

Vorschrift 4

Darstellung von 1,2-Bis(diphenylphosphino)ethan (dppe)

Reaktionsgleichungen:



Arbeitsvorschrift:

Das Triphenylphosphin wird in einen Dreihalskolben, versehen mit KPG Rührer, Gaseinleitung und Überglucker, transferiert. Anschließend wird mit Hilfe eines Kühlbades (Methanol/ fl. Stickstoff) auf ca. -65°C gekühlt und Ammoniak einkondensiert, der zuvor durch eine Sicherheitswaschflasche und eine mit Silikonöl gefüllte Waschflasche geleitet wird. Nachdem man etwa 150 ml flüssigen Ammoniak einkondensiert hat, wird die Ammoniakzuleitung unterbrochen und nach Entfernen der Gaseinleitung die Rührung eingeschaltet. Dann wird zu dem Reaktionsgemisch in kleine Stücke geschnittenes Natrium (2 Äquivalente in Bezug auf PPh_3 , vgl. Glg 1) langsam zugegeben. Nach beendeter Zugabe wird ca. 1 Stunde gerührt. Anschließend wird trockenes (!) NH_4Cl (1 Äquivalent, Glg 2) zugegeben und der Stopfen durch ein Septum ersetzt. Nach ca. 10 Minuten wird 1,2-Dichlorethan (0.5 Äquivalente, Glg 3) mittels einer Spritze über das Septum langsam zugetropft. Nach 15 Minuten wird das Kühlbad entfernt und der Ammoniak wird über Nacht verdampft. Der Rückstand wird mit Dichlormethan/Wasser extrahiert. Nach Trennen der Phasen im Schütteltrichter wird die organische Phase abgetrennt, über Natriumsulfat getrocknet und eingeeengt. Zur Kristallisation wird etwas Ethanol zugesetzt und auf -30°C gekühlt.

Einsatzmengen: Berechnen Sie den Ansatz auf 5 g dppe bei 80% Ausbeute!

Bestimmen Sie den Schmelzpunkt einer analytischen Probe.