

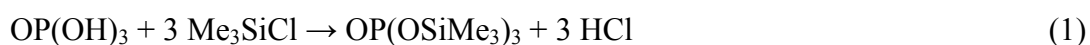
Úloha 1. Příprava tris(trimethylsilyl) esteru kyseliny fosforečné - TTP (Dr. A. Stýskalík)

Postup přípravy Tris(trimethylsilyl) ester kyseliny fosforečné (TTP)

OP(OSiMe₃)₃ připravíme z 85 % kyseliny fosforečné a trimethylchlorsilanu podle rovnice (1).¹ Reakční aparatura se skládá z dvojhrdlé Schlenkovy baňky a zpětného chladiče. Jako chladicí kapalinu pro zpětný chladič použijeme isopropanol při –15 °C (pomocí termostatu). Tato teplota zpětného chladiče umožňuje var pod zpětným chladičem trimethylchlorsilanu (beze ztrát odparem), zatímco vznikající HCl může odejít. Aparaturu není nutné sušit předem (používáme vodný roztok kyseliny fosforečné), aparatura se vysuší přebytečným trimethylchlorsilanem (stejně jako voda v roztoku H₃PO₄). Celou aparaturu uzavřeme přetlakovým ventilem, který zamezuje přístupu vzdušné vlhkosti k reakční směsi z okolní atmosféry. Za přetlakový ventil může být zařazena problublačka s vodou pro pohlcení vzniklého HCl (pozor, při podtlaku může být voda nasáta zpět do aparatury, nutno použít malé množství vody!).

Do takto připravené aparatury injekční stříkačkou nabere trimethylchlorsilan (159.9 g, 1.472 mol). Za řádného míchání při laboratorní opatrně přikapáváme 85 % roztok kyseliny fosforečné (29.95 g, 30.56 mmol). Reakce je exotermní, je nutné přikapávat pomalu, aby trimethylchlorsilan nešel příliš bouřlivě a neodcházel z reakční směsi. Po přikapání veškeré H₃PO₄ postupně zvyšujeme teplotu olejové lázně až na 110 °C a necháme při této teplotě reagovat přes noc.

Následující den necháme reakční směs zchladnout, v proudu suchého dusíku aparaturu rozebereme a dvojhrdlou baňku obsahující směs produktů uzavřeme. Těkavé produkty a přebytečný trimethylchlorsilan oddestilujeme do vymrazovací nádoby v dynamickém vakuu olejové vývěvy. Netěkavý zbytek (bezbarvá viskózní kapalina) následně podrobíme vakuové destilaci při teplotě olejové lázně 70 °C. Čistý produkt (oddestilovaná bezbarvá kapalina) následně degasujeme, vtáhneme do suchého boxu a uchováme pro další použití. Čistotu produktu ověříme pomocí ³¹P NMR spektroskopie, obvyklý výtěžek činí 60–80 %.



Analýza produktu

Výtěžek TTP ($M_r = 314.54 \text{ g mol}^{-1}$)

IR (KBr tableta, cm^{-1}), ν :

^1H NMR (300 MHz, trichlormethan- d_1), δ (ppm)

^{13}C -APT NMR (75.48 MHz, trichloromethan- d_1) δ (ppm)

^{31}P NMR (121.49 MHz, trichlormethan- d_1) δ (ppm)

Otázky

1/ Popište chemickou rovnicí reakci vody s trimethylchlorsilanem.

2/ Jaké těkavé produkty může obsahovat reakční směs?

3/ Jaké produkty pravděpodobně obsahuje nětěkavý zbytek po vakuovém oddestilování tris(trimethylsilyl) esteru kyseliny fosforečné?

Literatura

¹Lehnert, R.; Rautschek, H.; Roesler, H.; Schickmann, H.; Srebny, H. G.; Wendt, H. D. *Katalysator zur herstellung von organosiloxanen oder polyorganosiloxanen*; Google Patents, 1995.