser in das Ölbad gelangen kann.
27. Bei Beschädigungen oder Fehlfunktionen der Sicherheitseinrichtungen (Notdusche, Augenduschen, Schutzscheiben, Sprengschutz am Rotationsverdampfer, Feuerlöscher, Löschdecke, Reduzierventile etc.) ist sofort die Praktikumsleitung zu informieren.
28. Es werden flache Stahlwannen zur Verfügung gestellt. Diese sind bei Reaktionen mit Flüssigkeitsmengen > 50 ml unter der Apparatur aufzustellen, um evtl auslaufende Flüssigkeiten aufzufangen.
29. Das Telefonieren mit Mobiltelefonen ist im Labor untersagt. Schalten Sie im Labor Ihr Handy aus oder bewahren Sie es in Ihrem Spind auf. Mobiltelefone stellen eine Ablenkung dar, die beim Arbeiten an Vakuumanlagen zu Unfällen führen kann.
30. Wer beim Diebstahl von Chemikalien, Geräten oder Verbrauchsmaterial erwischt wird, ist mit sofortiger Wirkung vom Praktikum ausgeschlossen und wird zur Anzeige gebracht.

1.3. Abfallbeseitigung

Jeder Teilnehmer an einem chemischen Praktikum trägt die Verpflichtung, dafür Sorge zu tragen, dass von seiner Tätigkeit keine schwerwiegenden Gefährdungen der Umwelt ausgehen. Die folgenden Anweisungen sind deshalb unbedingt zu beachten. Bei schwerwiegenden Verstößen gegen diese Regelungen muss der Praktikant aus dem Praktikum ausgeschlossen werden:

1. Das Einbringen von umweltrelevanten Chemikalien und organischen Lösungsmitteln in Ausgüsse oder nicht besonders gekennzeichnete Abfallbehälter ist strengstens verboten. Für die Entsorgung von Umweltbelastenden wässrigen anorganischen Abfällen sowie von organischen Lösungsmitteln stehen genau gekennzeichnete Behälter aus (s.u.).

2. Es ist peinlichst darauf zu achten, dass die Abfälle jeweils in den richtigen Behälter geschüttet werden (Verletzungs-/Unfallgefahr !). Feststoffe sind in die dafür vorgesehenen und gekennzeichneten Abfallbehälter zu deponieren. Sehr reaktive Chemikalien wie Natrium, Kalium oder weißer Phosphor müssen vor der Entsorgung abreagiert sein und dürfen nur nach Absprache mit dem betreuenden Assistenten entsorgt werden !
3. Ausgüsse, Abflussrinnen und Kanalnetz sind vor Verunreinigung und Verstopfung zu schützen. Zigarettenreste oder Destillationsrückstände dürfen nicht in die Abfallkübel geworfen werden. Entzündliche, explosive oder ätzende Abfälle sind sachgemäß (s.u.) zu vernichten.
4. Beim Verschütten oder Auslaufen von Quecksilber ist sofort der Saalassistent zu benachrichtigen, damit die sachgemäße Beseitigung veranlasst werden kann.
5. Das Prinzip der Abfallentsorgung ist die Abfallvermeidung. Wenn ein funktionsfähiges Recycling-System für organische Lösungsmittel vorhanden ist, sollten die anfallenden Lösungsmittelabfälle in diesen Kreislauf zurückgeführt werden. Voraussetzung dafür ist das sortenreine Sammeln von Lösungsmittelabfällen bzw. definierter Gemische davon (z.B. Gemische: Cyclohexan/Ethylacetat 5:1). In den Chemikalienschränken stehen 5-Liter-Kunststoffkanister für die gängigen Lösungsmittel zur Verfügung.
6. Verunreinigte Lösungsmittel (z.B. Aceton) werden mittels Destillation (Rotationsverdampfer) vorgereinigt. Vorsicht ist bei der Destillation peroxybildender Lösungsmittel (Dioxan, THF, Diethylether etc.) geboten. Peroxyd-Teststäbchen verwenden! Bei Metallcarbonylrückständen in den zu destillierenden Lösungsmitteln setzt man Aktivkohle zu (Vermeidung der Freisetzung von Kohlenmonoxid). In die Kategorie "nicht regenerierbare Abfälle" gehören: Rückstände die bei Destillationen (z.B. Vorreinigen von Lösungsmitteln) oder Cracken von Dicyclopentadien anfallen, übel riechende Spülacetonabfälle, konzentrierte Mutterlaugen, nicht sortenreine Rückstände aus Kühlfallen, ternäre bzw. azeotrope Gemische, die destillativ nicht mehr aufgearbeitet werden können. Diese Stoffe werden in speziell gekennzeichneten Abfallkanistern "Destillationsrückstände, halogenhaltig" gesammelt. Alle halogenhaltigen Verbindungen (Abfälle) werden ebenfalls in solchen Kanistern gesammelt.

1.4. Entsorgung von festen Rückständen

1. Alkalimetalle und deren Legierungen werden in Toluol unter Rühren vorsichtig mit EtOH versetzt (wenn K-haltig unter N₂-Schutz). Mengenverhältnisse beachten.
2. Metallkomplexe, Phosphane, Arsane und Stibane: Gefäße werden mit konz. Brom-Methanol-Lösung behandelt und eventuell über Nacht gerührt. Br₂/MeOH ist nur unter Aufsicht des Assistenten herzustellen.
3. Carbonylverbindungen werden mit einem Gemisch von 4 Vol.-Teilen 30 %igem H₂O₂ (techn.) und 1 Vol.-Teil konz. H₂SO₄ vorsichtig zersetzt. Resistente Rückstände werden entweder mit alkalischer H₂O₂-Lösung (4 Teile 30 %iges H₂O₂, 1 Teil konz. NaOH) oder konz. HNO₃ behandelt. Bei einkernigen Carbonyl-Verbindungen findet eine heftige Reaktion statt. Zu obigen Mischungen niemals oxidierbare organische Lösungsmittel (Aceton, Methanol, Acetonitril etc.) zugeben. Explosionsgefahr!
4. Konz. H₂O₂-Lösungen werden durch Zugabe von etwas KMnO₄ zersetzt (heftige Reaktion) und mit Wasser verdünnt. Sie werden einen Tag stehen gelassen. Dann wird der pH-Wert geprüft und die Lösung in die entsprechenden Abfallkanister (gelb/sauer bzw. gelb/alkalisch) gegeben.
5. Bei Unklarheiten bezüglich Deklaration der Abfälle oder deren Vernichtung immer beim Saalassistenten rückfragen. Dies gilt insbesondere bei pyrophoren Abfällen. Es gab in Freiburg bereits zwei verheerende

Laborbrände mit großem Sachschaden durch Ferrocenabfälle!

1.5. Umgang mit Chemikalien

Es ist darauf zu achten, dass alle Chemikalien in einem bestimmten Ausmaß gefährlich sind. Manche Stoffe, die noch heute als "sicher" eingestuft werden, könnten in Zukunft als gefährlich erkannt werden. Jeder in chemischen Laboratorien Tätige muss sich bei der Arbeitsvorbereitung über Eigenschaften und Verhalten der bei einer chemischen Aufgabenstellung verwendeten Stoffe, d.h. Toxizität, MAK- und BAT-Werte, Sicherheitssätze, Flammpunkt, thermische Stabilität, etc., informieren. Dazu gehört das gründliche Studium der für die einzelnen Verbindungen und Stoffklassen vorliegenden *Betriebsanweisungen* unter Berücksichtigung ihres Gefahrenpotentials, z.B. der Neigung zur Peroxyd-Bildung bei Ethern (daher Aufbewahrung in braunen Flaschen, Prüfung mit Peroxyd-Teststäbchen, bzw. Iod-Stärke-Papier).

Es ist dafür Sorge zu tragen, dass möglichst keine Stoffe über die Atemwege in den Körper oder durch die Hände in den Mund oder die Augen gebracht werden. Der direkte Kontakt von Chemikalien mit der Haut ist nach Möglichkeit zu vermeiden. Alle Gefäße, in denen Chemikalien aufbewahrt werden, müssen deutlich beschriftet sein. Die Beschriftung ist gegen Wasser und Lösungsmittel zu sichern. Es dürfen auf keinen Fall Substanzen verwendet werden, die aus unbeschrifteten Gefäßen stammen. Wenn Aufschriften fehlen, ist der Assistent zu informieren.

Wenn Feststoffe nicht aus dem Behälter geschüttet werden können, ist der Assistent nach einer geeigneten Methode zu befragen. Unsachgemäßes Öffnen von Vorratsflaschen kann zu gefährlichen Handverletzungen führen.

Brennbare Flüssigkeiten dürfen nur kurzfristig an den Arbeitsplätzen aufbewahrt werden. Dauerhafte Lagerung nur in den Chemikalienschränken. In den Abzügen ist das Lagern brennbarer Flüssigkeiten verboten. Lösungsmittel, die über Natrium aufbewahrt werden, dürfen nur im Chemikalienschrank stehen.

Arbeitsgänge mit brennbaren Flüssigkeiten (Rückflusskochen, Destillieren, usw.) bedürfen ständiger Überwachung. Unbeaufsichtigte Apparaturen bedeuten eine erhöhte Gefahr. Destillieren von Ether und anderen leichtflüchtigen, brennbaren Lösungsmitteln darf nur im Abzug ausgeführt werden. Erhitzen von organischen Lösungsmitteln in offenen Gefäßen ist nur in Mengen bis zu 50 ml und nur auf elektrischen Heizquellen gestattet. Beim Arbeiten mit brennbaren Lösungsmitteln dürfen generell nur elektrische Heizquellen verwendet werden.

Schwere Unfälle in chemischen Laboratorien gehen erfahrungsgemäß auf unsachgemäße oder gar leichtsinnige Handhabung der Alkalimetalle zurück. Die Vorräte an metallischen Lithium, Natrium, und Kalium, die alle unter Petroleum in verschlossenen und deutlich gekennzeichneten Gefäßen aufbewahrt werden, sind auf ein Mindestmaß zu beschränken. Bei jeder Benutzung dieser Metalle fallen zwangsläufig Rückstände an, die in gleicher Weise unter Petroleum in etikettierten Sammelgefäßen aufbewahrt werden müssen. Sie werden vom Chemischen Laboratorium auf Anforderung vernichtet. Lediglich kleinere Mengen von Natrium oder Lithium dürfen im Abzug zerstört werden (durch vorsichtiges, portionsweises Eintragen in viel Isopropanol). Im Fall von Kalium verwendet man ausschließlich *tert*-Butanol. In gleicher Weise werden auch Reste von Natriumamid, Natriumhydrid, Lithiumaluminiumhydrid und anderen komplexen Metallhydriden beseitigt.

Unter keinen Umständen dürfen halogenhaltige Verbindungen mit Natrium oder Kalium in Berührung gebracht werden: Bei Methylenchlorid, Chloroform oder Tetrachlorkohlenstoff besteht die Gefahr lebensgefährlicher

Explosionen.

Jeder Teilnehmer an einem chemischen Praktikum trägt die Verpflichtung, durch Befolgen aller Sicherheitsvorschriften Unfälle und Gefährdung der Umwelt zu verhindern.

1.6. Platzausrüstung und Glasbruch, Platzübernahme und Platzabgabe

Sie erhalten bei Praktikumsbeginn eine Grundausrüstung. Diese ist am Tag der Übernahme zu kontrollieren. *Kontrollieren Sie die Platzausrüstung sorgfältig, fehlende Teile müssen Sie am Praktikumsende ersetzen.* Melden Sie fehlende oder beschädigte Teile sofort einem Saalassistenten (zum Vermerk auf dem Übernahmebogen - sorgfältig aufbewahren, im Anhang des Skripts). Zusätzlich besteht die Möglichkeit, aus der Saalausleihe Geräte auszuleihen. Diese werden vom Saalassistenten ausgegeben und für jede Gruppe getrennt auf einer Liste vermerkt (im Anhang des Skripts). Die Rückgabe kann jederzeit erfolgen (lassen Sie die Rückgabe vom Assistenten quittieren), Glasbruch aus der Saalausleihe wird separat vermerkt und Ihnen am Ende berechnet.

Die Platzrückgabe findet direkt im Anschluss an den molekülchemisch-praktischen Teil statt. Der Termin wird rechtzeitig bekanntgegeben. Der Übergabebogen ist auf jeden Fall mitzubringen, sonst wird davon ausgegangen dass der Platz zu Beginn vollständig übernommen wurde. Der Arbeitsplatz und Abzug, sowie gemeinsam genutzte Geräte und Arbeitsbereiche (Waagen, Glovebox, Rotationsverdampfer, Abgüsse, Trockenschränke) sind vorher zu reinigen.

