

Vorschrift 2a

Ferrocen (Cp_2Fe)

Arbeitsvorschrift:

120 mL 1,2-Dimethoxyethan (DME) und 50 g KOH werden in einem Kolben versehen mit einem Tropftrichter, einem Septum und einem Überglucker vorgelegt. Es werden 11 mL monomeres Cyclopentadien (C_5H_6) zugegeben. Nach etwa 10 Minuten wird eine Lösung aus 13 g $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ in 50 mL Dimethylsulfoxid (DMSO) so zugetropft, daß die Zugabe nach etwa 30 Minuten beendet ist. Es wird eine Stunde gerührt, dann wird die Reaktionsmischung auf 180 mL 6 M HCl und etwa 600 g Eis geschüttet. Der ausgefallene Niederschlag wird abfiltriert und mit etwas Wasser (etwa 25 mL) nachgewaschen. Die Ausbeute beträgt nach Trocknung 11,0 - 11,9 g (89-98%). Zur Reinigung kann das Ferrocen sublimiert werden.

Hinweis: Das Lösen in DMSO erfordert unter gutem Rühren etwa 1 h. Nur fein gepulvertes $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ verwenden!

Aufgabenstellung:

Alle Arbeitsschritte bis zur Aufarbeitung sind unter Schutzgas durchzuführen! Stellen Sie die Reaktionsgleichung auf und berechnen Sie den Ansatz, unter Annahme einer Ausbeute von 80%, auf 5 g Endprodukt. Verwenden Sie einen Überschuss an KOH von 13 equiv..

Bestimmen Sie den Schmelzpunkt Ihres Produktes.

Fragen:

- Wie setzen Sie Ihre Apparatur unter Schutzgas (Skizze!)?
- Wie bekommen Sie monomeres Cyclopentadien (C_5H_6)?
- Wo liegt der Siedepunkt von DME und DMSO?
- Warum wird die „Reaktionsmischung auf 180 mL 6 M HCl und etwa 600 g Eis geschüttet“
und nicht umgekehrt?
- Was versteht man unter Rückfluss?

Literatur:

„Anorganisch Chemische Präparate“ Golloch, Kuss, Sartori, Verlag de Gruyter, New York 1985, Seite 208.