

Алынуы [39]

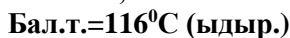
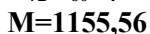
Алдын ала палладийлік губка алады. Ол үшін 80 мл судағы 5,2 г металдық палладийге 40 мл натрий формиатының (11,6 г) сулы ерітіндісін қосады. Қоспаны 80-90°C кезінде 5 мин бойы қыздырады. Содан соң, бөлме температурасында жайлап 40 г NaOH қосады. Алынған палладийлік губканы абайлап сумен, хлорид-ионға кері реакция көрсеткенше (AgNO_3 ерітіндісінің көмегімен) жуады және вакуумде кептіреді.

10 г дайын палладийлік губканы абайлап, қиыршық сірке және концентрлі азот қышқылдарымен (сәйкес 250 мл және 6 мл) қоңыр булардың бөлінуі тоқтағанша, қайнатады. Аздаған палладий мөлшері ерімеген күйінде қалуы тиіс. Бұлай болмаған жағдайда, палладий губкасының шамалы мөлшерін қосады және қайнатуды қоңыр булардың бөлінуі тоқтағанша, қайнатады. Бұл процедура өнімнің $\text{PdNO}_2 \cdot \text{OAc}$ ластануын жою үшін қажет.

Қайнап тұрған қоңыр ерітіндіні сүзеді және суытып қояды, сол кезде $\text{Pd}(\text{OAc})_2$ көп мөлшері кристалдар түрінде түзеді, оны сірке қышқылымен және сумен жуады, ауада кептіреді. Шығым сандық.

Қиыршық сірке қышқылында комплекс мономерлік формада, ал бензолда тример формасында болады.

Палладийдің (0) тетракис(трифенилфосфинін) синтездеу



Сары кристалдық ұнтақ, ауада тұрақты. Инертті газ атмосферасында сақтау ұсынылады. Бензолда, метиленхлоридте және хлороформда жақсы ериді; тетрагидрофуранда, ацетонда, ацетонитрилде нашар ериді; қаныққан көмірсутектерде ерімейді.

Ерітіндіде $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{O}_2$ түзіп тотығады. Сілтілік сипаттағы қоспалар қатысында металдық палладийге дейін тез ыдырайды.