Besorgen Sie rechtzeitig vor der Platzrückgabe fehlende Kleinteile wie Rührfische, Stopfen, Kappen, Trichter, Pinzetten etc. selbständig (evtl. bietet sich ein hausinterner Sammelkauf bei der Chemikalienausgabe an - sprechen Sie sich mit anderen Praktikumsmitgliedern ab). *Alle Glasteile sind vor der Rückgabe zu reinigen und zu entfetten.* Bewahren Sie beschädigte Glasgeräte der Platzausrüstung im Platz auf und zeigen Sie diese bei der Rückgabe dem Assistenten vor. Dieser vermerkt dann auf dem Übergabeformular, ob das Gerät repariert werden kann oder ganz ersetzt werden muss. Glasbruch/fehlende Glasteile werden von der Praktikumsleitung abgewickelt. Bei Abholung des Praktikumscheins müssen Sie die Rechnung in bar begleichen.

1.7. Protokolle

Allgemeine Hinweise:

Für jeden Versuch ist ein Vorprotokoll anzufertigen. Begleitend wird vom betreuenden Assistenten zu jedem Versuch ein Kolloquium durchgeführt. Das Protokoll muss den Anforderungen für eine Betriebsanweisung gemäß der Gefahrstoffverordnung genügen (Entsorgung, Stoffeigenschaften und R-/S-Sätze aller Chemikalien, Verhalten im Gefahrenfall, Berechnung der eingesetzten Stoffmengen). Zusätzlich enthält das Vorprotokoll eine detaillierte Arbeitsanweisung mit Skizze und eine Beschreibung der erwarteten Charakterisierungsergebnisse. Bei nicht ausreichender Qualität des Vorprotokolls wird der Assistent den Beginn des Versuchs untersagen, bis eine einwandfreie Fassung vorliegt. Stoffmengen oder Änderungen im Versuchsablauf dürfen nur mit ausdrücklicher Anweisung des Assistenten (abgezeichnet auf dem Vorprotokoll) durchgeführt werden. Spätestens 3 Wochen nach Ende des praktischen Teils ist ein Hauptprotokoll mit der Auswertung, der tatsächlichen Versuchsdurchführung und Beobachtungen beim zuständigen Assistenten abzugeben. Die Analysen (Spektren) der hergestellten Substanzen werden dem Protokoll beigelegt (als Anlage oder wenn nötig als Abbildung) und diskutiert. Spektroskopische Daten werden durch Literaturzitate belegt. Abbildungen werden nummeriert und mit einer Legende versehen. Abweichungen vom vorgesehenen Arbeitsablauf und exakte Einwaagen, sowie Beobachtungen, müssen in einem fest gebundenen Heft, beschriftet mit „Laborjournal“ und

dem Namen, leserlich und für jeden Versuch getrennt, aufgeschrieben werden.

Die Protokolle und Kolloquien werden benotet. Das Protokoll kann handschriftlich oder am Computer verfasst werden. *Falls das Protokoll am PC verfasst wurde, bitte am Praktikumsende eine Kopie von Vor- und Hauptprotokollen per email nils.trapp@ac.uni-freiburg.de (pdf oder Word-Format, Betreff: AC-Protokoll). Die abgezeichneten Protokolle sind zum Abschlusskolloquium mitzubringen.* Fertigen Sie die Protokolle gemeinsam an, da die Benotung gruppenweise erfolgt. Im Falle eines Unfalls gehen wir davon aus, dass beide Praktikumpartner das jeweilige Protokoll verinnerlicht haben. Bitte verwenden Sie folgendes Templat (im Anschluss finden Sie ein Muster für Vor- und Hauptprotokoll):

Betriebsanweisung / Versuchsvorprotokoll (Templat)

für das Anorganische Fortgeschrittenenpraktikum

Name der Praktikanten:

Betreuender Assistent:

Datum:

Präparat:

Reaktionsgleichung(en):

Literatur:

Ansatzmengen:

Substanz	MG [g/mol]	Fp/Kp [°C]	Dichte [g/cm ³]	Gefahren- symbole	R-/S- Sätze	Stoffmenge [g, (ml), mol]

Präparat zur Synthese mit den berechneten Stoffmengen freigegeben:

Unterschrift Assistent / Datum

Wortlaut der genannten R- und S-Sätze:

Beschreibung der eingesetzten Stoffe/Verhalten im Gefahrenfall, Entsorgung (nach Stoffen getrennt):

Stoff: Stoffeigenschaften (fest/flüssig, Geruch, Siedepunkt/Schmelzpunkt, Ex.grenze, Dichte)

Mögliche Gefahren:

Erste-Hilfe-Maßnahmen:

Maßnahmen zur Brandbekämpfung:

Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung:

Stabilität und Reaktivität:

Entsorgung:

Vorbereitende Maßnahmen:

Evtl. Beschreibung der Trocknung/Reinigung von Edukten/Lösungsmitteln.

Einwaage (vor Ort auszufüllen):

Geplante Versuchsdurchführung:

Versuchsaufbau (Skizze):

Charakterisierung:

Welche Charakterisierungsmethodik ist sinnvoll und welche Ergebnisse werden erwartet?

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]	Gefahrensymbole	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. Betriebsbereit aufgebaute Reaktionsapparaturen, Sublimationsanlagen, Destillationsbrücken und Schlenkfrüthenaufbauten müssen vor Beginn vom Saalassistenten genehmigt 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 0,63g/cm³.

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, müssen IR- oder Ramanproben unter Inertbedingungen abgefüllt und gemessen werden (z.B. ATR). Aus demselben Grund wird auf eine Bestimmung des Schmelzpunktes verzichtet. Zusätzlich 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.

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 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

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 Et₂O 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(SiMe₃)₂·2THF. 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(SiMe₃)₂·2.25THF erhalten (THF-Gehalt NMR-spektroskopisch bestimmt). Dies entspricht einer Ausbeute von 64%.

Charakterisierung:

$\delta^1\text{H}$ (Toluol-d₈, RT): 0.50 (Singulett, 18H); 1.44 (Triplet von Triplets, 4H, ³J_{H,H}=6.6 und 2.5 Hz), 3.69 (Triplet, 4H, ³J_{H,H}=2.4 Hz) ppm.

Durch Vergleich der Integrale von THF und LiP(SiMe₃)₂ wurde ein THF-Gehalt von ca. 2.25 Formeleinheiten bestimmt.

$\delta^{31}\text{P}$ (Toluol-d₈, RT): -297.0 (Singulett), -236.4 (Dublett, vermutlich Nebenprodukt HP(SiMe₃)₂, ¹J_{H,P}=188.2 Hz) ppm.

$\delta^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ (Toluol-d₈, 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). In diesem Fall wurde auf ein Raman-/IR-Spektrum verzichtet weil kein Gerät zur Verfügung stand. Generell sollen aber alle verfügbaren Methoden genutzt werden, soweit sinnvoll.

Bitte alle gemessenen Spektren ans Protokoll anheften.

1.8. Feueralarm/Notfallalarm

Alle Praktikanten werden im Rahmen der Sicherheitsbelehrung über den Aufbewahrungsort und die Verwendung der Verbandskästen und des Feuerlöschgerätes (Feuerlöscher, Branddecke), der Gasmasken und der Löschbrause, sowie über die Lage der Notausgänge in Kenntnis gesetzt. Auch über geringfügige Verletzungen (Schnittwunden, Verbrennungen u.ä.) und die Benutzung der Verbandskasten ist der Assistent umgehend zu informieren.

Beim Ausbrechen eines Brandes sollen Pulverlöscher erst verwendet werden, wenn dieser mit den Kohlensäurelöschern nicht unter Kontrolle gebracht werden kann. Der Assistent ist unverzüglich über die Benutzung eines Feuerlöschers zu informieren. Im Falle eines Brandes sind möglichst alle Gashähne zu schließen.

1.9. Wenn ein Notfall eintritt

1. Gefährdete Personen in Sicherheit bringen. Brände an Kleidern ersticken (Notdusche, Löschdecke), jedoch nie mit CO₂-Löscher (Schockgefahr).
2. Verständigen von Assistenten, sofern diese nicht am Unfallort sind.
3. Das weitere Vorgehen, insbesondere die Alarmierung der Ambulanz und der Feuerwehr wird von den Assistenten veranlasst:

* Bei Brand: Betätigen der Feuermelder; Telefon (im Saal) Notruf: **2000 oder 112**

* Bei Verletzungen: Rettungsleitzentrale: **2000 oder 112**

* Melden, was passiert ist und wo.

Alarmierung aller Personen in der Umgebung des Unfallortes.

Alarmierung des zuständigen Assistenten und der Institutsleitung sowie der Pforte und der Technischen Zentrale.

Warten auf die Ambulanz oder die Feuerwehr am vereinbarten Treffpunkt.

Handy-Notruf: 0761-203-2000 112

1.10. Erste Hilfsmaßnahmen bei Unfällen

Allgemeines: Ein Verletzter darf nie alleine zum Arzt oder zur Klinik fahren, da auch bei harmlos erscheinenden Unfällen ein Schock auftreten kann. Alle Unfälle mit Personenschäden sind meldepflichtig. Man informiere umgehend den zuständigen Assistenten oder den Sicherheitsbeauftragten Dr. Werner Deck (Hausruf 6139).

Augenverletzungen. Sind die Augen mit Chemikalien in Berührung gekommen, so müssen die Augen mindestens 5 min mit den Augenduschen gespült werden (in schweren Fällen bis der Rettungsdienst eintrifft). Der Verletzte kann dies nicht alleine durchführen und sollte von zwei Personen festgehalten werden. Danach ist ein Augenarzt aufzusuchen. Kontaktlinsen sind im Labor verboten, sollten trotzdem Linsen getragen werden, müssen sie während des Waschens entfernt werden um den Schaden nicht noch zu verschlimmern.

Brandwunden. Bei Verbrennungen ist sofort ca. 5-10 min mit laufendem kaltem Wasser zu kühlen. Sind größere Hautflächen in Mitleidenschaft gezogen, so verwende man zum Kühlen nasse Tücher. Anschließend ist sofort ärztliche Hilfe in Anspruch zu nehmen. Öl, Puder, Salben oder Mehl dürfen nicht auf Brandwunden aufgetragen werden.

Blutungen. Kleine Schnittwunden (häufige Unfallursache: unsachgemäßer Umgang mit Glasrohren und Glasstäben) sollte man nach Entfernung von eventuell vorhandenen Glassplittern ausbluten lassen, desinfizieren

und verbinden. Bei starken Blutungen muss sofort durch Fingerdruck oder Druckverband der entsprechenden Schlagader die Blutung unterbrochen und ein Druckverband (keine Watte!) angelegt werden. Der Druckverband sollte nicht länger als 2 Stunden angelegt werden. Es ist umgehend ein Krankenwagen mit Notarzt zu rufen. Da auch bei kleineren Schnittverletzungen Sehnen oder Nerven beschädigt sein können, sollte im Verletzungsfall immer ein Arzt konsultiert werden. Auf keinen Fall selbst Splitter aus Wunden entfernen.

Verätzungen. Verätzte Körperstellen müssen sofort mit viel Wasser gewaschen werden. Bei Alkaliverletzungen verwende man zusätzlich 1%-ige Essigsäure. Bei Säure-Verätzungen 1%-ige Natriumhydrogencarbonat-Lösung. Mit Chemikalien kontaminierte Kleidungsstücke sind *sofort* zu entfernen.

Vergiftungen. Bei akuten Vergiftungen sind Sofort-Maßnahmen außerordentlich wichtig! Bei oralen Vergiftungen ist Brechreiz durch Trinken von lauwarmer Kochsalz-Lösung (3 - 4 Teelöffel auf 1 Glas Wasser) und Berühren der Rachenhinterwand (Finger in den Mund) auszulösen. Ein Erbrechen darf nicht ausgelöst werden, wenn der Verwundete bewusstlos ist oder eine Vergiftung durch Lösungsmittel, Säuren oder Laugen verursacht wurde. Bei Inhalationsvergiftungen muss der Patient sofort an die frische Luft gebracht und ruhig gestellt werden (Warmhalten nicht vergessen!). Bei allen Vergiftungen ist der Patient sofort nach den Erste-Hilfe-Maßnahmen in die nächste zuständige Klinik zu bringen, oder - insbesondere wenn Zweifel an der Transportfähigkeit bestehen - ein Unfallwagen mit Notarzt zu rufen. Die Klinik sollte über den Notfall unter Angabe der Vergiftungsart informiert werden. Außerdem ist nach Möglichkeit die nächste Gift-Informationszentrale oder ein mobiles Gegengift-Depot um Hilfeleistung zu bitten.

