

Vorschrift 2b

Titanocendichlorid (Cp_2TiCl_2)

Arbeitsvorschrift:

40 mL trockenes THF werden in einem Kolben versehen mit einem Tropftrichter, einem Kühlbad, einem Rückflusskühler, einem Septum und einem Überglucker auf 0°C gebracht. TiCl_4 wird über das Septum langsam zugegeben. Nach beendeter Zugabe wird noch 10 Minuten im Eisbad gerührt. Das Eisbad wird entfernt und es wird zuerst Diethylamin und dann monomeres Cyclopentadien zugetropft. Nach beendeter Zugabe wird über Nacht auf Rückfluss gebracht. Nach Abkühlen auf 0°C wird der entstandene Niederschlag, bestehend aus Titanocendichlorid und Diethylammoniumhydrochlorid abfiltriert. Der Niederschlag wird mit 10 mL kaltem THF und 10 mL Petrolether nachgewaschen und anschließend in 30 mL 4N HCl aufgenommen. Die erhaltene Suspension wird 10 min gerührt, das rote Produkt abfiltriert, mit Eiswasser und kaltem Methanol nachgewaschen und im Vakuum getrocknet.

Hinweis: Das TiCl_4 kann auch über den Tropftrichter zugegeben werden. Dabei wird vom Tropftrichter her Schutzgas durch die Apparatur geleitet um zu verhindern, dass der Trichter verstopft wird.

Aufgabenstellung:

Alle Arbeitsschritte bis zum Abfiltrieren sind unter Schutzgas durchzuführen! Stellen Sie die Reaktionsgleichung auf und berechnen Sie den Ansatz, unter Annahme einer Ausbeute von 70%, auf 5 g Endprodukt. Verwenden Sie 4 equiv HNEt_2 und 5 equiv. CpH.

Bestimmen Sie den Schmelzpunkt Ihres Produktes.

Fragen:

- Wie setzen Sie Ihre Apparatur unter Schutzgas (Skizze!)?
- Wie bekommen Sie monomeres Cyclopentadien (C_5H_6)?
- Wo liegt der Siedepunkt von THF, Cp und HNEt_2 ?
- Warum wird TiCl_4 in THF getropft und gerührt?
- Warum wird der Niederschlag in 4N HCl aufgenommen?