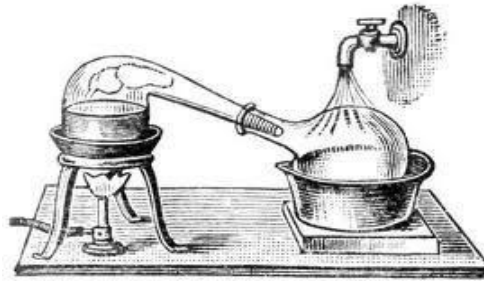


Aqua



labor

Herstellung von Triphenylphosphin



Eigenschaften des Produktes:

Die Verkürzung seiner englischen Name ist TPP, aber wird auch benutzt. Triphenylphosphin ist eine farblose (oder in einem weniger reinem Zustand bisschen gelbiche), aus monoklin Kristallen bestehende, giftige Verbindung. Es ist das bekannteste, organisches Phosphin. Physikalische Daten: Molekulargewicht 262,29 g, Schmelzpunkt 80 °C, Siedpunkt ist 377 °C. Im Wasser ist es praktisch unlösbar, die meisten organischen Lösungsmitteln lösen Triphenylphosphin gut.

Es wird im organischen, preparativen Chemie benutzt: mit Kohlentetrachlorid vermischt als Chlorierung, Dehydrierung, Gestaltung von P-N-Bindung, Synthese von Peptide, und noch in zahlreichen anderen (Suzuki-, Mitsunobu-, Appel, Wittig-Reaktionen) speziellen Reaktionen. Es ist ein Stabilisator, Inhibitor, eine desoxygenisierende Verbindung von Peroxyden und anderen Oxyden. In der Industrie wird es folgenderweise hergestellt: das Reaktionsprodukt vom Chlorbenzol und Natrium -die eine Korngröße von Mikrometern hat-, das im heißen Toluol suspendiert geworden ist, behandelt man mit Phosphortrichlorid. Die Herstellung im Laboratorium ist ähnlich dazu, aber mit Phenylmagnesiumbromid.



Erforderliche Geräte:

Stativmaterial, 250 ml Zweihalskolben, Magnetrührstäbchen, Heizrührer, Kühlbad, Dimroth-Kühler, Trockenrohr mit CaCl₂, Tropftrichter mit Druckausgleich und Pfropfen, 250 ml Kolben, Destillationsauflage, Porzellanschale, Becherglas, Saugflasche, Büchnertrichter, Filterpapier.



Erforderliche Chemikalien, Gefahrquellen:



wasserfreies Diethyläther



Brombenzol



Iod



Phosphortrichlorid



wasserfreies Ethanol

Magnesiumspäne

Das Äther ist ein sehr brennbares und explosionsgefährliches Lösungsmittel! Während der Arbeit mit Äther oder ätherhaltige Lösungen ist der Gebrauch von offenen Flammen verboten. Seine Dämpfe sind narkotisch beim Einatmen, deshalb soll man mit ihm unter Abzug arbeiten. Triphenylphosphin ist ein starkes Gift, deswegen soll man mit dem Hand nicht anfassen. Das Experiment soll ebenso unter Abzug durchgeführt werden.



Durchführung:

Man misst 5,1 g (0,21 M) Magnesiumspänen und ein kleines Stück Iodkristall in einem trockenen 250 ml-er Zweihalskolben ein, und fixiert über einen Magnetrührer. Auf dem Kolben setzt man einen Tropftrichter und einen Refluxkühler, der mit Chlorkalzium-trockenrohr geschützt ist, danach giesst man 20 ml wasserfreiem Äther in den Kolben, und man füllt das leere Tropfglas mit der Mischung von 22 ml (0,07M) wasserfreiem Brombenzol und 80 ml wasserfreiem Äther. Man kühlt den Kolben und lässt 15-20 ml von der ätherischen Lösung in die Reaktionsraum. Falls die Reaktion nicht anspringt, man erhitzt den Kolben mit warmem Wasserbad. Wenn die Reaktion zu heftig wandelt, verwendet man eine Eiswasserkühlung. Diese Umstände soll man bei der Montierung des Apparates in Betracht ziehen. 10 Minuten nach dem Anspringen der Reaktion tropft man die Lösung des Chlorbenzoläthers ein, aber man soll darauf achten, dass das Äther mild gesiedet wird.



Heftige Reaktion anspringt



Während der Reaktion soll das Lösungsmittel leicht sieden

Nach dem Eintropfen kocht man neben ständiger Rührung die Mischung 30 Minuten lang, danach dosiert man während 45 Minuten bei salziger-eisiger Kühlung die Mischung von 30 ml Äther und 3,5 ml (0,04 M) Phosphortrichlorid. Es entsteht nach der Beigabe von jedem Tropfen ein gelbes, festes Produkt, das im Falle einem zu schnellen Eintropfen sich nicht auflösen kann! Danach giesst man die Mischung in einem 1000 ml-er Becherglas, und bei weiterer salz-eisiger Kühlung giesst man zu der eiskalten Lösung eine Mischung von 11 ml konzentrierter Salzsäure und 80 ml Wasser.



