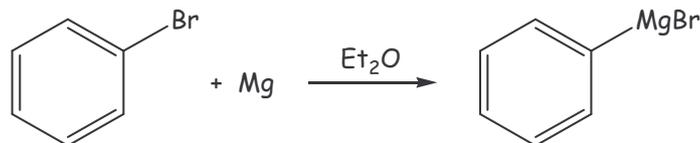


### Vorschrift 3

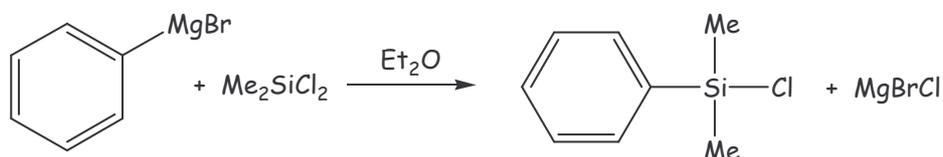
#### Darstellung von Phenyl dimethylchlorosilan $\text{PhMe}_2\text{SiCl}$

Reaktionsgleichungen:

##### 1. Stufe, Grignardreaktion



##### 2. Stufe, Umsetzung zu Phenyl dimethylchlorosilan



Arbeitsvorschrift:

##### 1. Stufe, Darstellung der Grignardverbindung

In eine trockene (!) Reaktionsapparatur bestehend aus einem Dreihalskolben, Tropftrichter, Rückflusskühler und Überglucker wird das Magnesium im Stickstoffgegenstrom eingebracht. Anschließend werden 100 ml trockener (!) Diethylether zugegeben. In den Tropftrichter füllt man das Brombenzol vermischt mit weiteren 25 ml Diethylether ein. Man fügt etwa 10% dieses Gemisches zum Magnesium/ Diethylether Gemisch zu. Um die Reaktion zu starten gibt man entweder einige Körnchen Iod zu oder man tropft einige Tropfen 1,2-Dibromethan zu. Das Anspringen der Reaktion ist an einer Farbveränderung und einer Erwärmung des Reaktionsgemisches ersichtlich. Nach dem Anspringen der Reaktion erwärmt sich das Reaktionsgemisch auf Rückflusstemperatur. Die Zutropfgeschwindigkeit wird dann so eingestellt, dass das Reaktionsgemisch auf Rückflusstemperatur bleibt, die Reaktion aber nicht zu heftig wird. Nach beendeter Zugabe wird mittels Heizpilz noch 2 Stunden auf Rückfluss gehalten.

##### 2. Stufe, Darstellung von Phenyl dimethylchlorosilan

Die notwendige Menge Dimethyldichlorsilan wird in 50 ml trockenem Diethylether vorgelegt und auf 0°C gekühlt. Über eine Kanüle wird nun die Lösung der Grignardverbindung zugetropft. Nach beendeter Zugabe wird auf

Raumtemperatur erwärmt und eine Stunde weitergerührt. Anschließend wird das Reaktionsgemisch 12 Stunden zum Rückfluss erhitzt. Nachdem das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur abgekühlt ist, werden 50 ml Petrolether zugefügt. Die entstandenen Salze werden mit Hilfe der Umkehrfritte abfiltriert. Anschließend wird das Lösungsmittel abdestilliert. Zur weiteren Reinigung wird das Produkt fraktioniert destilliert.

Einsatzmengen: Berechnen Sie den Ansatz auf 25 g  $\text{PhMe}_2\text{SiCl}$  bei 85% Ausbeute! Verwenden Sie einen 20 %igen Überschuss an Magnesium bezogen auf Brombenzol. Die Umsetzung von  $\text{PhMgBr}$  mit  $\text{Me}_2\text{SiCl}_2$  erfolgt im Verhältnis 1:1.

Dichten: Brombenzol: 1.497 g/ml       $\text{Me}_2\text{SiCl}_2$ : 1.064 g/ml

Fragen:

Wo siedet Diethylether?

Wie ändert sich die Polarisierung des Phenylrestes durch Umsetzung mit Magnesium?

Was müssen Sie beim Arbeiten mit Brombenzol beachten? Welche toxikologischen Eigenschaften hat Brombenzol?

Worauf beruht die Aktivierung des Magnesiums mit Iod oder 1,2-Dibromethan? Was ist 1,2-Dibromethan? Was entsteht bei seiner Reaktion mit Magnesium?

Welche Eigenschaften hat Phenylmagnesiumbromid? Wogegen ist es empfindlich? Warum arbeiten Sie unter Schutzgas?

Wogegen ist Dimethyldichlorsilan empfindlich? Was entsteht bei dieser Reaktion? Welches technologisch wichtige Produkt wird so dargestellt?

Wogegen ist Dimethylphenylchlorsilan empfindlich? Was entsteht bei dessen Reaktion?

Warum geben Sie am Ende der Umsetzung Petrolether zu?

Was ist Petrolether?

Bei welcher Temperatur siedet Ihr Produkt?

Wie könnten Sie Ihr Produkt reinigen?