2. Hinweise zur Darstellung der Verbindungen im AFP

Im Molekülteil des Anorganisch-Chemischen Fortgeschrittenenpraktikums werden 5 Präparate ausgegeben. Bitte beachten: Sie haben 3 Wochen Zeit zur Bearbeitung (in der Regel nur Nachmittags). Um alle Präparate zu schaffen, müssen Sie zügig arbeiten, Arbeitsabläufe gut planen und für Aufgabenteilung mit Ihrem Praktikumpartner sorgen. Planen Sie Messtermine und Schleusvorgänge an der Handschuhbox sorgfältig und in Absprache mit anderen Gruppen und den Assistenten. Für die Synthese der Verbindungen werden u.a. Standardapparaturen verwendet, die bereits in den Praktika im Grundstudium verwendet wurden. Die Handhabung vieler Verbindungen muss unter Inertgasatmosphäre durchgeführt werden. Zu dieser Arbeitstechnik seien im Folgenden einige Hinweise gegeben.

2.1. Allgemeine Hinweise zum Arbeiten unter Inertbedingungen

Zahlreiche metallorganische Verbindungen reagieren bereitwillig mit Sauerstoff, Wasser und Kohlendioxid (z.B. Grignard-Reagentien). Daher werden solche Verbindungen in einer Inertgasatmosphäre gehandhabt. Die einfachste Technik ist die Handhabung der Substanzen in einer so genannten Handschuh-Box („Glovebox“). Der Behälter hat eine Schleuse, ein Fenster sowie daran luftdicht angebrachte Handschuhe, über die man die Chemikalien im Inneren unter einer Inertgasatmosphäre handhaben kann. Durch die Schleuse werden Gegenstände und Chemikalien hinein- oder herausgebracht, ohne dass dabei Luft in das Innere des Kastens strömen kann.

Eine andere Methode zur Handhabung luftempfindlicher Substanzen ist die Verwendung standardisierter Gefäße, die so konstruiert sind, dass in ihnen eine Inertgas-Atmosphäre aufrechterhalten werden kann. In den

meisten Fällen sind die Gefäße mit seitlichen Ansätzen ausgestattet, durch die über eine so genannte Schlenk-/oder Stockanlage Luft abgepumpt (Vakuuminie) und Inertgas (N_2 -Linie) zugeführt werden kann. Mit solchen Apparaturen lassen sich alle Standardsyntheseoperationen unter Inertgasbedingungen durchführen (z.B. Reaktionen in Lösung, Chromatographie, Filtration und Kristallisation). Die Gefäße werden zu Ehren des Erfinders als Schlenk-Apparaturen bezeichnet.

2.2. Allgemeine Hinweise zum Arbeiten mit einer Schlenk-Anlage

Die Assistenten unterweisen Sie in die Bedienung der Anlagen. Bei Unsicherheiten überlegen Sie lieber zweimal und diskutieren Sie mit Ihrem Praktikumpartner oder fragen den Assistenten! *Auch kleinste Beschädigungen der Anlagen (Sterne, Risse) müssen sofort dem Assistenten gemeldet werden (Implosionsgefahr!). Verwenden Sie auf keinen Fall beschädigte Reaktionsgefäße oder Kolben.*

Die folgenden Punkte sind beim Arbeiten mit einer Schlenk-Anlage zu beachten:

N_2 -Linie:

1. Die N_2 -Linie wird über einen Wandanschluss mit Stickstoff versorgt. Zwischen der Rückleitung und der Schlenkanlage ist ein Druckminderer mit Rückschlagventil geschaltet, der den Entnahmedruck auf 50 mbar reduziert. Sie können also zu keiner Zeit mehr als 50 mbar N_2 -Druck in Ihrem System haben (dieser Druck reicht aber aus, um ungesicherte Glasstopfen durch den Raum zu schießen-bitte immer mit dem Daumen sichern). Beim Füllen großer Reaktionsgefäße oder Kolben dauert es entsprechend etwas länger, bis das ganze System gefüllt ist. Bitte beachten Sie dies und öffnen Sie das Gefäß nicht zu früh.
2. Die Rückleitung steht unter höherem Druck. Sie wird aus einem Flaschenschrank gespeist. Der Restdruck der Flasche ist regelmässig zu kontrollieren, unterhalb von 30 bar Restdruck muss der Assistent informiert werden. Die Flasche wird vom Assistenten gewechselt.
3. Am "Blubbern" eines aufgesteckten Überdruckventils kann man sich davon überzeugen, dass Stickstoff "läuft". Dieses Gerät gehört zum Standardglassatz und sollte bei jeder Reaktion verwendet werden.
4. Die Vakuum-Linie sollte immer nur so kurz wie möglich geöffnet werden.
5. Es ist darauf zu achten, dass der Reinst-Stickstoff nicht unnütz verschwendet wird. Daher den Absperrhahn an der Abzug-Rückwand schließen, wenn kein Stickstoff mehr gebraucht wird.
6. Man sollte sich immer der Tatsache bewusst sein, dass bei offenen Schlenk-Hähnen und ungünstiger Orientierung der Reaktionsgefäße Lösungsmittel in die Stickstoffschläuche gelangen kann. (Schwerpunkt am Schlenk-Hahn!).
7. Bei der Belüftung großer Gefäße (> 1000 mL) kann es zu einem Druckabfall im gesamten System kommen, daher immer vorsichtig und langsam belüften (Feinregelung über den Hahn am Kolben).
8. Am Abend wird stets das Hauptventil im Flaschenschrank verschlossen.

Vakuum-Linie:

1. Pumpe/Anlage nach dem Ausschalten unbedingt belüften, damit kein Vakuum erhalten bleibt.
2. Die Kühlfallen erst nach Anlegen von Vakuum mit flüssigem Stickstoff kühlen, da sonst flüssiger Sauerstoff einkondensiert wird (*Explosionsgefahr*). Aus dem gleichen Grund niemals gleichzeitig die Anlage oder ein angeschlossenes Reaktionsgefäß zur Luft hin öffnen und gleichzeitig evakuieren. Niemals die Vakuum-Linie und die N_2 -Linie kurzschliessen. *Sollten Sie N_2 oder O_2 (erkennbar an der blauen Farbe) in die Kühlfallen*

einkondensiert haben, sofort den Assistenten informieren. In der Regel muss das Labor dann evakuiert werden - akute Explosionsgefahr! Im Wiederholungsfall droht Ausschluss aus dem Praktikum.

3. Nach Entfernen der Dewar-Gefäße müssen die Kühlfallen belüftet werden. Vorsicht bei vereisten Kühlfallen.

4. Werden Wasser, Methanol, oder THF und Acetonitril einkondensiert, kann die Kühlfalle beim Auftauen platzen.

5. Möglichst Lösungsmittel immer nur sortenrein einkondensieren. Kühlfallen dann auftauen und Lösungsmittel sortenrein entsorgen.

6. Abends müssen alle Kühlfallen vollständig entleert und zum Trocknen in die Abzüge gelegt werden.

7. Wenn die Anlage nicht verwendet wird, ist das Ventil zum Drucksensor zu schliessen. Sonst können korrosive Dämpfe den Sensor zerstören. Dies gilt insbesondere, wenn die Kühlfallen aufgetaut werden.

8. Aus Versehen an der falschen Stelle angelegtes Vakuum kann zu heftigem Aufsieden der Reaktion führen. Sie sparen sich viel Frust und das Putzen der gesamten Anlage, wenn Sie vor jedem Drehen eines Hahns nachdenken.



Standard-Vakuumanlage im AFP-Saal. 1: Stickstoffleitung, 2: N₂-Reduzierventil 50 mbar, 3: Kühlfallen mit Dewars, 4: digitale Druckanzeige, 5: Absperrhahn zum Drucksensor, 6: Wechselhähne für Vakuum und N₂, 7: N₂-Ast, 8: Vakuum-Ast.

Umgang mit flüssigem N₂:

1. Stickstoff nur im gefliesten Bodenbereich in die Dewar-Gefäße einfüllen.

2. N₂-Kannen *niemals* in die Abzüge wuchten. Verwenden Sie zum Füllen der Kühlfallen 1- oder 2-Liter Dewargefäße.

3. Es steht eine 100 l Transportkanne für flüssiges N₂ zur Verfügung. Aus dieser wird in die Handkannen

umgefüllt. Der Assistent unterweist Sie in die Bedienung der Abfüllanlage.

4. Unbedingt Sicherheitskleidung, *Schutzbrille* und *Lederhandschuhe* tragen. Der Lagerbehälter steht während der Entnahme unter Druck. Im schlimmsten Fall kann der Metall-Entnahmeschlauch heftig ausschlagen oder es kann zu Kälteverbrennungen kommen.



Transport-/Vorratskanne für flüssigen Stickstoff.

2.3. Verwendung der Handschuhbox

Die Handschuhbox ermöglicht das Ab-/Umfüllen sowie Abwiegen von Chemikalien unter Argonatmosphäre.

Einschleusen:

Schleusen-Checkliste:

Gehen Sie **vor** dem Einschleusen nochmals folgende Checkliste durch:

1. Alle geschlossenen Reaktionsgefäße vollständig evakuiert (und vorher einmal mit N_2 oder Ar gefüllt)?
2. Alle Gefäße und Gegenstände sauber und ausgeheizt (evtl. vorher mehrere Stunden im Trockenschrank)?
3. Mörser, Pistill, Trichter, Spatel, Wägeschiffchen, Rührfische, Stopfen, genug Klammern bereitgelegt?
4. Erreichen Spatel zum Auskratzen auch wirklich den Kolbenboden?
5. Gefäße beschriftet?

6. Gasflaschendruck ok? Bei unter 30 bar Assistenten informieren
7. Sind noch Einmalhandschuhe, Papiertücher und Alufolie in der Box?
8. Atmosphäre ok? Evtl. vom Assistenten überprüfen lassen.

Einschleusvorgang:

1. Die einzuschleusenden Geräte in die Schleuse legen. Glasgeräte müssen entweder offen oder evakuiert sein.
2. Äußere Schleusentür schließen. Die Kurbel nur leicht (mit 2 Fingerkuppen) andrücken.
ACHTUNG: NIEMALS Kurbel während des Evakuierens nachziehen, sonst kann die Tür beim Fluten der Schleuse abreißen!
3. Schleuse 3 mal für je 15 min. evakuieren, dazwischen jeweils mit 200 mbar N₂-Druck (d.h. auf -0.8 bar) fluten.
4. Schleuse vollständig fluten, dann Flut-/Evakuierventil auf Neutralstellung bringen.
Die innere Schleusentür kann nun geöffnet werden.

