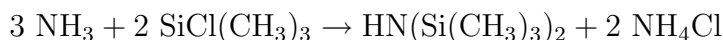


Dátum:  
17.12.2008

# Hexametyldisilazán

Anton Repko

## Teória



Prebiehala substitúcia väzby Si-Cl väzbou Si-N, pričom vznikajúci chlorovodík bol okamžite neutralizovaný amoniakom. Produkt bol od salmiaku oddelený destiláciou. Teoretický výťažok:

$$m_{\text{teor}} = n \cdot M_{\text{silazán}} = \frac{0,41}{2} \cdot 161,40 = 33,09 \text{ g}$$

## Chemikálie

amoniak v tlakovej fľaši  
 $\text{SiCl}(\text{CH}_3)_3$  ( $M = 108,64 \text{ g.mol}^{-1}$ )

## Aparatúra

magnetická miešačka s miešadlom, etanolový kúpeľ, olejový kúpeľ, suchý ľad, 3-hrdlá 250 ml zábrusová banka so sklenenými a plastovými zátkami, 2× 50 ml zábrusová banka NZ 29, nízkoteplotný chladič, zostupný chladič 2×NZ 29, sušiaci kolóna (sklenená vata + KOH), 2× kohút, 2× 20 ml premývačka s nujolom, frita S3, gumová zátkou s dierou, 10 ml striekačka s hadičkou, gumové hadičky

## Pracovný postup

### *Skvapalnenie amoniaku*

V digestóriu som zostavil aparatúru na skvapalnenie amoniaku v poradí: tlaková fľaša s amoniakom, kohút, sušiaci kolóna (sklená vata, 20 cm KOH, sklená vata), kohút, premývačka s nujolom, trojhrdlá banka 250 ml s okrúhlym dnom (jedno hrdlo uzavreté, vnútri magnetické miešadlo), nízkoteplotný spätný chladič, premývačka s nujolom. Nízkoteplotný chladič som naplnil suchým ľadom ( $\text{CO}_2$ ), otvoril kohúty a spustil prúd amoniaku. Do nízkoteplotného chladiča som pridal práve toľko etanolu, aby chladiaca zmes nevykypela. Banku som ponoril do kúpeľa zo zmesi suchého ľadu a etanolu. Prúd amoniaku som zvyšoval dovtedy, kým cez druhú premývačku nezačali unikať bubliny. Nechal som skondenzovať asi 150 ml amoniaku.

### *Pridanie trimetylsilylchloridu*

Prívod amoniaku do trojhrdlej banky som nahradil zátkou s dierou, ktorou som pomocou injekčnej striekačky s hadičkou pridal po kvapkách 53 ml (45 g; 0,41 mol)  $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$  za miešania magnetickou miešačkou. Pri tom sa uvoľňoval dym salmiaku v plynnom amoniaku, ktorý sa usadzoval na stenách banky a chladiča. Potom som odstránil chladiaci kúpeľ a zátku so striekačkou nahradil odvodom do stĺpca KOH a premývačky s voľným výstupom do digestória. Nízkoteplotný chladič som nahradil zátkou. Kvapalný amoniak som nechal odparovať cez noc.

### *Destilácia produktu*

Na banku s reakčnou zmesou som nasadil zostupný chladič so zábrusmi NZ 29. Sušiacu kolónu som prepojil na koniec chladiča a bočné vývody banky som uzavrel. Destiloval som z olejového kúpeľa zohriateho na 200 °C do 50 ml banky s okrúhlym dnom. S produktom sublimoval aj chlorid amónny, ktorý čiastočne zadržiaval produkt v chladiči. Po skončení destilácie som produkt prefiltraval cez fritu S3 do dopredu odváženej banky. Výťažok bol 13,72 g surového produktu (41 % teórie vzhľadom k  $\text{SiCl}(\text{CH}_3)_3$ ).

Surový produkt bol ďalej zmiešaný s ostatnými frakciami a predestilovaný na vpichovanej kolóne (t.v. 122-124 °C). Bolo získané približne 78 ml produktu (čistota >99 % podľa  $^1\text{H}$  NMR).

## Charakterizácia

*NMR (300 MHz) v  $\text{CDCl}_3$ :*

$^1\text{H}$   $\delta$  [ppm]: 0.04 (H, s,  $\text{CH}_3$ )

$^{13}\text{C}$  ( $^1\text{H}$ )  $\delta$  [ppm]: 2.7 (C, s,  $\text{CH}_3$ )

## Literatúra

[1] Podlahová, Kratochvíl: Pokročilé cvičení z anorganické chemie