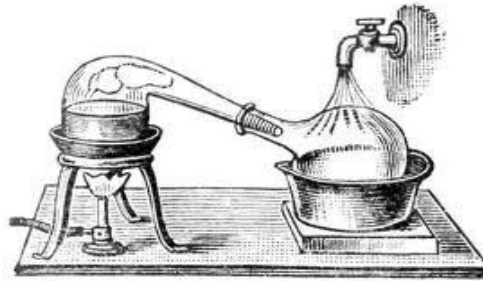


Aqua



labor

Herstellung von Triphenylphosphin



Eigenschaften des Produktes:

Triphenylphosphin, kurz TPP, ist eine farblose (oder in einem weniger reinem Zustand leicht gelbliche), aus monoklinen Kristallen bestehende, giftige Verbindung. Es ist das bekannteste, organische Phosphin. Physikalische Daten: Molekulargewicht: 262,29 g, Schmelzpunkt: 80 °C, Siedepunkt: 377 °C. Im Wasser ist es praktisch unlösbar. Die meisten organischen Lösungsmittel lösen Triphenylphosphin gut.

Es wird im organischen, präparativen Chemie benutzt: mit Tetrachlormethan vermischt zur Chlorierung, Dehydrierung, Bildung von P-N-Bindungen, Synthese von Peptiden und noch in zahlreichen anderen (Suzuki-, Mitsunobu-, Appel, Wittig-Reaktionen) speziellen Reaktionen. Es ist ein Stabilisator, Inhibitor, eine desoxygenierende Verbindung von Peroxiden und anderen Oxiden. In der Industrie wird es folgenderweise hergestellt: das Reaktionsprodukt vom Chlorbenzol und Natrium, das eine Korngröße von einigen Mikrometern hat, wird im heißem Toluol suspensiert und mit Phosphortrichlorid behandelt. Die Herstellung im Laboratorium ist ähnlich dazu, wird aber mit Phenylmagnesiumbromid durchgeführt.



Erforderliche Geräte:

Stativmaterial, 250 ml Zweihalskolben, Magnetrührstäbchen, Heizrührer, Kühlbad, Dimroth-Kühler, Trockenrohr mit CaCl_2 , Tropftrichter mit Druckausgleich und Stopfen, 250 ml Kolben, Destillationsauflage, Porzellanschale, Becherglas, Saugflasche, Büchnertrichter, Filterpapier.



Erforderliche Chemikalien, Gefahrquellen:



wasserfreier Diethylether

Brombenzol

Iod

Phosphortrichlorid

wasserfreies Ethanol

Magnesiumspäne

Ether ist ein leicht entzündliches und explosionsgefährliches Lösungsmittel! Während der Arbeit mit Ether oder etherhaltige Lösungen sind offene Flammen verboten. Ether-Dämpfe wirken narkotisch beim Einatmen, weshalb man im Abzug arbeiten soll. Triphenylphosphin ist ein starkes Gift und soll deswegen nicht mit bloßen Händen berührt werden. Das Experiment wird im Abzug durchgeführt.

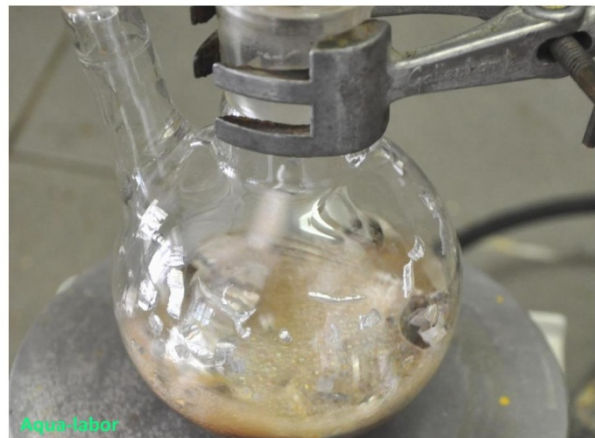


Durchführung:

Man wiegt 5,1 g (0,21 mol) Magnesiumspäne und einen kleinen Iodkristall in einem trockenen 250 ml Zweihalskolben ein, und fixiert ihn über einem Magnetrührer. Auf den Kolben setzt man einen Tropftrichter und einen Rückflusskühler, der mit Calciumchlorid-Trockenrohr versehen ist. Danach gießt man 20 ml wasserfreien Ether in den Kolben und man füllt den leeren Tropftrichter mit der Mischung aus 22,0 ml (0,21 mol) wasserfreiem Brombenzol und 80 ml wasserfreiem Ether. Man kühlt den Kolben und lässt 15-20 ml der etherischen Lösung in die Reaktionskolben. Falls die Reaktion nicht anspringt, man erhitzt den Kolben mit einem warmen Wasserbad. Wenn die Reaktion zu heftig wandelt, verwendet man Eiswasserkühlung. Diese Umstände soll man beim Zusammenbauen der Apparatur in Betracht ziehen. 10 Minuten nach dem Anspringen der Reaktion tropft man die Lösung des Brombenzols ein, aber man soll darauf achten, dass der Ether mild siedet.