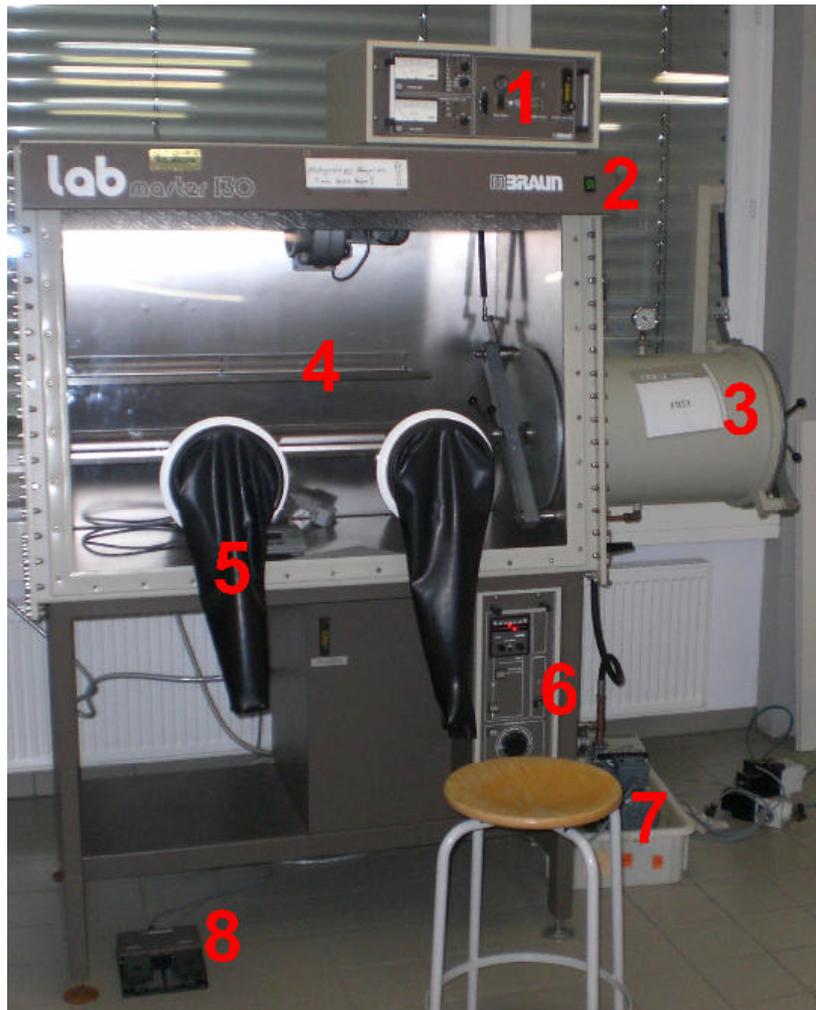
Arbeit an der Box:

1. Baumwollhandschuhe überziehen, dann in Boxhandschuhe schlüpfen. Der Argondruck kann über die Fußpedale reguliert werden. Keinen Unterdruck auf die Box ziehen!
2. In der Box blaue Einmalhandschuhe überziehen.
3. Gegebenenfalls innere Schleusentür öffnen.
4. Arbeitsfläche, die benutzt wird, mit Alufolie abdecken.
5. Bei Arbeit Kontakt mit scharfen Kanten (insbesondere an Glasgeräten!) vermeiden. Falls trotzdem ein Loch in den Handschuh gerissen wird, sofort einem Assistenten melden! Der Schaden ist potentiell deutlich höher wenn ein Riss verschwiegen wird.
6. Nach Arbeit: Stellen, die mit Chemikalien kontaminiert wurden, mit Papiertüchern abwischen.
7. Benutzte Papiertücher und Einmalhandschuhe locker in Alufolie wickeln. Eventuell kontaminierte Geräte (Spatel, Trichter) separat einwickeln.

Ausschleusen:

Anm.: Es wird davon ausgegangen, dass die Schleuse unter Argon steht. Wenn nicht, Einschleusprozedur ausführen.

1. Auszuschleusende Sachen (incl. kontaminierter Alufolie, Handschuhe, Papiertücher etc.) in Schleuse legen.
2. Innere Schleusentür schließen. Die Kurbel nur leicht (mit 2 Fingerkuppen) andrücken.
3. Äußere Schleusentür öffnen, Sachen herausnehmen.
4. Wenn nicht (innerhalb 30 min.) neuer Einschleusvorgang bevorsteht, Schleusentür schließen und Schleuse evakuieren.
5. Abfälle sachgerecht entsorgen. Insbesondere bei Arbeit mit pyrophoren Verbindungen auf Deaktivierung auch der benutzten Papiertücher und Handschuhe (z.B. mit Br₂/MeOH) achten.



Glovebox im AFP-Saal. 1: O₂/H₂O-Messgerät, 2: Lichtschalter, 3: Schleusenkammer, 4: Arbeitsbereich, 5: Handschuhe, 6: Schalttafel, 7: Ölpumpe, 8: Fußpedal zur Druckregelung.

Boxenkönige:

1. Es gibt täglich 3 feste Termine zum Einschleusen, weitere Termine nur nach Absprache. Bitte sprechen Sie sich mit den anderen Gruppen ab. Termine sind 10:00, 14:00 und 17:30 (über Nacht).
2. Sind mehrere Gruppen gleichzeitig an der Box: Absprechen!
3. Nach Arbeitsende sofort nächste Gruppe informieren.
4. Box für nachfolgende Gruppe so hinterlassen, wie man sie selbst vorfinden möchte (Sie müssen sie aber nicht mit Girlanden schmücken).
5. Tragen Sie ins Boxenbuch folgendes ein: Name, durchgeführte Arbeiten, Datum, O₂/H₂O-Gehalt der Atmosphäre, Restdruck der N₂-Flasche. Die Einträge ins Boxenbuch sind Pflicht! Bitte vor Beginn des Einschleusvorgangs eintragen.

2.4. Richtiges Auswiegen

N₂ und Ar Gas haben ein Eigengewicht. Geschlossene Schlenkgefäße werden mit Inertgasfüllung gewogen. Wiegen Sie Gefäße immer ohne Klammern, aber immer mit denselben Stopfen und Hähnen (markieren/beschriften). Die Ausbeute kann dann durch Differenzbildung von Leergewicht und Trockengewicht

nach Trocknung der Substanz berechnet werden. Es lohnt sich immer, das Leergewicht auf den Kolben zu schreiben.

2.5. Abgabe von NMR-Proben

Die Abgabe von NMR-Proben erfolgt im NMR-Raum bei Dr. Harald Scherer (bzw. Vertretung). Dabei ist darauf zu achten, dass das Probenröhrchen nicht abgebrochen (zu kurz) ist. Der Füllstand sollte ca. 5 cm betragen (entspricht ca. 0.7-0.8 ml Lösungsmittel). Verwenden Sie möglichst eine neue Spritze oder immer dieselbe Spritze für dasselbe Lösungsmittel. Es sollten sich keine Schwebstoffe und möglichst kein Niederschlag in der Probe befinden. Die Probe muss abgeschmolzen oder fest verschlossen sein (mit Kappe und Parafilm). Befestigen Sie an jeder Probe einen kleinen Zettel mit folgenden Angaben:

- AFP - Semester (z.B. „AFP WS09/10“)
- Gruppen-Nr.
- Namen
- Name der Substanz / Summenformel
- verwendetes deuteriertes Lösungsmittel
- evtl. vorhandene nicht deuterierte Lösungsmittel
- gewünschte Kerne (angeben ob Integration/Kopplungen erwünscht sind)

2.6. Reinigung von Glasgeräten und Fritten

Glasgeräte:

1. Feste Rückstände vorschriftsmäßig vernichten. Lösliche Rückstände mit wenig Aceton in die vorgesehenen Gefäße im Abzug spülen.
2. Schliffe mit Küchenpapier entfetten.
3. Geräte mit Scheuermilch/Scheuerpulver und Bürste behandeln. Mit Wasser nachspülen.
4. Mit Aceton spülen. Aceton sammeln und recyceln.
5. Trocknen im Trockenschrank (keine Plastikteile).

Fritten:

1. Einige Stunden ins HNO_3 Bad einlegen.
2. Mit viel Wasser ausspülen.
3. Mit Aceton durchspülen.
4. Trocknen im Trockenschrank. Fritten nicht ins Laugenbad einlegen!

In schwierigen Fällen:

1. Mit $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$ behandeln; eventuell längere Zeit einwirken lassen, bis Fritte wieder durchgängig ist.
2. Hartnäckige Rückstände durch Einwirkung von alkalischer H_2O_2 -Lösung behandeln.
3. Mehrmals Wasser durchsaugen bis zu pH-Wert = 7.
4. Mehrmals wenig Aceton durchsaugen.
5. Trocknen im Trockenschrank.

2.7. Umgang mit Gasflaschen

Nur erfahrene und geschulte Personen dürfen mit Gasen umgehen. Wenn Sie noch nicht eingewiesen wurden, fragen Sie zuerst einen Assistenten.

1. Gase dürfen aus den Flaschen nur mittels angeschlossener mängelfreier Druckminderventile entnommen werden.
2. Gasflaschen sind gegen Umfallen oder Herabfallen zu sichern (z.B. Ketten oder Bügel).
3. Gasflaschen sind vor Erwärmung durch Heizkörper oder offene Flammen zu schützen.
4. Gase nie aus einer Druckgasflasche in eine andere umfüllen.
5. Die Ventilanschlüsse müssen sauber gehalten werden.
6. Flaschen-Kennzeichnungen (z.B. Aufkleber) dürfen nicht beschädigt oder beseitigt werden.
7. Die Ventile und Armaturen an Sauerstoff-Flaschen sind öl- und fettfrei zu halten.
8. Gasflaschen mit Schäden (z.B. Ventilschäden, Brandschäden) dürfen nicht betrieben werden. Sie sind deutlich zu kennzeichnen, und der Assistent ist über die weitere Behandlung zu befragen.
9. Gasflaschen dürfen nur mit zugelassenem Ventilschutz (z. B. Flaschenkappe) und bei ausreichender Sicherung gegen Verrutschen oder Umherrollen transportiert werden.
10. Nicht benutzte Druckminderer müssen geschlossen und restdruckfrei aufbewahrt werden.
11. Druckminderer für HCl und andere korrosive Gase müssen nach der Verwendung sofort gründlich innen gereinigt werden, sonst treten Beschädigungen und Undichtigkeiten auf.

2.8. Bewertung im Fortgeschrittenenpraktikum Anorganische Chemie

1. Das Fortgeschrittenenpraktikum, das eine Vertiefung des anorganischen Grundwissens und eine Hinführung zur forschenden Tätigkeit vermitteln soll, verlangt eine mindestens mit "ausreichend" beurteilte praktische Leistung. Eine schlechter als "ausreichende" Bewertung in einem der beiden praktischen Teile des Kurses kann nur durch dessen Wiederholung kompensiert werden. Bei grob fahrlässigen Verstößen gegen die Praktikumsordnung behalten wir uns vor, das Praktikum als nicht bestanden zu werten bzw. den Teilnehmer vom Praktikum auszuschließen.
2. Die experimentellen Ergebnisse, die z.B. anhand der Praktikumspräparate erzielt wurden, sollen in Form von Vor- und Hauptprotokollen zusammengefasst werden. Diese werden dem jeweiligen Assistenten zur Überprüfung vorgelegt und stellen eine Diskussionsgrundlage für das Abschlusskolloquium dar. Vor Beginn des Versuchs müssen die Vorprotokolle in korrigierter Form vorliegen und vom Assistenten abgezeichnet sein. Wird ein Protokoll mit einer schlechteren Note als "ausreichend" bewertet, muss es erneut abgegeben werden. Zusätzlich wird vor Beginn jedes Versuchs ein Gruppen-Kolloquium mit dem betreuenden Assistenten abgehalten. Das Kolloquium muss ebenfalls bestanden werden (einmalige Wiederholung möglich). Bei zweimaligem Nichtbestehen gibt es eine letzte Wiederholungsmöglichkeit unter Anwesenheit der Praktikumsleitung.
3. Spätestens 3 Wochen nach Abschluss des Praktikums sind die Hauptprotokolle in korrigierter Form dem zuständigen Assistenten vorzulegen. Werden nicht alle Protokolle fristgerecht abgegeben, zählt das Praktikum als nicht bestanden.

4. Nach Praktikumsende werden gruppenweise Abschlusskolloquien durchgeführt. Die korrigierten Protokolle sind vorher gesammelt, korrigiert und vom Assistenten unterschrieben bei der Praktikumsleitung abzugeben. Termine s. Aushang "Prüfungstermine". Wiederholung der Abschlusskolloquien ist möglich.
5. Alle Bewertungen im Praktikum und den Kolloquien sind unabhängig vom Gruppenpartner im Kurs. Die Protokolle sollen gemeinsam verfasst werden und werden auch gruppenweise benotet.
6. Die Bewertungen des praktischen Teils (zusammengesetzt aus Protokollen und Platzkolloquien), sowie die Note für die Vorträge und Abschlusskolloquien ergeben die Endnote.
7. Scheinausgabe erfolgt im Sekretariat von Prof. Hillebrecht. Sie erhalten eine Rechnung über Glasbruch. Diese ist bar zu bezahlen (Nils Trapp, Raum 331a). Nach Bezahlung erhalten Sie eine Quittung und den Schein.

3. Präparateverzeichnis

Vorbemerkung:

Die angegebenen Literaturstellen sollen Ihnen eine Grundlage liefern, um selbst eine sinnvolle und durchführbare Reaktionsvorschrift zu erarbeiten. In vielen Fällen reicht es nicht aus, die publizierte Arbeitsanweisung einfach abzuschreiben. Dies ist durchaus gewollt, da die Fähigkeit zur selbständigen Reaktionsplanung Teil der praktischen Ausbildung ist. Oftmals gibt es bessere Reaktionswege, die nirgendwo publiziert sind. Die Assistenten sind dazu angehalten, die Arbeitsvorschrift mit Ihnen zusammen zu diskutieren und ggf. zu berichtigen. Sie sollten sich im Vorfeld bereits Gedanken über alternative Syntheserouten und Reinigungsschritte machen.

