

Anorganisch Chemisches Praktikum II

Präparatengruppe 10: Metallorganische Verbindungen

Hexamethydisilazan $(CH_3)_3Si - NH - Si(CH_3)_3$

1. Allgemeine Theorie:

Metallorganische Verbindungen sind Moleküle mit Metall-Kohlenstoffbindung(en). Daher gehören auch die Carbonyl-Metallkomplexe $M(CO)_2$ und die doch sehr zahlreichen Cyanokomplexe $M(CN)_n^{m-}$ zu dieser Verbindungsklasse.

Die M-C Bindung ist mehr oder weniger polarisiert, wobei dem Metall der elektropositive Teil zukommt und dem Kohlenstoff der elektronegative. Die kann durchaus, wie z.B. bei den sehr elektropositiven s-Block-Elementen, zu ionogenen Strukturen führen. Bei den Elementen der 3, 4 und 5 Hauptgruppe kommt es dagegen zu eher kovalenten Bindungen. Es gibt im allgemeinen 4 Methoden zur Darstellung metallorganischer Verbindungen:

1. Reaktion mit Halogenalkanen oder Halogenaromaten:



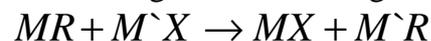
2. Transmetallierung:

Hierbei nimmt ein Metall den Platz eines anderen ein:



3. Metathese

Umsetzung einer metallorganischen Verbindung mit einem binären Halogenid.



4. Addition von E-H an eine Mehrfachbindung

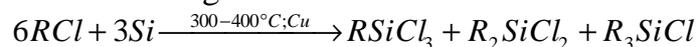


Technisch wichtige metallorganische Verbindungen sind die Zinkorganischen-Verbindungen, die Magnesiumorganischen Verbindungen (Grignard-Verbindungen) und die Lithiumorganischen Verbindungen, die alle in der organischen Synthese Verwendung finden. Von großtechnischer Bedeutung waren die Bleiorganischen-Verbindungen Bleitetramethyl $Pb(CH_3)_4$ und Bleitetraethyl $Pb(CH_2 - CH_3)_4$ als Additive (in diesem Fall Antiklopfmittel) in Kraftstoffen.

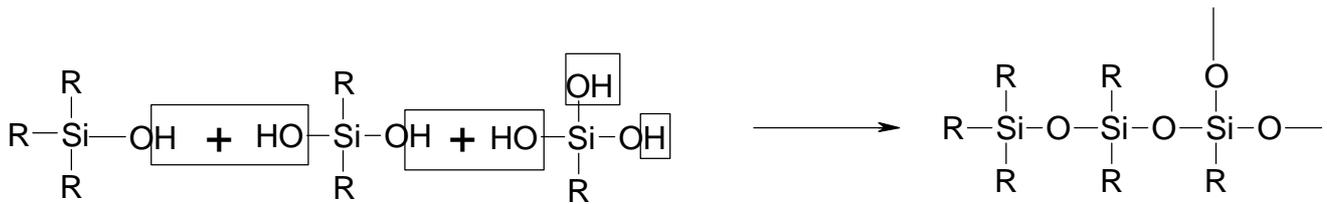
2. Theorie zu den Siliciumorganischen Verbindungen

Die Si-C- Bindung ist relativ stabil und daher auch Luft und Wasserbeständig.

Die wichtigste Gruppe siliciumorganischer Verbindungen sind eindeutig die Silicone. Zur Herstellung werden zunächst Alkylchlorosilane benötigt, die nach den Rochow-Verfahren dargestellt werden:



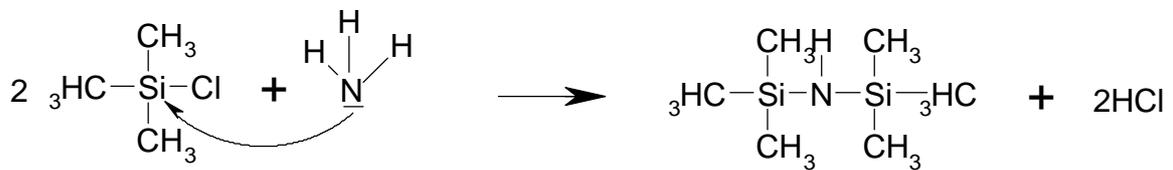
Durch Hydrolyse erhält man die entsprechenden Silanole, welche dann spontan kondensieren.



Silicone sind beständig gegen höhere Temperaturen, Oxidation, Witterung, sind hydrophob, nicht leitend und physiologisch indifferent und werden daher vielseitig verwendet. (Schmier und Isoliermaterial, Dichtungen, Imprägniermittel, Schläuche, Kabel, Implantate)

