

Protokoll

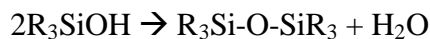
über

Versuch Nr. 10

Metallorganische Verbindungen: $\text{LiN}[\text{Si}(\text{CH}_3)_3]_2$ Lithium-bis-trimethylsilylamid

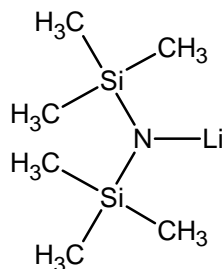
Theorie:

Metallorganische Verbindungen sind Moleküle mit Metall-Kohlenstoffbindung. Eine wichtige Untergruppe sind die Silicium-organischen Verbindungen. Wichtige S.-o.-V. sind die Siloxane und die Silicone. Siloxane sind kondensierte Silanole:



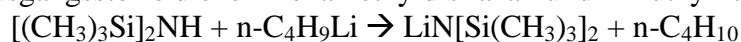
Aus verschiedenen Silanolen entstehen durch Polykondensation die Silicone, ein dreidimensionales, polymeres Gerüst. Silanole R_3SiOH (monofunktionell) dienen dabei als Kettenende, Silandiole $\text{R}_2\text{Si}(\text{OH})_2$ (bifunktionell) als Kettenverlängerung und Silantriole $\text{RSi}(\text{OH})_3$ (trifunktionell) als Verzweigungsglieder. Aufgrund der verschiedenen Variationsmöglichkeiten durch Zugabe der gewünschten Silanole kann ein weitgehend beliebiges Gerüst synthetisiert werden. Die Silicone zeigen hervorragende Eigenschaften als Werkstoffe: Sie sind chemisch und thermisch sehr beständig und sind auch noch bei großen Temperaturdifferenzen elastisch. Sie werden daher zum Beispiel als Schmiermittel oder Isolatormaterial verwendet.

Lithium-bis-trimethylsilylamid findet überwiegend als Edukt für weitere Synthesen Verwendung. Es ist möglich, über das Lithium die Gruppe $-\text{N}(\text{SiMe}_3)_2$ in ein anderes Molekül einzuführen, beispielsweise an ein chloriertes Alkan etc. unter Abspaltung von LiCl .



Darstellung:

Als Ausgangsstoffe dienen Hexamethyldisilazan und n-Butyllithium:



Da sowohl Hexamethyldisilazan als auch Lithium-bis-trimethylsilylamid sehr hydrolyseempfindlich sind,



ist unter absolutem Luft und Feuchtigkeitsausschluß zu arbeiten.

Hierzu wird untenstehende Apparatur verwendet. Die Apparatur wird zunächst unter Schutzgas (N₂) ausgeheizt. In den Dreihalskolben kommen 5 ml [(CH₃)₃Si]₂NH gelöst in 8 ml wasserfreiem Ether. In den Tropftrichter gibt man 14 ml einer 1,6 m-Lösung von n-Butyllithium in Pentan. Um ein Eintreten von Luft zu verhindern, verwendet man zum Einfüllen des Butyllithiums eine Spritze mit Nadel und ein Septum, das über den Einlaß des Kolbens gestülpt wird. (n-Butyllithium entzündet sich an der Luft) Unter Rühren wird nun langsam das Butyllithium in den Dreihalskolben getropft. Sind beide Reaktanten vereinigt, kocht man bei ca. 50°C eine halbe Stunde unter Rückfluß. Der Rückflußkühler soll dabei verhindern, daß sich das Reaktionsprodukt, bzw. das Lösemittel aus der immer noch unter Schutzgas stehenden Apparatur entfernt. Das Produkt scheidet sich als farblose Kristalle im Kolben aus. Zur Reinigung dieser wurde anschließend mehrmals der Ether abpipetiert und mit frischem Ether ausgeschüttelt. Die erwies sich jedoch als nicht vorteilhaft, da die Löslichkeit des Produktes in Ether zu groß ist und man daher mit einer Verminderung der Ausbeute rechnen muß. Nach der Reinigung kann man das Lösemittel mit einer Hochvakuumanlage abziehen. Da der benutzte Ether jedoch nicht vollständig getrocknet war, kam es zu einer Hydrolysierung des Produktes, zu erkennen zuerst an der Braunfärbung des wasserhaltigen Ethers und danach an einer Braunfärbung des Produktes selbst.

Ausbeuterechnung:

5 ml [(CH₃)₃Si]₂NH = 3,85 g = 0,024 mol
 0,024 mol LiN[Si(CH₃)₃]₂ = 4,02 g (theor.)

Gefunden: 3,44 g

$(3,44 / 4,02) \cdot 100\% = \underline{85,6\%}$

Dieser - relativ hohe - Wert ist aufgrund der Hydrolyse des Produktes als vermutlich nicht realistisch anzusehen.

Toxikologie:

[(CH ₃) ₃ Si] ₂ NH	R11 Leichtentzündlich
	R14 Reagiert heftig mit Wasser
	R22 Gesundheitsschädlich beim Verschlucken
	R34 Verursacht Verätzungen
	S7/9 Behälter dicht geschlossen an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren
	S16 Von Zündquellen fernhalten - Nicht rauchen
	S26 Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren
	S36/39 Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung und Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen
	S45 Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt zuziehen (wenn möglich dieses Etikett vorzeigen)

Literatur:

- Brauer; Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie, Bd. 2; Stuttgart; Ferdinand Enke Verlag; 1978; 3. Aufl.; S. 712
- Hollemann-Wiberg, Lehrbuch der anorg. Chemie; Berlin u.a.; Walter de Gruyter; 1976; 81.-90. Aufl.; S. 555ff
- Falbe J., Regitz M.; CD Römpp Chemie Lexikon; Stuttgart u.a.; Thieme; 1995⁹; Vers. 1.0