Klarstellung: Unter Zweihals- und Rundkolben verstehen wir im Folgenden „Zweihals- und Rundkolben mit zusätzlichem Hahn“.

3.1. $\text{Ag}[\text{Al}(\text{OC}(\text{CF}_3)_3)_4]$ / $\text{Ag}[\text{Al}(\text{OCH}(\text{CF}_3)_2)_4]$ / $\text{Ag}[\text{Al}(\text{OCCH}_3(\text{CF}_3)_2)_4]$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:



AgF

CH_2Cl_2 (Lösungsmittel)

Doppelschlenkkolben mit G4-Fritte und Teflonverschlüssen

Ansatzgröße:

10 g

Bemerkungen:

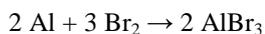
Das Produkt ist etwas lichtempfindlich. Bitte in Braunglas aufbewahren, Reaktionskolben mit Alufolie umwickeln.

Literatur:

I. Krossing, *Chem. Eur. J.* **2001**, 7(2), 490.

3.2. AlBr_3

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Al (Folie)

Brom

Hexan (Lösungsmittel)
Schlenkrohr mit Teflonhahn
Kondensationsbrücke

Ansatzgröße:

3 g

Bemerkungen:

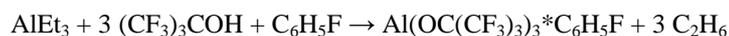
Vorsicht beim Umgang mit Brom.

Literatur:

An den Assistenten wenden.

3.3. $\text{Al}(\text{OC}(\text{CF}_3)_3)_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_5\text{F}$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

AlEt_3

$(\text{CF}_3)_3\text{COH}$

$\text{C}_6\text{H}_5\text{F}$ (Lösungsmittel)

Tropftrichter mit Teflonhahn

Dreihalskolben

Kühlbad

Dimroth- oder Intensivkühler und Kryostat

Aufsteckblubber

Ansatzgröße:

5 g

Bemerkungen:

Das Produkt ist zwar bei Raumtemperatur kurzfristig stabil, sollte aber trotzdem konsequent bei 0°C gelagert werden. Vorsicht beim Umgang mit AlEt_3 .

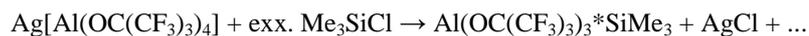
Literatur:

L. O. Müller, D. Himmel, J. Stauffer, G. Steinfeld, J. Slattery, G. Santiso-Quinones, V. Brecht, I. Krossing, *Angew. Chem.* **2008**, *120*, 7772.

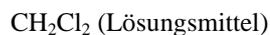
http://www.freidok.uni-freiburg.de/volltexte/4929/pdf/Dissertation_Lutz_Mueller.pdf

3.4. $\text{Al}(\text{OC}(\text{CF}_3)_3)_3 \cdot \text{TMS}$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:



Schlenkfritte

Zweihalskolben

Trockeneisbad

Ansatzgröße:

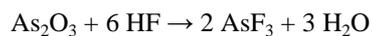
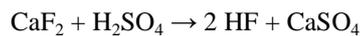
5 g

Literatur:

n. vorh.

3.5. AsF_3

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:



spezielle Glasgeräte erhalten Sie vom Assistenten

Ansatzgröße:

40 g

Bemerkung:

Nur ein Satz Spezialgeräte vorhanden, erkundigen Sie sich ob noch eine andere Gruppe die Synthese durchführt und sprechen Sie sich ab.

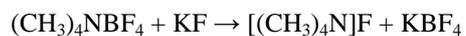
Literatur:

D. R. Aris, C. Knapp, J. Passmore, X. Wang, *J. Fluorine Chem.* **2005**, 126, 1368.

C. J. Hoffman, *Inorg. Synth.* **1953**, 4, 150.

3.6. $(\text{CH}_3)_4\text{NF}$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

$(\text{CH}_3)_4\text{NBF}_4$

KF

Mg

Methanol (Lösungsmittel)

Destillationsbrücke

Rundkolben

Ansatzgröße:

5 g

Bemerkung:

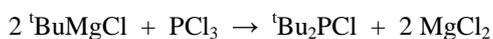
Methanol muss vorher mit Mg absolutiert werden. Abgewandelte Syntheseroute aus dem Tetrafluoroborat beim Assistenten erfragen.

Literatur:

K. O. Christe, W. W. Wilson, R. D. Wilson, R. Bau, J. Feng, *J. Am. Chem. Soc.* **1990**, 112, 7619.

3.7. ${}^t(\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{PCl}$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

tert-Butylchlorid

Magnesiumspäne

Diethylether (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Rückflußkühler

Überdruckblubber

Tropftrichter

Kühlfalle

Große Fritte

div. Rundkolben

Ansatzgröße:

20 g

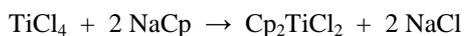
Literatur:

M. Fild, O. Stelzer, *Inorg. Chem.* **1973**, 14, 4; H. Hoffmann, P. Schellenbeck, *Chem. Ber.* **1967**, 100,

692.

3.8. $[(\eta^5\text{-C}_5\text{H}_5)_2\text{TiCl}_2]$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

TiCl₄

NaC₅H₅

Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)

Toluol (Lösungsmittel)

Hexan (Lösungsmittel)

Chloroform (Lösungsmittel)

Diethylether (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Rückflußkühler

Tropftrichter

Kühlfalle

Extraktionsfritte

Rundkolben

Ansatzgröße:

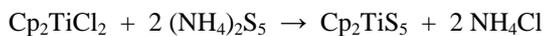
10 g

Literatur:

G. Wilkinson, J. M. Birmingham, *J. Am. Chem. Soc.* **1954**, 76, 4281; L. Summers, R. H. Vloth, *J. Am. Chem. Soc.* **1955**, 76, 2278; L. Summers, R. H. Vloth, A. Holmes, *J. Am. Chem. Soc.* **1955**, 77, 3604.

3.9. $[(\eta^5\text{-C}_5\text{H}_5)_2\text{TiS}_5]$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Cp₂TiCl₂

Dichlormethan (Lösungsmittel)

Ammoniakwasser (konz.)

Schwefel

Na₂SO₄ (Trocknungsmittel)

Becherglas

Scheidetrichter

Kühlfalle

Ansatzgröße:

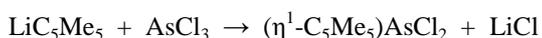
2.5 g

Literatur:

H. Köpf, M. Schmidt, *Angew. Chem.* **1965**, 77, 965; H. Köpf, B. Block, M. Schmid, *Chem. Ber.* **1968**, 101, 272; R. Steudel, R. Strauss, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.* **1984**, 1775; A. Shaver, J. M. McCall, G. Marmolejo, *Inorg. Synth.* **1990**, 27, 60.

3.10. [(C₅Me₅)AsCl₂]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Zweihalskolben

Tropftrichter

Rückflußkühler

LiC₅Me₅

AsCl₃

Diethylether (Lösungsmittel)

Toluol (Lösungsmittel)

Kühlfalle

Fritte

Kieselgur

Rundkolben

Ansatzgröße:

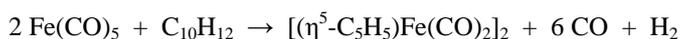
2.5 g

Literatur:

P. Jutzi, H. Saleske, *Chem. Ber.* **1988**, 117, 222.

3.11. [(η⁵-C₅H₅)Fe(CO)₂]₂

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Dicyclopentadien

Fe(CO)₅

Pentan

Dichlormethan (Lösungsmittel)

Diethylether (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Intensivkühler

Fritte

Rundkolben

Kühlfalle

Bemerkungen:

Die Zielverbindung ist luftstabil, evtl. kann aber pyrophores Eisen als Nebenprodukt entstehen.

Umkristallisieren aus Diethylether/Dichlormethan.

Ansatzgröße:

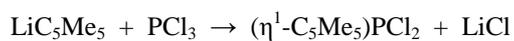
10 g

Literatur:

R. B. King, F. G. A. Stone, *Inorg. Synth.* **1963**, 7, 110.

3.12. [(C₅Me₅)PCl₂]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

LiC₅Me₅

PCl₃

Diethylether (Lösungsmittel)

Toluol (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Tropftrichter

Rückflußkühler

Kühlfalle

Fritte

Kieselgur

Rundkolben

Ansatzgröße:

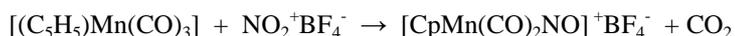
2.5 g

Literatur:

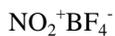
P. Jutzi, H. Saleske, *Chem. Ber.* **1988**, 117, 222; P. Jutzi, N. Brusdeilius, A. Mix, in: H. H. Karsch, *Synthetic Methods of Organometallic and Inorganic Chemistry (Herrmann/Brauer)*, Georg Thieme Verlag, Stuttgart **1996**, Vol. 3, S. 113.

3.13. [(C₅H₅)Mn(CO)₂NO][BF₄]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:



Nitromethan (Lösungsmittel)

Diethylether (Lösungsmittel)

div. Rundkolben

Fritte

Ansatzgröße:

5 g

Literatur:

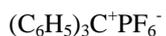
A. N. Nesmeyanov, K. N. Anisimov, N. E. Kolobova, L. L. Krasnoslobodskaya, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Khim.* **1970**, 860; vgl. *Bull. Akad. Sci. USSR, Chem. Sci.* **1970**, 807.

3.14. [(C₇H₇)Mo(CO)₃][PF₆]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:



Dichlormethan (Lösungsmittel)

Aceton (Lösungsmittel)

Rundkolben (3)

Fritte

Ansatzgröße:

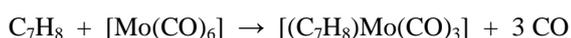
2 g

Literatur:

H. J. Dauben, L. R. Honnen, , *J. Am. Chem. Soc.* **1958**, *80*, 5570; R. B. King, *Organometallic Syntheses*, Bd.1, Academic Press, New York **1965**, S. 165.

3.15. (C₇H₈)Mo(CO)₃

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Cycloheptatrien

[Mo(CO)₆]

Octan (Lösungsmittel)

Aceton (Lösungsmittel)

Rundkolben

Steigrohr

Rückflußkühler

Sublimationsapparatur

Ansatzgröße:

3 g

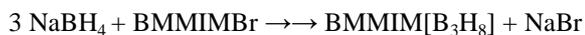
Literatur:

W. Abel, M. A. Bennett, R. Burton, *J. Chem. Soc.* **1958**, 4559; F. A. Cotton, J. A. McCleverty, J. E.

White, *Inorg. Synth.* **1990**, 28, 165.

3.16. 1-C₄H₉-2-CH₃-3-CH₃-C₃H₂N₂[B₃H₈]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

1-C₄H₉-2-CH₃-3-CH₃-C₃H₂N₂Cl (BMMIMBr)

NaBH₄

CH₂Cl₂ (Lösungsmittel)

Na₂SO₄

Schlenkkolben mit Teflonverschluss

Fritte

Ultraschallbad

Schütteltrichter

Ansatzgröße:

2 g

Bemerkungen:

Reaktionsdauer sehr lange, bitte frühzeitig ansetzen.

Literatur:

M. Büchner, *Diplomarbeit*, Freiburg **2008**. Bitte an den Assistenten wenden.

3.17. C₁₂F₁₅OH

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Mg

C₆F₅Br

Perfluorocyclohexanon

Diethylether (Lösungsmittel)

HCl (konz.)

Rückflusskühler

Aufsteckblubber

Zweihalskolben

Tropftrichter

Sublimationsapparatur

Ansatzgröße:

10 g

Bemerkungen:

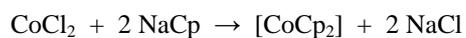
Perfluorocyclohexanon ist sehr teuer, bitte Vorsicht!

Literatur:

N. Trapp, *Novel salts of weakly coordinating perfluorinated alkoxyaluminate anions and their parent lewis acids (Dissertation)*, Freiburg **2008**.

