

DARSTELLUNG EINES PLATINALKINKOMPLEXES MIT P,P-CHELATLIGANDEN UND ANSCHLIEßENDE UMSETZUNG MIT N-FLUOROBENZENESULFONIMID (NFSI)

AK Prof. Dr. Thomas Braun (Betreuung durch Dipl. Chem. Josefine Berger, Dipl. Chem. Theresia Ahrens und Dr. Beatriz Calvo)

LERNINHALT / ZIELSTELLUNGEN / VERMITTELTE ARBEITSTECHNIKEN

Der Versuch dient dem Erlernen des chemischen Arbeitens unter Inertbedingungen mit Hilfe der Schlenktechnik und des Umgangs mit PFA-Inlinern bei Fluorierungsreaktionen.

Ziel des Versuches ist die Darstellung eines Platinalkinkomplexes mit P,P-Chelatliganden, welche anschließend mit dem Fluorierungsmittel N-Fluorobenzenesulfonimid (NFSI) umgesetzt werden. Hierbei können Phosphanliganden wie 1,1'-Bis(diphenylphosphino)ferrocen (dppf), 4,5-Bis(diphenylphosphino)-9,9-dimethylxanthen (Xantphos) oder auch 1,2-Bis(diphenylphosphino)-ethan (dppe) eingesetzt werden. Es soll die Reaktivität des Fluorierungsmittels gegenüber dem Platinalkinkomplex untersucht werden, wobei prinzipiell zwei Reaktionspfade möglich sind. Beim Reaktionspfad A kann ein Platinfluoridokomplex synthetisiert werden. Alternativ wäre die Fluorierung des Alkins möglich, wobei eine Platin- β -vinylfluoreinheit entsteht.

Zur Charakterisierung der Produkte sollen $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -, $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ - und ^1H -NMR-Spektroskopie sowie LIFDI-TOF-Massenspektrometrie (Liquid Injection Field Desorption Ionisation) eingesetzt werden.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

a) Darstellung von $[\text{Pt}\{\kappa^2\text{-(P,P)}\}\{\eta^2\text{-PhC}\equiv\text{CPh}\}]$

Der Komplex $\text{Pt}(\text{cod})_2$ (1 eq.) wird in 1 mL *n*-Hexan bei $T = -40\text{ }^\circ\text{C}$ vorgelegt. Dazu wird eine *n*-Hexanlösung (2 mL) von Diphenylethin (1 eq.) gegeben. Die Reaktionslösung wird langsam auf $T = 0\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt, wobei eine Farbänderung von farblos zu violett auftritt. Nach Zugabe von 1 eq. P,P-Chelatligand fällt ein gelber Feststoff aus. Die braune Reaktionslösung wird abfiltriert und der Feststoff bei $T = 0\text{ }^\circ\text{C}$ drei Mal mit je 1 mL *n*-Hexan gewaschen. Nach Trocknung unter vermindertem Druck kann $[\text{Pt}\{\kappa^2\text{-(P,P)}\}\{\eta^2\text{-PhC}\equiv\text{CPh}\}]$ als gelber Feststoff erhalten werden.

b) Reaktion von $[\text{Pt}\{\kappa^2\text{-(P,P)}\}\{\eta^2\text{-PhC}\equiv\text{CPh}\}]$ mit NFSI

Der Komplex $[\text{Pt}\{\kappa^2\text{-(P,P)}\}\{\eta^2\text{-PhC}\equiv\text{CPh}\}]$ (1 eq.) und NFSI (1 eq.) werden in einem PFA-Rohr vorgelegt, mit 2 mL Toluol versetzt und 45 min bei Raumtemperatur gerührt. Dabei fällt aus der Reaktionslösung ein farbloser Feststoff aus. Die überstehende Lösung wird abfiltriert, der Feststoff drei Mal mit *n*-Hexan (1 mL) gewaschen, unter vermindertem Druck getrocknet und anschließend spektroskopisch untersucht. Sollte kein Feststoff bei der Reaktion ausfallen, wird ein Überschuss *n*-Hexan zur Reaktionslösung gegeben und die Aufarbeitung wie oben beschrieben fortgesetzt.