Ablauf der Reaktion



Reaktionsmischung nach einstündigem Kochen

Das Triphenylphosphin kommt vorwiegend in der Ätherphase, die mit einem Scheidetrichter abgetrennt wird. Man schüttelt die Wasserphase mit 2x20 ml Äther aus, danach trocknet man die vereinigten, organischen Phasen 1 Tag lang mit wasserfreiem Kalziumchlorid oder mit wasserfreiem Natriumsulphat. Man giesst das kalte, trockene Flüssigkeit in einem Kolben und man treibt das Äther mit Destillation ab, danach giesst man das geschmolzene Produkt in eine Porzellanschale und es wird gekühlt. Die Kristallen werden gründlich abgesaugt, mit absolut Ethanol gewaschen und aus Ethanol umkristallisiert. Man saugt die sich ausgesonderten Kristallen wieder ab und wäscht so lange mit wasserfreiem Ethanol, bis die gelbliche Farbe des Produktes verschwindet. Triphenylphosphin soll man in einer gut schließbarer, dukler Flasche lagern und von Luft beschützen.



TPP-Lösung und resliches Magnesium



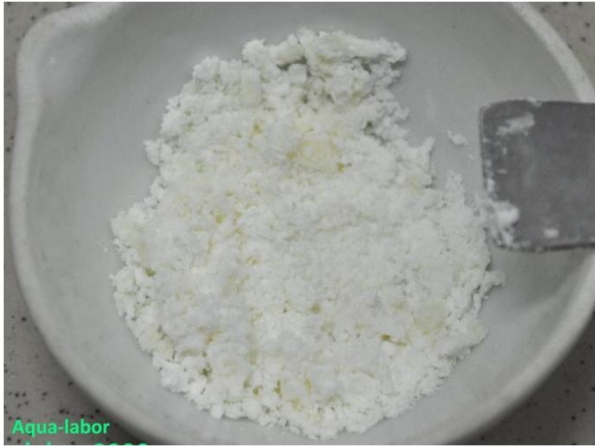
Trennung der Phasen



Rohes TPP geschmolzen



TPP rasch erstarrt



TPP nach Umkristallisation



Reines TPP



Aufgaben:

Schreibt man die Reaktionen der Herstellung des Produktes auf, und rechnet man die Ausbeutung aus!



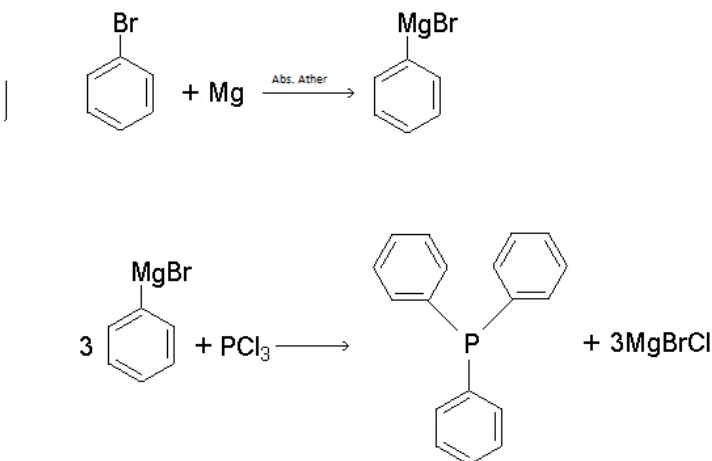
Entsorgung:

Man sammelt den entstehenden Abfall in einem halogenfreien, organischen Sammler.



Theoretischen Hintergrund und Erfahrung:

Im ersten Tritt verfertigt man ein Grignard-Verbindung, danach lässt man die Arylverbindung mit Phosphortrichlorid reagieren.



Theoretische Ausbeutung: 18,36 g. Die Ausbeutung des umkristallisierten Produktes: 12,73 g, 70,1%.



Literatur:

<http://gestis.itrust.de/>

Römpp:Vegyzészeti lexikon. Műszaki könyvkiadó Budapest, 1972.

<http://en.wikipedia.org/wiki/Triphenylphosphine>

Nagy-Sipos: Szervetlen és fémorganikus vegyületek előállítása. Szegedi Egyetemi Kiadó Szeged 2006 (61.Seite.)



Zeitaufwand:

1.Mai 2009. Zur Durchführung des Experimentes nötige Zeit: 5,5 Stunden.