3.18. [Co(C₅H₅)₂]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

CoCl₂ (wasserfrei)

NaCp

Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)

Rundkolben

Rückflußkühler

Kühlfalle

Sublimationsapparatur

Ansatzgröße:

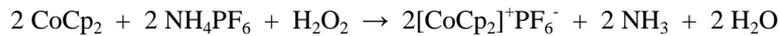
5 g

Literatur:

C. Furlani, J. Collamati, *Chem. Ber.* **1962**, *95*, 2928; B. Heyn, B. Hipler, G. Kreisel, H. Schreer, D. Walther, *Anorganische Synthesechemie*, Springer Verlag, Berlin **1990**, S. 165.

3.19. $[\text{Co}(\text{C}_5\text{H}_5)_2][\text{PF}_6]$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

CoCp₂

NH₄PF₆

H₂O₂ (35 % in Wasser)

Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)

Petrolether (Lösungsmittel)

Rundkolben

Kieselgur

Gaseinleitungsrohr

Fritte

Ansatzgröße:

2 g

Literatur:

W.P. Fehlhammer, W.A. Herrmann, K. Öfele, in G. Brauer (Hrsg.), *Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie*, Band 3, S. 1849.

3.20. $\text{Co}(\text{C}_5\text{H}_5)(\text{CO})_2$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

[Co₂(CO)₈]

C₅H₆ (frisch destilliert!)

Dichlormethan (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Rückflußkühler

Kühlfalle

Destillationsapparatur

Ansatzgröße:

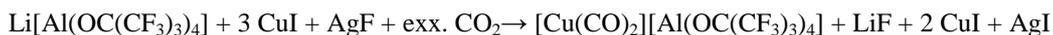
3 g

Literatur:

T. S. Pieper, F. A. Cotton, G. Wilkinson, *J. Inorg. Nucl. Chem.* **1955**, *1*, 165; M. D. Rausch, R. A. Genetti, *J. Org. Chem.* **1970**, *35*, 3888.

3.21. [Cu(CO)₂][Al(OC(CF₃)₃)₄]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Li[Al(OC(CF₃)₃)₄]

CuI

AgF

CH₂Cl₂ (Lösungsmittel)

CO-Gasflasche und Druckminderer.

Spezieller Doppel-Schlenkkolben mit fettfreien Verschlüssen und Fritte

Ultraschallbad

Ansatzgröße:

1 g

Bemerkungen:

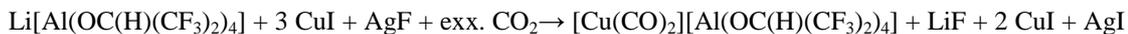
Vorsicht mit Überdruck in geschlossenen Reaktionsgefäßen. Abzugsscheibe immer geschlossen lassen oder Berstschild verwenden. Planen Sie die lange Reaktionsdauer im Ultraschallbad ein!

Literatur:

J. Schaefer, *Diplomarbeit*, **2008**, Freiburg. Bitte an den Assistenten wenden.

3.22. [Cu(CO)₂][Al(OC(H)(CF₃)₂)₄]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Li[Al(OC(H)(CF₃)₂)₄]

CuI

AgF

Ortho-Difluorbenzol (Lösungsmittel)

CH₂Cl₂ (Lösungsmittel)

Hexan (Lösungsmittel)

CO-Gasflasche und Druckminderer.

Spezieller Doppel-Schlenkkolben mit fettfreien Verschlüssen und Fritte
Ultraschallbad

Ansatzgröße:

1 g

Bemerkungen:

Vorsicht mit Überdruck in geschlossenen Reaktionsgefäßen. Abzugsscheibe immer geschlossen lassen oder Berstschild verwenden. Planen Sie die lange Reaktionsdauer im Ultraschallbad ein!

Literatur:

J. Schaefer, *Diplomarbeit*, 2008, Freiburg. Bitte an den Assistenten wenden.

3.23. [Cu(o-C₆F₂H₄)₂][Al(OC(CF₃)₃)₄]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Li[Al(OC(CF₃)₃)₄]

CuI

AgF

Ortho-Difluorbenzol (Lösungsmittel)

Spezieller Doppel-Schlenkkolben mit fettfreien Verschlüssen und Fritte

Ultraschallbad

Ansatzgröße:

1 g

Bemerkungen:

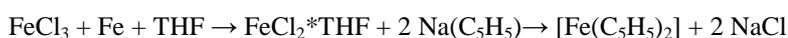
Planen Sie die lange Reaktionsdauer im Ultraschallbad ein!

Literatur:

J. Schaefer, *Diplomarbeit*, 2008, Freiburg. Bitte an den Assistenten wenden.

3.24. [Fe(C₅H₅)₂]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

FeCl₃

Fe (Pulver)

Na(C₅H₅)
Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)
Petrolether 60/70
Rückflusskühler
Aufsteckblubber
Zweihalskolben
Soxhlet-Extraktor + Hülse

Ansatzgröße:
3 g

Bemerkungen:

Besorgen Sie sich rechtzeitig beim Assistenten den Extraktor mit passender Hülse. Vorsicht beim Extrahieren, durch feinverteilte Eisenpartikel ist das Gemisch pyrophor! Die Extraktionshülse muss in Absprache mit dem Assistenten entsorgt werden. Pyrophore Extraktionsrückstände dieses Präparates haben bereits mehrere schwere Brände ausgelöst.

Literatur:

W.P. Fehlhammer, W.A. Herrmann, K. Öfele (G. Brauer Hrsg.), *Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie*, Band 3, 1842.

3.25. [Fe(C₅H₅)₂][PF₆]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Fe(C₅H₅)₂
H₂SO₄ (konz.)
NH₄PF₆
Rundkolben
Eisbad

Ansatzgröße:
3 g

Literatur:

W.P. Fehlhammer, W.A. Herrmann, K. Öfele (G. Brauer Hrsg.), *Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie*, Band 3, 1845.

3.26. Fe₃(CO)₁₂

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

$\text{Fe}(\text{CO})_5$

Methanol (Lösungsmittel)

NaOH

KMnO_4

Ethanol

$\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$

H_2SO_4 (konz.)

NH_4Cl

Zweihalskolben

Rückflußkühler

Tropftrichter

Erlenmeyerkolben

Filternutsche

Eisbad

Ansatzgröße:

5 g

Bemerkungen:

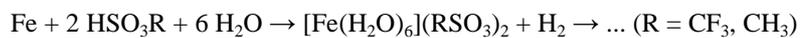
MnO_2 -Suspension frisch darstellen (Reduktion von KMnO_4 mit Ethanol).

Literatur:

W. Hieber, *Z. anorg. allg. Chem.* **1932**, 204, 165; W. Hieber, G. Brendel, *Z. anorg. allg. Chem.* **1957**, 289, 324; F. G. A. Stone, *Inorg. Synth.* **1963**, 7, 193.

3.27. $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2$ / $[\text{Fe}(\text{CH}_3\text{SO}_3)_2]$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Eisenpulver

Trifluorsulfonsäure oder Methansulfonsäure

Rundkolben

Eisbad

Rückflußkühler

Schlenkfritte

Aufsteckblubber

Tropftrichter mit Teflonhahn

Ansatzgröße:

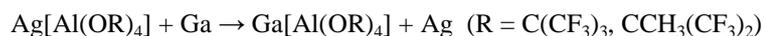
10 g

Literatur:

K. S. Hagen, *Inorg. Chem.* **2000**, *39*, 5867.

3.28. **Ga[Al(OC(CF₃)₃)₄] / Ga[Al(OCCH₃(CF₃)₂)₄]**

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Gallium

Ag[Al(OC(CF₃)₃)₄] oder Ag[Al(OCCH₃(CF₃)₂)₄]

Fluorbenzol (Lösungsmittel)

Doppelschlenkkolben mit G4-Fritte und Teflonverschlüssen

Ansatzgröße:

3 g

Literatur:

J. M. Slattery, A. Higelin, T. Bayer, I. Krossing, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2010**, *49*, 3228.

3.29. **GaBr₃**

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Rundkolben

Tropftrichter

Spezialapparatur für GaX₃ / AlX₃ Synthese

Glasrührfisch

Ansatzgröße:

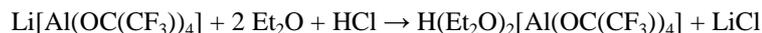
3 g

Literatur:

An den Assistenten wenden.

3.30. $\text{H}(\text{Et}_2\text{O})_2[\text{Al}(\text{OC}(\text{CF}_3))_4]$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

$\text{Li}[\text{Al}(\text{OC}(\text{CF}_3))_4]$

HCl-Gas (abgemessen in Gaskolben)

Diethylether (Lösungsmittel)

Rundkolben

Schlenkfritte

Dewargefäß in Schalenform

Ansatzgröße:

5 g

Bemerkungen:

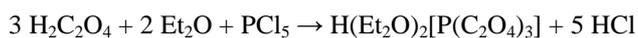
Die stöchiometrische Menge HCl-Gas muss mit dem Assistenten an einer speziellen Anlage abgemessen werden.

Literatur:

I. Krossing, A. Reisinger, *Eur. J. Inorg. Chem.* **2005**, 10, 1979.

3.31. $\text{H}(\text{Et}_2\text{O})_2[\text{P}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Oxalsäure (wasserfrei)

PCl_5

Diethylether (Lösungsmittel)

Rückflusskühler

Aufsteckblubber

Zweihalskolben

Schlenkfritte

Ansatzgröße:

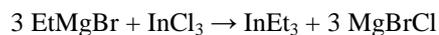
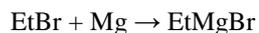
10 g

Literatur:

U. Wietelmann, W. Bonrath, T. Netscher, H. Nöth, J.-C. Panitz, M. Wohlfahrt-Mehrens, *Chem. Eur. J.* **2004**, 10, 2451.

3.32. $\text{In}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

InCl_3

Mg

EtBr

Diethylether (Lösungsmittel)

Rückflusskühler

Aufsteckblubber

Zweihalskolben

Schlenkkolben

Tropftrichter mit Teflonhahn

Destillationsanlage

Ansatzgröße:

4 g

Bemerkungen:

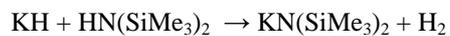
Die Verbindung ist extrem pyrophor. Das Präparat sollte direkt in ein Schlenkgefäß mit fettfreiem Teflonverschluss destilliert werden (vom Assistenten auszugeben). Standard-Schlenkgefäße mit Schliffen reichen nicht aus, um die Verbindung länger zu lagern.

Literatur:

F. Runge, W. Zimmermann, H. Pfeiffer, I. Pfeiffer, *Z. f. Anorg. u. Allg. Chem.* **1951/1952**, 267, 39.

3.33. $\text{KN}(\text{SiMe}_3)_2$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

KH

$\text{HN}(\text{SiMe}_3)_2$

THF

Zweihalskolben

Rückflusskühler

Aufsteckblubberer

Kühlfalle

Kondensationsbrücke

Ansatzgröße:

5 g

Bemerkungen:

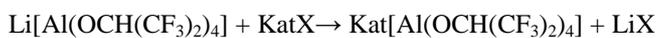
KH (erhältlich als 25-30%ige Suspension im Mineralöl) wird vor der Verwendung mehrmals mit Hexan gewaschen, im Hochvakuum getrocknet und in der Glovebox aufbewahrt.

Literatur:

J. Åhman, P. Somfai, *Synthetic Commun.* **1995**, 25, 2301.

3.34. [Kat][Al(hfip)₄] (Kat = substituiertes Imidazolium-, Pyrrolidinium-, Pyridinium-, Piperidinium- oder Phosphoniumkation)

Reaktionsgleichung:



X = Cl⁻ oder Br⁻

Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Li[Al(OCH(CF₃)₂)₄]

KatX

CH₂Cl₂ (Lösungsmittel)

Hexan (Lösungsmittel)

Kieselgur

Rundkolben

Säule oder Schlenkfritte

Ansatzgröße:

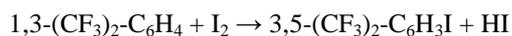
6 g

Literatur:

Bitte an den Assistenten wenden.

3.35. 3,5-(CF₃)₂-C₆H₃I

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Schwefelsäure (rauchend)

1,3-(CF₃)₂-C₆H₄

Iod

Natriumdisulfit

Natriumhydrogencarbonat
NaCl
MgSO₄
Diethylether (Lösungsmittel)
Rückflusskühler
Ausfteckblubber
Zweihalskolben
Tropftrichter
Scheidetrichter

Ansatzgröße:
20 g

Bemerkungen:

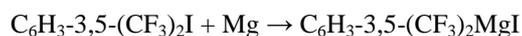
Beim Arbeiten mit rauchender Schwefelsäure ist mit Isoprenhandschuhen (schwarz) zu arbeiten. Achten Sie auf Korrosion (gefährden Sie auf keinen Fall den Vakuumsensor).