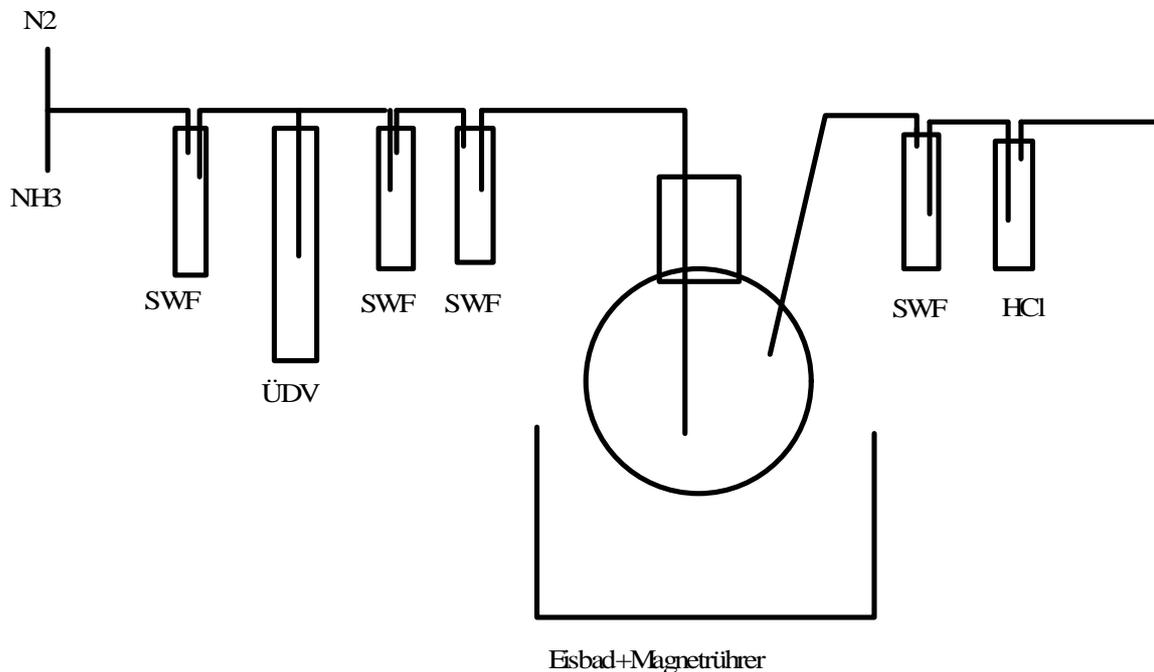
3. Hexamethyldisilazan

Die Herstellung erfolgt gemäß unterstehender Gleichung in über Calciumchlorid getrocknetem Äther:



4. Herstellung

In einem 250ml Schlenkkolben wurde 1,5h lang Ammoniak in 10ml Trimethylmonochlorsilan in 100 ml Diethylether eingeleitet.



Sofort mit Beginn der Einleitung fällt weißes Ammoniumchlorid aus. Es wird prinzipiell unter Schutzgas gearbeitet.

5. Reinigung des Präparats

Das Präparat muß nun von Lösemittel Ether, dem Edukt und dem Ammoniumchlorid getrennt werden. Zuerst wird letztriges über eine Schlenkfritte unter Schutzgas abgezogen, wobei mit viel Ether nachgespült wurde.

Anschließend wurde (versucht) das Produkt destillativ zu Reinigen. Der Ether siedet bei 37°C, das Edukt bei ca. 57°C und das Produkt geht schließlich bei 124-126°C über. Die Destillation wurde unter Stickstoff Schutzgas-Atmosphäre bei Normaldruck durchgeführt. Leider erwies sich die praktische Durchführung als schwierig, da der Ether durch den Stickstoffstrom mitgerissen wurde und dadurch nicht ausgekühlt werden konnte. Dabei ging auch viel Produkt verloren, was bei der Ausbeute deutlich zu sehen ist.

6. Ausbeute

Theoretische Ausbeute:

$$n((CH_3)_3SiCl) = \frac{m}{M} = \frac{0,85 \frac{g}{cm^3} * 10 cm^3}{108,6 \frac{g}{mol}} = 0,236 mol$$

$$\Rightarrow n\{[(CH_3)_3Si]_2NH\} = \frac{0,236 mol}{2} = 0,118 mol$$

$$m = M * n = 0,118 mol * 161,2 \frac{g}{mol} = 19,02 g$$

Praktische Ausbeute:

Es war gerade mal so viel Produkt da, daß ein NMR-Spektrum angefertigt werden konnte. $m_p = \Delta m = m(voll) - m(leer) = 58,34 g - 58,14 g = 0,2 g = 200 mg$

Prozentuale Ausbeute: 1,05%

7. Sicherheit

Hexamethyldisilazan:

R11 Leichtentzündlich

R36/37 Reizt die Augen und die Atmungsorgane

S16 Von Zündquellen fernhalten-Nicht rauchen!

S26 Bei Berührung mit den Augen sofort mit Wasser spülen und Arzt konsultieren.

S37/39 Bei der Arbeit geeignete Schutzhandschuhe und Schutzbrille tragen.

Trimethylchlorsilan:

R11 Leichtentzündlich

R14 Reagiert heftig mit Wasser

R34 Verursacht Verätzungen

R37 Reizt die Atmungsorgane

R40 Irreversibler Schaden möglich

Diethylether

R12 Hochentzündlich

R19 Kann explosionsfähige Peroxide bilden

8. Literatur:

Brauer, Handbuch der präparativen anorganischen Chemie, S711

Riedel, Anorganische Chemie, 3. Aufl.

Shriver, Atkins, Langford, Anorganische Chemie, 1. Aufl

Fluka-Katalog 1995