

Vorversuch: Darstellung von Natrium-Naphthalid ($\text{NaC}_{10}\text{H}_8$)

Geräte und Substanzen

Vakuuminie, Schlenk-Kolben, Spritze mit Kanüle, Umkehrfritte, Übergangsstücke, Blasenähler, Dewars, Naphthalin, Natrium, THF (trocken)

Natrium reagiert sehr heftig mit Wasser. Natrium mit Isopropanol zersetzen. THF wird in dem Kanister für Lösungsmittelabfälle entsorgt.

Versuchsdurchführung

Natrium-Naphthalid entsteht durch Reduktion von Naphthalin mit Natrium. Das Anion und seine Lösungen sind sehr sauerstoff- und hydrolyseempfindlich. Bei der Darstellung von Natrium-Naphthalid ist daher peinlichst auf Luft- und Feuchtigkeitsausschluss zu achten. Lösungen von reinem $\text{NaC}_{10}\text{H}_8$ in THF sind tiefgrün gefärbt; bei Zutritt von Luft erfolgt rasche Entfärbung. Reines $\text{NaC}_{10}\text{H}_8$ ist schwarz-grün gefärbt. An der Luft verpufft die Verbindung unter Feuererscheinung. Tritt Luft nur langsam bzw. in geringen Mengen hinzu, so wird Entfärbung beobachtet. Wegen der Empfindlichkeit der Verbindung gegenüber H_2O und O_2 eignet sich die Darstellung von Natrium-Naphthalid als Übungsversuch für den Umgang mit der Intergastechnik (Abfüllen, Umkondensieren und Filtrieren von Lösungsmitteln unter N_2).

Die Luft wird durch mehrmaliges Abpumpen und Zufuhr von N_2 aus den Apparaturen (Schlenk-Kolben, Spritzen, Fritten, Übergangsstücke, Überdruckventile usw.) entfernt. Feuchtigkeit wird zusätzlich durch Trocknen im Trockenschrank oder ausheizen mit dem Heißluftfön entfernt. In geöffneten Systemen wird unter laufendem N_2 -Strom gearbeitet. Der erste Ansatz dient zur Reinigung von THF unter Verbrauch von bereits entstandenem Produkt.

Durchführung:

a) In einen 250-ml-Schlenk-Kolben werden eine Spatelspitze Naphthalin und 40 ml THF gegeben (Spritze). Ein kleines Stück Natrium (einige mm^3) sowie ein Rührfisch werden hinzugefügt. Das Natrium wird mit einem Spatel vorsichtig im Reaktionskolben zerdrückt. Dann wird der Reaktionskolben mit aufgesetztem Blasenähler solange im Ultraschallbad beschallt, bis die Lösung tief grün gefärbt ist.

b) Der Reaktionskolben wird nun durch ein gebogenes Übergangsstück mit einem zweiten Schlenk-Kolben (Größe: 50 ml bis 250 ml) verbunden (siehe Abb. 1). Die Fixierung der Kolben erfolgt mittels Gabelklemmen. Dann wird bis zum vollständigen Erstarren der Lösung mit flüssigem Stickstoff gekühlt (Die Schliffe dürfen nicht eintauchen!). Das System wird über den leeren Kolben evakuiert (Hahn nur zeitweise öffnen!). Ein Dewar-Gefäß mit flüssigem Stickstoff wird unter den leeren Kolben gestellt. Hahn sporadisch zum Vakuum hin öffnen. Sobald die Lösung auftaut, Magnetrührer unterstellen und rühren, um Siedeverzüge zu

vermeiden. Nach erfolgter Umkondensation wird die Kühlung entfernt. Erst kurz vor Erreichen der Raumtemperatur wird das System mit N_2 "belüftet", da sonst Überdruck in der sich erwärmenden Apparatur entsteht.

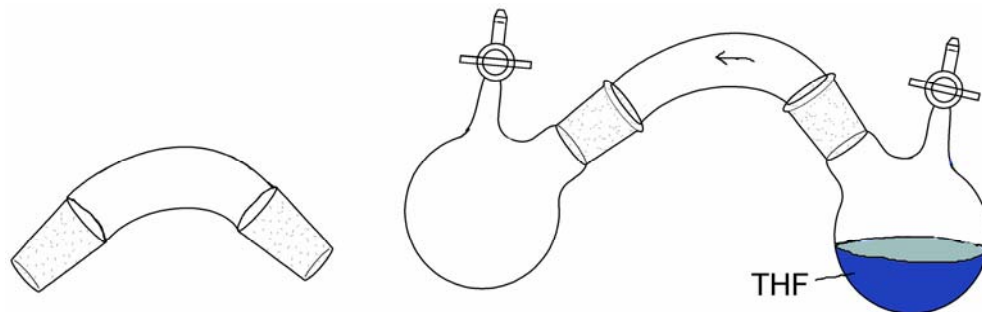


Abb. 1. Verwendung eines Rundbogens.

c) Die beiden Kolben werden getrennt. Der Rückstand der Umkondensation (Natrium!) wird mit Isopropanol vernichtet. In dem Kolben mit dem umkondensierten THF wird der unter a) beschriebene Ansatz wiederholt (ohne Zugabe eines Rührfisches). Nach erfolgter Grünfärbung wird noch 20 min. im Ultraschallbad beschallt.

d) Eine Umkehrfritte mit am unteren Ende aufgestecktem Schlenk-Kolben wird im N_2 -Gegenstrom auf den Reaktionskolben gesetzt, durch Klemmen gesichert und dann um 180° gedreht. Es ist darauf zu achten, dass die Reaktionslösung nicht in einen der drei Schlenk-Ansätze läuft. Hähne rechtzeitig schließen! Durch mehrmaliges kurzzeitiges (!) Evakuieren des unteren Kolbens wird die Lösung filtriert. Das Entstehen von Unterdruck im oberen Teil der Apparatur wird durch Zufuhr von Stickstoff verhindert. Nach beendeter Filtration wird zur Sicherheit auch der untere Kolben noch einmal mit N_2 "belüftet"; Fritte und oberer Kolben werden entfernt. Das auf der Fritte befindliche Natrium wird vorsichtig mit Isopropanol vernichtet.

e) Die erhaltene grüne Lösung wird mit einer Spritze unter inerten Bedingungen entnommen. Der Inhalt der Spritze wird in ein Becherglas gegeben um die Entfärbung zu beobachten.