Literatur:

K. Fujiki, M. Kashiwagi, H. Miyamoto, A. Sonoda, J. Ichikawa, H. Kobayashi, Takaaki Sonoda, *J. Fluorine Chem.* **1992**, 57, 307.

3.36. **K[B(C₆H₃-3,5-(CF₃)₂)₄] / Na[B(C₆H₃-3,5-(CF₃)₂)₄]**

Reaktionsgleichung:



M = Na oder K

Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Mg
C₆H₃-3,5-(CF₃)₂I
BF₃ in Diethylether
Diethylether (Lösungsmittel)
Methanol (Lösungsmittel)
Hexan (Lösungsmittel)
CH₂Cl₂ (Lösungsmittel)
Silica-Gel
Rückflusskühler
Ausfteckblubber
Zweihalskolben
Tropftrichter
Scheidetrichter

Säule oder Schlenkfritte

Ansatzgröße:

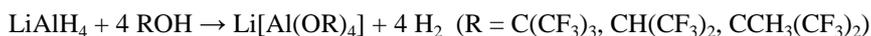
5 g

Literatur:

H. Nishida, N. Takada, M. Yoshimura, T. Sonoda, H. Kobayashi, *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **1984**, 57, 2600.

3.37. $\text{Li}[\text{Al}(\text{OC}(\text{CF}_3)_3)_4]$ / $\text{Li}[\text{Al}(\text{OCH}(\text{CF}_3)_2)_4]$ / $\text{Li}[\text{Al}(\text{OCCH}_3(\text{CF}_3)_2)_4]$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

LiAlH_4

$(\text{CF}_3)_3\text{COH}$ oder $(\text{CF}_3)_2\text{CHOH}$ oder $(\text{CF}_3)_2\text{CH}_2\text{COH}$

Hexan (Lösungsmittel)

Diethylether (Lösungsmittel)

Umlauffritte

Zweihalskolben

Tropftrichter

Intensivkühler

Kryostat

Ansatzgröße:

10 g

Bemerkungen:

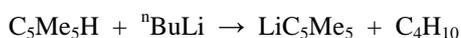
LiAlH_4 ist vor der Reaktion durch Lösen in Diethylether zu reinigen. Dies geschieht am besten mit einer speziellen Umlauffritte. Bitte beachten: Dabei entsteht zuerst LiAlH_4 -Etherat. Die Verbindung muss im Vakuum bei 80°C getrocknet werden, explodiert aber bei 120°C! Verwenden Sie zur Sicherheit kein Öl- sondern ein Wasserbad. Achtung bei der Entsorgung der pyrophoren Rückstände in der Fritte. LiAlH_4 muss sehr fein gemörsert werden.

Literatur:

I. Krossing, *Chem. Eur. J.* **2001**, 7(2), 490.

3.38. $\text{Li}(\text{C}_5\text{Me}_5)$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

C₃Me₃H

ⁿBuLi (Lösung in Hexan)

Hexan (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Tropftrichter

Überdruckblubber

Fritte

Ansatzgröße:

5 g

Bemerkung:

Das Produkt fällt als sehr feines Pulver an, das die Fritte verstopfen kann.

Literatur:

O. T. Beachley Jr., R. Blom, M. R. Churchill, K. Faegri Jr., J. C. Fettinger, J. C. Pazik, L. Victoriano, *Organometallics* **1989**, *8*, 346.

3.39. LiP(SiMe₃)₂ • x THF (x = 1.8 – 2.2)

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Tris(trimethylsilyl)phosphan

Butyllithium (Lösung in Hexan)

Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)

Toluol

Pentan

Zweihalskolben

Tropftrichter

Kühlfalle

Fritte

Rundkolben

Ansatzgröße:

5 g

Bemerkung:

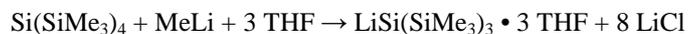
Der THF-Gehalt wird über ¹H-NMR bestimmt. Extreme Vorsicht beim Umgang mit Tris(trimethylsilyl)phosphan!

Literatur:

G. Fritz, W. Hölderich, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1976**, 422(2), 104-114.

3.40. **LiSi(SiMe₃)₃ • 3 THF**

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Tetrakis(trimethylsilyl)silan

Methylolithium (Lösung in Diethylether)

Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)

Pentan (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Tropftrichter

Überdruckblubber

Kühlfalle

Fritte

div. Rundkolben

Ansatzgröße:

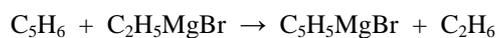
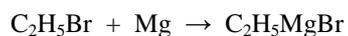
5 g

Literatur:

G. Gutekunst, A. G. Brook, *J. Organometallic Chem.* **1982**, 225, 1-3.

3.41. **[Mg(C₅H₅)₂]**

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Magnesiumspäne

Ethylbromid

Cyclopentadien (frisch destilliert)

Diethylether (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Rückflußkühler

Tropftrichter

Überdruckblubber

Kühlfalle

Sublimationsapparatur

Ansatzgröße:

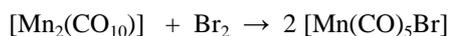
5 g

Literatur:

G. Fraenkel, R. E. Carter, A. McLachlan, J. H. Richards, *J. Am. Chem. Soc.* **1960**, 82, 5846.

3.42. [Mn(CO)₅Br]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

[Mn₂(CO₁₀)]

Brom

CCl₄ (Lösungsmittel)

Methanol (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Tropftrichter

Chloroform

Kühlfalle

Sublimationsapparatur

Ansatzgröße:

2 g

Literatur:

E. W. Abel, G. Wilkinson, *J. Chem. Soc.* **1959**, 1501.

3.43. [Mo(O₂CCH₃)₄]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Mo(CO)₆

Eisessig

Acetanhydrid

Ethanol (Lösungsmittel)

Diethylether (Lösungsmittel)

div. Rundkolben

Liebigkühler

Fritte

Ansatzgröße:

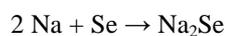
2 g

Literatur:

Inorg. Synth. **1972**, 13, 88ff.; *Acta Cryst. B* **1986**, 42, 533-538; W.R. Hastings, M.C. Baird, *Inorg. Chem.* **1986**, 25, 2913-2915; R.J. Mureinik, *J. inorg. nucl. Chem.* **1976**, 38, 1275-1278; M. Handa et al., *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **1995**, 68, 2567-2572.

3.44. Na₂Se

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Natrium-Metall

NH₃ (Gas)

Selen (Pulver)

Trockeneis

Zweihalskolben

Rückflusskühler

KPG-Rührer

Ansatzgröße:

2 g

Bemerkung:

Falls man keinen KPG-Rührer verwendet, sollte ein Rührfisch mit Glasmantel Verwendung finden, da Teflon angegriffen wird.

Literatur:

R. Pätow, Dissertation, Univ. Karlsruhe **2002** (beim Assistenten erhältlich).

G. Brauer, Handbuch der Präp. Anorg. Chemie, Bd. 1, 3. Aufl., Enke-Verlag Stuttgart, **1975**, 372.

3.45. Na[CpM(CO)₃] (M = Cr, Mo, W)

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

NaC₅H₅

M(CO)₆

Diglyme (Lösungsmittel)

Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)

Toluol (Lösungsmittel)

Hexan (Lösungsmittel)

Fritte

Liebigkühler

Ansatzgröße:

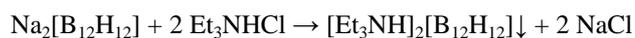
2 g

Literatur:

A.R. Manning, P. Hackett, R. Birdwhistell, P. Soye, *Inorg. Synth.* **1990**, 28, 148.

3.46. [Et₃NH]₂[B₁₂H₁₂]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Na[BH₄]

Iod

Diglyme (Lösungsmittel)

NaOH

HCl konz.

Et₃N

Spezialgeräte werden vom Betreuer ausgegeben.

Ansatzgröße:

28 g

Bemerkung:

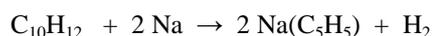
Zeitbedarf ca. 1 Woche, davon mindestens ein Tag ganztägig. Der Versuch sollte spätestens am Anfang der zweiten Woche begonnen werden. Bei der Aufarbeitung des ersten Reaktionsschritts entsteht gasförmiges HCl.

Literatur:

V. Geis, K. Guttsche, C. Knapp, H. Scherer R. Uzun, *Dalton Trans.* **2009**, 2867.

3.47. Na(C₅H₅)

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Dicyclopentadien

Natrium

Petrolether

Zweihalskolben

Intensivkühler

Fritte

Ansatzgröße:

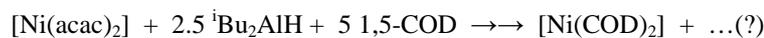
10 g

Literatur:

Tarun K. Panda, Michael T. Gamer, and Peter W. Roesky, *Organometallics* **2003**, 22, 877-878.

3.48. [Ni(C₈H₁₂)₂]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Nickelacetylacetonat

Tetrahydrofuran

1,5-Cyclooctadien

Diisobutylaluminiumhydrid (Lösung in THF)

Diethylether (Lösungsmittel)

Toluol (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Tropftrichter

Fön

Fritte

div. Rundkolben

Kühlbad

Bemerkung:

Die Reaktion läuft vermutlich über eine Bis(hydrido)nickel(II)-Zwischenstufe mit nachfolgender H₂-Eliminierung.

Ansatzgröße:

5 g

Literatur:

D. J. Krysan, P. B. Mackenzie, *J. Org. Chem.* **1990**, *55*, 4229.

3.49. [NO][Al(OC(CF₃)₃)₄]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

NO₂ (abgemessen in Gaskolben)

NO (abgemessen in Gaskolben)

SO₂ (Lösungsmittel)

CH₂Cl₂ (Lösungsmittel)

Gaskolben 250 ml und 2000 ml

Doppelschlenkkolben mit Teflonverschlüssen oder Zweihalskolben und Schlenkfritte

Evtl. Dewargefäß in Schalenform

Ansatzgröße:

1 g

Bemerkung:

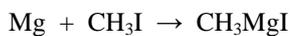
Die stöchiometrischen Mengen NO- und NO₂-Gas müssen mit dem Assistenten an einer speziellen Anlage abgemessen werden.

Literatur:

A. Decken, H. D. B. Jenkins, G. B. Nikiforov, J. Passmore, *Dalton Trans.* **2004**, *16*, 2496.

3.50. P(CH₃)₃

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Magnesiumspäne

Methyliodid

Phosphortrichlorid

Diethylether (Lösungsmittel)

NaOH

Salzsäure

KOH

Zweihalskolben (2 l)
Destillationsapparatur
Schütteltrichter
div. Rundkolben

Bemerkung:

Anstelle von Methylchlorid in der Originalvorschrift wird Methyljodid eingesetzt

Ansatzgröße:

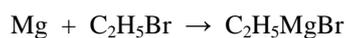
Auf 1 mol Mg berechnen.

Literatur:

R. Feuerhake, *Dissertation*, Universität Karlsruhe (TH) **2004**, 107 (beim Assistenten erhältlich).

3.51. $\text{P}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Magnesiumspäne
Ethylbromid
Phosphortrichlorid
Diethylether (Lösungsmittel)
Ammoniumchlorid
Natriumsulfat (Trockenmittel)
Zweihalskolben (2 l)
div. Rundkolben
Destillationsapparatur
Schütteltrichter
div. Rundkolben

Bemerkung:

Anstelle von Methylchlorid in der Originalvorschrift wird Methyljodid eingesetzt

Ansatzgröße:

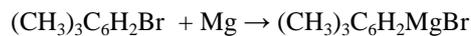
Auf 0.5 mol Mg berechnen.

Literatur:

K. Sasse, *Methoden der Organischen Chemie, Band 1*, Hrsg. Houben-Weyl, Thieme Verlag Stuttgart **1963**, 32; H. D. Kaez, F. G. A. Stone, *J. Org. Chem.* **1959**, 24, 635.