Heftige Reaktion anspringt



Während der Reaktion soll das Lösungsmittel leicht sieden

Nach dem Zutropfen refluxiert man die Mischung unter ständigem Rühren 30 Minuten lang, danach tropft man unter Kühlung (Salz-Eis-Mischung) während 45 Minuten eine Lösung von 30 ml Ether und 8,0 ml (0,07 mol) Phosphortrichlorid hinzu. Es entsteht nach der Zugabe von jedem Tropfen ein gelbes, festes Produkt, das im Falle eines zu schnellen Eintropfens sich nicht auflösen kann! Danach gießt man die Mischung in ein 1000 ml Becherglas, und gibt unter weiterer Kühlung zu der eiskalten Lösung eine Mischung von 11 ml konzentrierter Salzsäure und 80 ml Wasser hinzu.



Ablauf der Reaktion



Reaktionsmischung nach einstündigem Kochen

Das Triphenylphosphin befindet sich vorwiegend in der Etherphase, die mit einem Scheidetrichter abgetrennt wird. Man schüttelt die wässrige Phase mit 2x20 ml Ether aus, danach trocknet man die vereinigten, organischen Phasen einen Tag lang mit wasserfreiem Calciumchlorid oder mit wasserfreiem Natriumsulfat. Man gießt die wasserfreie Flüssigkeit in einem Kolben und man destilliert den Ether ab. Danach gießt man das geschmolzene Produkt in eine Porzellanschale und lässt es abkühlen. Die Kristalle werden gründlich abgesaugt, mit absolutem Ethanol gewaschen und aus Ethanol umkristallisiert. Man saugt die entstehenden Kristalle wieder ab und wäscht so lange mit wasserfreiem Ethanol, bis die gelbliche Farbe des Produktes verschwindet. Triphenylphosphin soll in einer gut schließbaren, dunklen Flasche lagern und von Luft geschützt werden.



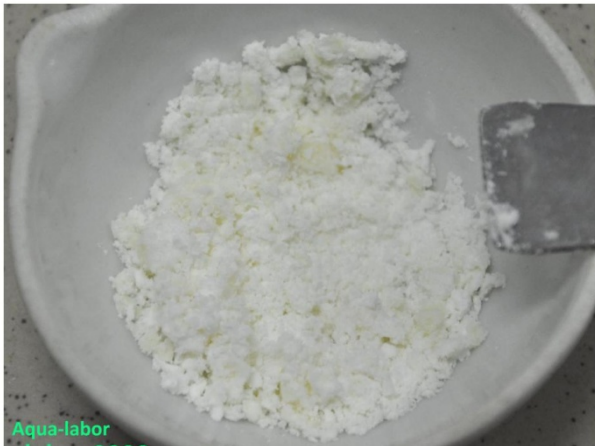
TPP-Lösung und resliches Magnesium



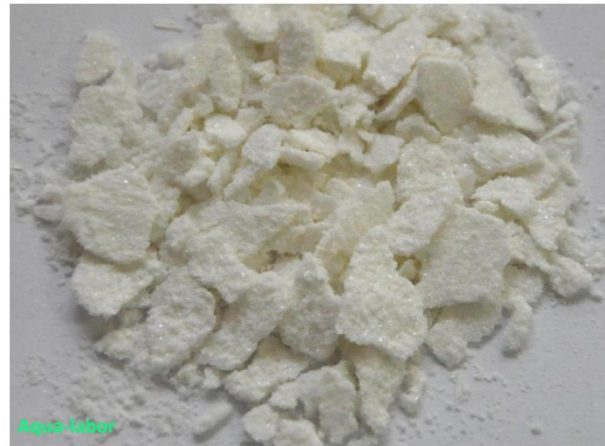
**TPP rasch erstarrt
Trennung der Phasen**



Rohes TPP geschmolzen



TPP nach Umkristallisation



Reines TPP



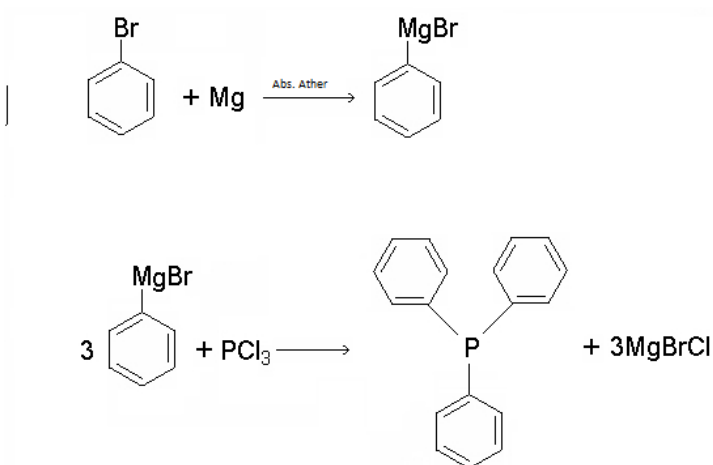
Entsorgung:

Den entstehenden Abfall sammelt man als halogenfreien, organischen Abfall.



Theoretischer Hintergrund und Erfahrung:

Im ersten Schritt synthetisiert man eine Grignard-Verbindung (PhMgBr). Das PhMgBr greift am partial positiven P-Atom von PCl_3 an ($\text{S}_{\text{N}}2$), wobei MgClBr abgespalten wird.



Theoretische Ausbeute: 18,25 g. Die Ausbeute des umkristallisierten Produktes: 12,73 g, 69,7%.



Literatur:

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

Römpp: Vegyészeti 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.