3.52. $\text{P}((\text{CH}_3)_3\text{C}_6\text{H}_2)_3$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

$(\text{CH}_3)_3\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}$

Magnesiumspäne

PCl_3

H_2SO_4

NaHCO_3

Na_2SO_4

Ethanol (Lösungsmittel)

Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Intensivkühler

Eisbad

Aufsteckblubber

Ansatzgröße:

5 g

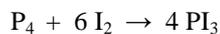
Literatur:

J. J. Eisch, B. Shafii, J. D. Odom, A. L. Rheingold, *J. Am. Chem. Soc.*, **1990**, 112 (5), 1847.

J. F. Blount, D. Camp, R. D. Hart, P. C. Healy, B. W. Skelton, A. H. White, *Aust. J. Chem.* **1994**, 47, 1631.

3.53. PI_3

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Phosphor, weiß

Iod

CS_2

Zweihalskolben

Tropftrichter

Rundkolben

Kühlfalle

Ansatzgröße:

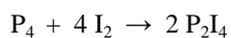
5 g

Literatur:

wird nachgetragen

3.54. P₂I₄

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Phosphor, weiß

Iod

CS₂

Zweihalskolben

Tropftrichter

Rundkolben

Kühlfalle

Ansatzgröße:

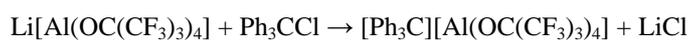
5 g

Literatur:

wird nachgetragen

3.55. [Ph₃C][Al(OC(CF₃)₃)₄]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Li[Al(OC(CF₃)₃)₄]

Ph₃CCl

CH₂Cl₂ (Lösungsmittel)

Pentan (Lösungsmittel)

Rundkolben

Fritte

Ansatzgröße:

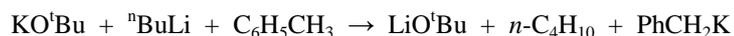
5 g

Literatur:

I. Krossing et al., *J. Fluor. Chem.* **2001**, *112*, 83-90.

3.56. PhCH₂K

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Kalium-*tert.*-butoxid

n-Butyllithium (Lösung in Hexan)

Toluol (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

div. Rundkolben

Überdruckblubber

Tropftrichter

Fritte

Ansatzgröße:

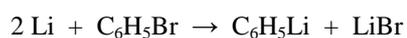
5 g

Literatur:

M. Schlosser, J. Hartmann, *Angew. Chem.* **1973**, 85(12), 544.

3.57. PhLi

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Lithium (fein geschnitten)

Diethylether

Brombenzol

Zweihalskolben

Tropftrichter

Rückflußkühler

Überdruckblubber

Fritte

Rundkolben

Ansatzgröße:

5 g

Bemerkungen:

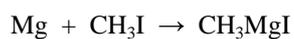
Reaktion unter Argon durchführen. Aus Diethylether kristallisiert Phenyllithium als LiPh•LiBr aus.

Literatur:

G. Wittig, *Angew. Chem.* **1940**, 53, 243.

3.58. [Me₃SnCl] / [Me₃SnBr]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Magnesiumspäne

Methyliodid

Zinntetrachlorid oder Zinntetrabromid

Dibutylether (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Tropftrichter

Rückflußkühler

Überdruckblubber

Destillationsapparatur

div. Rundkolben

Ansatzgröße:

20 g

Bemerkung:

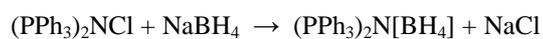
Organozinnverbindungen sind krebserregend.

Literatur:

W. F. Edgell, C. H. Ward, *J. Am. Chem. Soc.* **1954**, 76, 1169; W. P. Neumann, *Angew. Chem.* **1963**, 63(5), 225.

3.59. (PPh₃)₂N[BH₄]

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

(PPh₃)₂NCl

NaBH₄

Methanol (Lösungsmittel)

CHCl₃ (Lösungsmittel)

Et₂O (Lösungsmittel)

Rundkolben

Schlenkfritte

Ansatzgröße:

10 g

Literatur:

S. W. Kirtley, M. A. Andrews, R. Bau, G. W. Grynkewich, T. J. Marks, D. L. Tipton, B. R. Whittlesey, *J. Am. Chem. Soc.* **1977**, *99*, 7154.

3.60. (PPh₃)₂NCl

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

PPh₃

NH₂OH·HCl

Essigester (Lösungsmittel)

1,1,2,2,-Tetrachlorethan (Lösungsmittel)

Trockeneis/Isopropanol

Drehhalskolben 2l

Intensivkühler

Chlorgasflasche und Druckminderer

Gaseinleitungsrohr

Ansatzgröße:

50 g

Bemerkungen:

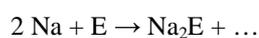
Reaktion im Nachtlabor durchführen.

Literatur:

J. K. Ruff, W. J. Schlientz, *Inorganic Syntheses* **1974**, *15*, 84.

3.61. S(SiMe₃)₂ / Se(SiMe₃)₂

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Natrium

Schwefel oder Selen

Isopropanol (für Kühlbad)

Trockeneis

Ammoniak

Trimethylchlorsilan

Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)

11 Zweihalskolben

Trockeneis-Rückflußkühler

Überdruckblubber

Präparaterohr oder Förderschnecke

Tropftrichter

Rückflußkühler

Schlenkfritte

Destillationsapparatur

diverse Kolben

Ansatzgröße:

0,2 mol

Literatur:

R. Pätow, *Dissertation*, Universität Karlsruhe(TH) **2002** (beim Assistenten erhältlich).

3.62. Se (rot)

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

SeO₂

SO₂

HCl (konz.)

H₂O dest.

Exsikkator

Druckminderer für SO₂

Ansatzgröße:

2 g

Bemerkungen:

Niederschlag gut altern lassen, damit er filtrierbar wird.

Literatur:

G. Brauer (Hrsg.), M. Baudler, *Handbuch der präparativen anorganischen Chemie*, 2. Aufl.

3.63. $\text{Si}(\text{SiMe}_3)_4$

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

Me_3SiCl

Lithium

Siliciumtetrachlorid

Tetrahydrofuran (Lösungsmittel)

Salzsäure (10 %)

Aceton

Diethylether (Lösungsmittel)

Zweihalskolben

Tropftrichter

Rückflußkühler

Fritte

div. Rundkolben

Fritte

Trimethylchlorsilan

Ansatzgröße:

20 g

Bemerkungen:

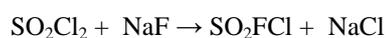
Reaktion unter Argon durchführen.

Literatur:

H. Gilman and C.L. Smith, *J. Organomet. Chem.* **1967**, 8, 245; G. Gutekunst, A. G. Brook, *J. Organomet. Chem.* **1982**, 225, 1-3.

3.64. SO_2ClF

Reaktionsgleichung:



Benötigte Chemikalien und Glasgeräte:

SO_2Cl_2

NaF

H₃CCN (Lösungsmittel)

Spezialgeräte werden vom Betreuer ausgegeben.

Ansatzgröße:

10 g

Bemerkungen:

SO₂FCl besitzt einen Siedepunkt von ca. 7 °C, das heißt bei Standardbedingungen ist es ein Gas. Das in der gekühlten Vorlage erhaltene Rohprodukt wird durch eine erneute Normaldruck-Destillation von den tiefer siedenden Oxyfluoriden, welche als Nebenprodukte auftreten, befreit.

Literatur:

C. W. Tullock, D. D. Coffman, *J. Org. Chem.* **1960**, 2016-2019; V. P. Reddy, D. R. Bellew, G. K. S. Prakash, *J. Fluorine Chem.* **1992**, 195.

Laufzettel Platzausrüstung AFP

Gruppe Nr. / Semester:	
Namen:	
Abzug/Platz Nr.:	
Übernahmedatum/ Unterschrift des Assistenten:	

Bitte überprüfen Sie bei Praktikumsbeginn das Vorhandensein aller Geräte. Glasbruch wird am Ende des Praktikums repariert und Sie bekommen eine Rechnung. Andere fehlende Teile (z.B. Korkringe, Rührfische) ersetzen Sie bitte vor der Platzabgabe selbst. Zu allen Glasgeräten mit Hähnen sollten passende Küken vorhanden sein. Bitte ersetzen Sie fehlende Küken gleich zu Praktikumsbeginn (Küken werden vom Saalassistenten ausgegeben). Bei der Abgabe werden nur **saubere und funktionsbereite** Geräte abgenommen.

Abzug:	abgegeben	fehlt/Reparatur
1 Ölpumpe 1 Schlenkanlage inkl. Hähne 2 Kühlfallen 2 Metall-Dewars 1 Metallwanne 1 Druckminderer 50 mbar 1 Drucksensor mit Digitalanzeige 1 Plexiglas-Schutzschild 2 Stative		

Unterschrank:	abgegeben	fehlt/Reparatur
10 Stativmuffen (5 groß, 5 klein) 10 Stativklemmen 2 Labor-Hebebühnen 2 Magnetrührer IKA mit Digitalanzeige 3 Thermofühler für Magnetrührer (1 mit Digitalanzeige) 1 Steckthermometer 1 Schliffthermometer NS14 1 Tieftemperatur-Steckthermometer 1 Quickfit NS14 1 Quickfit NS29 10 Gabel-Schliffklemmen NS14 10 Gabel-Schliffklemmen NS29 3 kleine Korkringe 3 mittelgroße Korkringe 3 große Korkringe 5 Rührfische (verschiedene Größen) 5 Spatel (verschiedene Größen) 2 Pinzetten (groß und klein) 1 Mörser und Pistill 2 Bechergläser 50 ml 2 Bechergläser 100 ml 2 Bechergläser 200 ml 1 Becherglas 500 ml		

<p> 1 Becherglas 1000 ml 1 Erlenmeyerkolben 300 ml 1 Erlenmeyerkolben 500 ml 2 Waschflaschen 1 Scheidetrichter 500 ml 2 Glasfritten G4 2 Pulvertrichter 2 Glastrichter 2 Schlenkrohre mit Hahn (NS29 Kern) 2 1-Hals-Rundkolben mit Hahn 10 ml (NS14) 2 1-Hals-Rundkolben mit Hahn 50 ml (NS14) 2 1-Hals-Rundkolben mit Hahn 250 ml (NS14) 1 1-Hals-Rundkolben mit Hahn 250 ml (NS29) 1 1-Hals-Rundkolben mit Hahn 100 ml (NS14) 1 1-Hals-Rundkolben mit Hahn 100 ml (NS29) 1 1-Hals-Rundkolben mit Hahn 1000 ml (NS29) 1 2-Hals-Rundkolben mit Hahn 100 ml (NS14) 2 2-Hals-Rundkolben mit Hahn 250 ml (NS14+NS29) 1 2-Hals-Rundkolben mit Hahn 500 ml (2xNS29) 10 Glasstopfen NS14 10 Glasstopfen NS29 5 Kappen NS14 5 Kappen NS29 2 Anschlussstücke NS14 Kern auf Olive 2 Anschlussstücke NS14 Hülse auf Olive 1 Anschlussstück NS14 Kern auf Olive (mit Hahn) 1 Anschlussstück NS29 Kern auf Olive (mit Hahn) 2 Übergangsstücke NS29 Kern auf NS14 Hülse 2 Übergangsstücke NS14 Kern auf NS29 Hülse 1 Knie NS29 Kern auf NS29 Kern 1 Knie NS29 Kern auf NS29 Hülse 1 Knie NS14 Kern auf NS14 Kern 1 Knie NS14 Kern auf NS14 Hülse 1 Knie NS14 Kern auf NS14 Hülse mit Hahn 1 gerader Übergang NS14 Kern auf NS14 Kern 1 gerader Übergang NS14 Hülse auf NS14 Hülse 2 Übergänge NS14 Kern auf NS14 Hülse mit Inline-Hahn 1 Inertfritte G4 NS29 mit Dreiwegehahn 1 Inertfritte G4 NS14 mit Dreiwegehahn 1 Intensivkühler NS29 1 Dimrothkühler NS14 2 3-Wege Aufsteckblubber NS14 1 Vigreuxkolonne NS14 mit Vakuummantel 1 Destillationsbrücke mit geradem Auslauf NS14 1 3-Wege-Spinne mit Hahn NS14 1 Kühlfalle zweiteilig NS29 mit 2 Hähnen 1 Kondensationsbrücke NS14 mit Hahn 1 Tropftrichter NS14/Produran mit Dreiwegehahn 1 große Kristallisierschale </p>		
---	--	--

Saalausleihe vollst. zurückgegeben am:

Platz vollst. zurückgegeben am:

Unterschrift Assistent:

Einverständniserklärung

Ich habe das Skript zum Anorganisch-Chemischen Fortgeschrittenenpraktikum (AFP/Molekülteil) gelesen und verstanden. Ich akzeptiere die Laborordnung/Verhaltensregeln im Labor.

Name:

Semester (WS/SS und Jahr):

Ort, Datum: