

# Praktikum zum Masterpflichtmodul *Anorganische Chemie* WS 2025/26

## Teilbereich Metallorganische Chemie

### Zum Vorgespräch:

Das Vorgespräch einer Praktikumswoche findet montags statt. Hierzu bereiten sich die Teilnehmenden auf die Versuchsblöcke aus dem Skript vor, die Ihnen für die jeweilige Praktikumswoche zugeordnet sind. Eine entsprechende Zuordnungsliste wird in ILIAS hochgeladen. Die einzelnen Versuche werden von den Teilnehmenden an der Tafel vorgestellt. Bestandteil des Vorgesprächs sind zum einen die Reaktionsgleichungen, Mechanismen, aufgeführte Lerninhalte etc. und zum anderen die präparative Durchführung der jeweiligen Versuche. Für eine sinnvolle Diskussion der chemischen Zusammenhänge der Präparate sind Kenntnisse im Bereich der **Koordinationschemie** (Ligandenfeldtheorie, spektrochemische Reihe etc.), der **Metallorganischen Chemie** (Metallocene, Metallcarbonyle, etc.) und Kenntnisse über **Methodik und Auswertung von NMR-Spektren** (Molekülsymmetrie, Anzahl und Multiplizität der NMR-Signale etc., siehe dazu z.B. das Skript *Crashkurs NMR-Spektroskopie* in ILIAS) unerlässlich und somit Bestandteil des Vorgesprächs. Sind grundlegende Kenntnisse nicht vorhanden, muss das Vorgespräch wiederholt werden. Wir bitten alle Teilnehmenden sich gut vorzubereiten, da der Beginn der praktischen Arbeit erst nach bestandenem Vorgespräch möglich ist.

Im Anschluss an das Vorgespräch erfolgt bereits eine kurze Einweisung in allgemeine Arbeitstechniken unter inerten Reaktionsbedingungen im Labor. Alle Arbeiten (sofern nicht anders erwähnt) sind unter Schutzgas und mit getrockneten bzw. entgasten Lösungsmitteln durchzuführen! Glasgeräte/Apparaturen sind vor Gebrauch bzw. Zugabe von Lösungsmitteln/flüssigen Reaktanden zu sekurieren. **Während der praktischen Arbeit ist ein Laborjournal zu führen**, in dem die tatsächlich erfolgte Versuchsdurchführung und die jeweiligen Beobachtungen notiert werden.

Ergänzend zur angegebenen Fachliteratur, werden noch folgende Bücher empfohlen:

- R. Alsfasser, C. Janiak, T. M. Klapötke, H.-J. Meyer, E. Riedel, *Moderne Anorganische Chemie*, de Gruyter.
- C. Elschenbroich, *Organometallchemie*, 6. Aufl., Teubner, Wiesbaden, **2008**.
- M. Hesse, H. Meier, B. Zeeh, *Spektroskopische Methoden in der organischen Chemie*, 8. Aufl. Thieme, **2012**.
- G. R. Fulmer *et al.* NMR Chemical Shifts of Trace Impurities: Common Laboratory Solvents, Organics, and Gases in Deuterated Solvents Relevant to the Organometallic Chemist, *Organometallics* **2010**, 29, 2176-2179.
- H. E. Gottlieb *et al.* NMR Chemical Shifts of Common Laboratory Solvents as Trace Impurities, *J. Org. Chem.* **1997**, 62, 7512-7514.

### **Zum Praktikumsverlauf:**

Spätestens zum ersten Labortag muss das entsprechende Vorprotokoll vorliegen (pro Versuch ein Vorprotokoll, siehe Vordruck). Dabei ist die Ansatzberechnung wichtig (inkl. Massen, molare Massen, Stoffmengen, ggf. Dichten für Flüssigkeiten). Zusätzlich muss die entsprechende **Versuchsdurchführung aus der Fachliteratur in ausgedruckter Form** vorliegen. Die Versuchsbeschreibungen in diesem Skript dienen nur zur groben Orientierung. Die angegebene Fachliteratur sollte vor Versuchsbeginn verinnerlicht und befolgt werden, soweit nicht anders vom Assistenten angeordnet.

Die Durchführung der Versuche ist von Dienstag bis Freitag jeweils von 8:00 bis 18:00 Uhr möglich. **Die Vorlesungen bzw. Übungen haben stets Vorrang vor der Laborarbeit.** Bitte teilt euch eure Zeit so ein, dass am Ende der Woche alle Präparate fertig synthetisiert und charakterisiert, sowie die Ausrüstung und der Arbeitsplatz gereinigt sind. Hierbei ist zu beachten, dass **Arbeiten im Labor nur bei vollständiger Anwesenheit der gesamten Gruppe** durchzuführen sind. Eine Arbeitsteilung in Form eines „Schichtbetriebs“ ist nicht akzeptabel. Jeder Gruppe wird am Montag ein Arbeitsplatz zugewiesen, der alle benötigten Materialien/Geräte enthält. Spätestens am Freitag um 18:00 Uhr muss dieser Arbeitsplatz wieder abgegeben werden (inkl. gespülten Glasgeräten!).

### **Zu den Versuchsergebnissen:**

Die Versuchsergebnisse werden durch eine kurze Powerpoint-Präsentation vorgestellt (Die Anfertigung eines ausführlichen schriftlichen Protokolls ist dagegen nicht erforderlich). Jede Gruppe erstellt dazu eine Präsentation von ca. 10 Minuten Dauer (maximal 10 Folien). Alle Gruppen einer Praktikumswoche vereinbaren für die Präsentationen mit den Assistenten einen gemeinsamen Termin in der auf die Praktikumswoche folgenden Woche. Bestandteile der Präsentation sollen sein: **Einleitung** (Vorstellung des Präparates, Lernziel des Versuchs), **Reaktionsgleichung(en)**, **Mechanismus**, **Versuchsdurchführung mit Ansatzgröße, Ausbeuteberechnung**, **Präsentation und Erläuterung der NMR-Spektren**. Ausbeuten und spektroskopische Daten werden mit der Primärliteratur verglichen, eventuelle Abweichung werden diskutiert.

### **Zusammengefasst:**

Die Theorie zu den Versuchen (Stichwort: Lerninhalte) ist für das Kolloquium in der jeweiligen Woche vorher zu lernen. Ohne bestandenes Vorgespräch, korrektes Vorprotokoll und ausgedruckter Versuchsvorschrift (Primärliteratur und Skript!) ist ein Beginn der praktischen Arbeiten nicht möglich! Während der Versuchsdurchführung ist ein Laborjournal zu führen, in dem die Versuchsdurchführung und Beobachtungen notiert werden. Die Lerninhalte dienen außerdem als Rahmen für die Präsentation der Versuchsergebnisse.

Wir wünschen allen Teilnehmenden ein erfolgreiches Praktikum!

## **Block 0**

### **0.0 Darstellung von Natriumcyclopentadienid**

#### **Literatur:**

[1] T. K. Panda, M. T. Gamer, P. W. Roesky, *Organometallics* **2003**, 22, 877-878.

#### **Durchführung:**

Frisch geschnittenes Natrium wird bei Raumtemperatur zu Dicyclopentadien gegeben. Die Reaktionsmischung wird über Nacht auf 160 °C erhitzt, wobei das NaCp als weißer Feststoff ausfällt. Das Produkt wird abfiltriert (Umkehrfritte), mit *n*-Hexan gewaschen und im Hockvakuum getrocknet. Bei der Aufarbeitung ist besonders streng auf den Ausschluss von Luft und Wasser zu achten (NaCp ist pyrophor!). Die Fritte mit dem trockenen Produkt wird in die Glovebox eingeschleust und das NaCp in passende Gebinde abgefüllt und gewogen. In diesem Zuge kann die berechnete Menge NaCp auch direkt in einen Kolben für Versuch 1.1 abgewogen werden.

In reiner Form ist NaCp ein farbloser Feststoff. Bei Verunreinigungen durch teilweise Oxidation sieht es leicht pink aus.

#### **Ansatzgröße:**

0,1 mol Natrium

#### **Lerninhalte:**

- Wie liegt Cyclopentadien bei Raumtemperatur vor?
- Schlagen Sie eine alternative Synthese für NaCp vor.
- Erläutern Sie die Anwendungen und Bedeutsamkeit von NaCp innerhalb der metallorganischen Chemie.
- Wie viele Signale liefert das Produkt im jeweiligen NMR-Spektrum und wie spalten diese auf?

## Block 1

### 1.1 Darstellung von Tricarbonyl( $\eta^5$ -cyclopentadienyl)methylmolybdän(II)

#### Literatur:

[1] G. Brauer, *Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie*, Band III, Enke Verlag, Stuttgart 1981, S. 1810, 1914, 1947.

#### Durchführung:

Für die Präparation des Anions  $[\text{CpMo}(\text{CO})_3]^-$  wird zunächst  $\text{Mo}(\text{CO})_6$  in einem 100-mL-Schlenkkolben eingewogen und sekuriert. Das Einwiegen des  $\text{NaCp}$  geschieht in einer GloveBox unter strengem Luftausschluss, da  $\text{NaCp}$  pyrophor ist (der Schlenkkolben darf nur evakuiert in die Glovebox eingeschleust werden!). Die Reaktanden werden in der entsprechenden Menge THF (10 mL) für 1-2 h unter Rückfluss erhitzt. Anschließend erfolgt die Umsetzung mit Methyliodid als Elektrophil zum Methylkomplex (Rührzeit: 45-60 min). Nach Beendigung der Reaktion wird das THF im Vakuum entfernt (sekundäre Kühlfalle verwenden!) und das gelbe Reinprodukt durch Hochvakuumsublimation (ca. 45-60 min) aus dem Rückstand erhalten.

#### Ansatzgröße:

2,5 mmol Molybdänhexacarbonyl

#### Charakterisierung:

- $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ )
- $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) [Messbereich: -50 – 250 ppm]

#### Lerninhalte:

- Welche metallorganischen Elementarreaktionen sind bei der Synthese des Produktes beteiligt? Welche Oxidationsstufen liegen vor?
- Welche Metallcarbonyle der 3d- und 4d-Reihe gibt es und welche haben industriellen Nutzen?
- Wie viele Signale liefert das Produkt im jeweiligen NMR-Spektrum und wie spalten diese auf?

## 1.2 Darstellung von (Triphenylphosphan)(dicarbonyl)(acetyl)cyclopentadienylmolybdän(II)

### Literatur:

- [1] D. J. Woollins, *Inorganic Experiments*, Wiley-VCH Verlag, Weinheim **2010**, S.368.
- [2] M. J. Wax, R. G. Bergman, *J. Am. Chem. Soc.* **1981**, 103, 7028-7030.

### Durchführung:

In einem 100-mL-Schlenkkolben werden Tricarbonylcyclopentadienylmethylmolybdän und gemörsertes (!) Triphenylphosphan in 20 mL Acetonitril über Nacht gerührt. Das ausgefallene Reaktionsprodukt wird abfiltriert, mit *n*-Hexan gewaschen und im Hochvakuum getrocknet.

### Ansatzgröße:

ca. 200 mg (abhängig von der Ausbeute in der ersten Stufe) Tricarbonyl(cyclopentadienyl)methylmolybdän(II)

### Charakterisierung:

- $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ )
- $^{13}\text{C}\{\text{H}\}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) [Messbereich: –50 – 300 ppm]

### Lerninhalte:

- Was bedeutet „migratory insertion“ und welche Molekülgruppe wandert?
- Wie kann der Reaktionsmechanismus bewiesen werden?
- Erläutern Sie, welche Lösungsmittel für diese Reaktion geeignet sind?
- Wieviel Signale liefert das Produkt im jeweiligen NMR-Spektrum und wie spalten diese auf?

## Block 2

### 2.1 Darstellung von Bis(triphenylphosphan)(bromo)(mesityl)nickel(II)

#### Literatur:

[1] A. Klein, Z. Anorg. Allg. Chem. **2001**, 627, 645-650.

#### Durchführung:

##### Ansatzgröße Teil I: 5 mmol NiBr<sub>2</sub>

In einen 100-mL-Zweihalskolben werden die berechnete Menge gemörsertes Triphenylphosphan und wasserfreies Nickel(II)-bromid sowie ein Rührfisch gegeben. Der Kolben wird mit einem Stopfen sowie einem Rückflusskühler mit aufgesetztem Schlenkhahn mit Olive versehen und diese zu einem Überdruckventil verbunden. Die Apparatur wird drei Mal sekuriert, wobei insbesondere darauf zu achten ist, dass die Hähne vorsichtig bedient werden, damit kein Edukt in die Vakuumlinie oder den Rückflusskühler staubt. Im Stickstoffgegenstrom werden nun 30 mL absolutes THF zugegeben, und die Mischung ca. 2 Stunden unter Rückfluss bei 80 °C Badtemperatur zum Sieden erhitzt. Der Kolbeninhalt geht dabei in eine tief dunkelgrüne Lösung über. Diese Lösung wird dann in einem Eisbad auf 0 °C gekühlt.

##### Ansatzgröße Teil II: 6,25 mmol Magnesiumspäne

In der Zwischenzeit werden in einen 100-mL-Schlenkkolben die berechnete Menge Magnesiumspäne und ein Rührfisch gegeben. Der Kolben wird mit einem Rückflusskühler mit aufgesetztem Schlenkhahn mit Olive versehen und mit einem Überdruckventil verbunden. Nach dreimaligem Sekurieren wird der Kolben im Stickstoffgegenstrom durch den Schlenkansatz mit etwa 20 mL absolutem THF befüllt und ein wenig des reinen Mesitylbromids zugegeben. Durch gelindes Erwärmen (Heißluftfön) wird die Reaktion in Gang gebracht und dann das restliche Mesitylbromid so zugegeben, dass die Reaktion aufrechterhalten bleibt, aber nicht zu stark exotherm wird. Dabei ein kaltes Wasserbad für den Kolben bereithalten, falls die Reaktion zu heftig wird. Nun wird die Lösung so lange unter Rückfluss zum Sieden erhitzt, bis praktisch alles Magnesium in Lösung gegangen ist. Danach wird auf Raumtemperatur abkühlen gelassen.

### **Versuchsteil III:**

Der Stopfen des Kolbens aus Teil 1 wird im Stickstoffgegenstrom gegen ein Septum ausgetauscht. Die auf Raumtemperatur abgekühlte (!) Lösung des Mesitylmagnesiumbromids wird in eine sekurierte Plastikspritze aufgezogen und über das Septum langsam (ca. 10 min) zum Nickelkomplex getropft. Danach wird noch 30 Minuten bei 0 °C und 2 h bei Raumtemperatur gerührt. Das Lösungsmittel wird im Hochvakuum (Sekundärkühlfalle!) entfernt. Im trockenen Zustand ist das Rohprodukt über Nacht lagerfähig. Zur Reinigung des Rohprodukts werden ca. 100 mL Methanol zugegeben und solange intensiv gerührt (ggf. Ultraschallbad oder Glasstab), bis auch alle an der Glaswandung befindlichen Reste fein suspendiert sind. Dann wird die Suspension über eine P3-Fritte abfiltriert, der Feststoff zwei Mal mit Methanol und zwei Mal mit *n*-Hexan gewaschen und im Hochvakuum getrocknet.

### **Charakterisierung:**

- $^1\text{H}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ )
- $^{31}\text{P}\{\text{H}\}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ )

### **Versuchsprotokoll und Lerninhalte:**

- Ligandenfeldtheorie: oktaedrisches, tetraedrisches und quadratisch-planares Ligandenfeld, Jahn-Teller-Effekt, Para- und Diamagnetismus.
- Entscheiden Sie begründet, welches der theoretisch möglichen Isomere jeweils gebildet wurde!
- Worin liegt die synthetische Bedeutung der Grignardreaktion?
- Wieviel Signale liefert das Produkt im jeweiligen NMR-Spektrum und wie spalten diese auf?

## 2.2 Darstellung von (Carbonyl)tris(triphenylphosphan)dihydridoruthenium(II)

### Literatur:

[1] Synthese: D. J. Woollins, *Inorganic Experiments*, Wiley-VCH Verlag, Weinheim **2010**, S. 197.

[2] H. Samouei, V. V. Grushin, *Organometallics* **2013**, 32, 4440-4443.

### Durchführung:

In einem 100-mL-Zweihalsschlenkkolben wird zu einer siedenden Lösung von gemörsertem Triphenylphosphan in 20 mL Ethanol nacheinander (!) a) eine Lösung von RuCl<sub>3</sub>-Hydrat in Ethanol, b) wässrige Formaldehydlösung und c) eine Lösung von Kaliumhydroxid in Ethanol gegeben und die Mischung weitere 15 min unter Rückfluss erhitzt. Beim anschließenden Abkühlen auf Raumtemperatur fällt das Produkt aus und wird abfiltriert. Es wird mit eiskaltem Ethanol gewaschen und im Hochvakuum getrocknet.

### Ansatzgröße:

150 mg RuCl<sub>3</sub>\*xH<sub>2</sub>O (Stoffmenge bestimmen bei w = 38 % Ru)

### Charakterisierung:

- <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) [**Messbereich: -10 – 10 ppm**]
- <sup>31</sup>P-NMR (wird ausgehändigt)

### Lerninhalte:

- Erläutern Sie den Unterschied zwischen *Dihydrido*- und *Dihydrogen*-Komplexen.
- Zeichnen Sie alle möglichen Isomere des Produktes und bestimmen Sie deren Punktgruppen.
- Entscheiden Sie begründet anhand der aufgenommenen Spektren des Komplexes, welches der theoretisch möglichen Isomere gebildet wurde!
- Wieviel Signale liefert das Produkt im jeweiligen NMR-Spektrum und wie spalten diese auf?
- Liegt der Komplex in einer *high-spin*- oder *low-spin*-Konfiguration vor?

## Block 3

### 3.1 Darstellung von [1,3-Bis(2,6-diisopropylphenyl)imidazol-2-yliden]kupfer(I)iodid

#### Literatur:

- [1] Synthese: O. Santoro, A. Collado, A. M. Z. Slawin, S. P. Nolan, C. S. J. Cazin, *Chem. Commun.* **2013**, 49, 10483-10485.
- [2] Übersicht: E. A. Martynova, N. V. Tzouras, G. Pisano, C. S. J. Cazin, S. P. Nolan, *Chem. Commun.* **2021**, 57, 3836-3856.

#### Durchführung:

In einem 10-mL-MW-Gefäß wird das Imidazoliumsalz IPr<sup>\*</sup>HCl zusammen mit CuI und K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (4 eq.: Abweichung zur Literatur!) vorgelegt und in 1 mL Aceton gelöst. Es wird 24 Stunden bei 60 °C gerührt. Die erhaltene Lösung wird über Silica filtriert und das Silicapad mit 3 x 1 mL Methylenchlorid gewaschen. Die Lösung wird im Hochvakuum auf die Hälfte ihres Volumens eingeengt und das Produkt mit *n*-Hexan gefällt. Das Produkt wird abzentrifugiert, mit 3 Portionen je 1 mL *n*-Hexan gewaschen und im Hochvakuum getrocknet. Ist das Produkt unter UV-Bestrahlung lumineszent?

#### Ansatzgröße:

0,235 mmol IPr<sup>\*</sup>HCl

#### Charakterisierung:

- <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>)
- <sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR (CDCl<sub>3</sub>)

#### Lerninhalte:

- Welche Darstellungsmöglichkeiten für Metall-NHC-Komplexe gibt es? Welchen „Vorteil“ bietet die in diesem Versuch durchgeführte Darstellungsmöglichkeit? Welche weitere Synthesemöglichkeit für Cu(I)-NHC-Komplexe gibt es ferner?
- Geben Sie den Reaktionsmechanismus/-verlauf für die durchgeführte Synthese an.
- Wieviel Signale liefert das Produkt im jeweiligen NMR-Spektrum und wie spalten diese auf?

## 3.2 Darstellung von [Bis(2,6-diisopropylphenyl)imidazol-2-yliden]kupfer(I)carbazolat

### Literatur:

- [1] Synthese: N. V. Tzouras, E. A. Martynova, X. Ma, T. Scattolin, B. Hupp, H. Busen, M. Saab, Z. Zhang, L. Falivene, G. Pisano, K. van Hecke, L. Cavallo, C. S. J. Cazin, A. Steffen, S. P. Nolan, *Chem. Eur. J.* **2021**, 27, 11904-11911.
- [2] Eigenschaften: R. Hamze, J. L. Peltier, D. Sylvinson, M. Jung, J. Cardenas, R. Haiges, M. Soleilhaveoup, R. Jazzaar, P. I. Djurovich, G. Bertrand, M. E. Thompson, *Science* **2019**, 363, 601-606.

### Durchführung:

In einem 10-mL-MW-Gefäß wird  $\text{IPr}^*\text{HCl}$  zusammen mit  $\text{CuCl}$  und  $\text{K}_2\text{CO}_3$  vorgelegt und in 1 mL Aceton gelöst. Es wird 24 Stunden bei 60 °C gerührt. Nach dem Abkühlen der Lösung werden Carbazol und  $\text{K}_2\text{CO}_3$  gelöst in 0,5 mL Aceton, hinzugegeben. Die Suspension wird 20 Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Das Lösungsmittel wird im Hochvakuum entfernt, der Rückstand in 2 mL Tetrahydrofuran suspendiert und über  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (basisch, Brockmann I) filtriert. Das Lösungsmittel wird im Hochvakuum aus dem Filtrat entfernt und der verbleibende farblose Feststoff mit Diethylether gewaschen. Ist das Produkt unter UV-Bestrahlung lumineszent?

### Ansatzgröße:

0,235 mmol  $\text{IPr}^*\text{HCl}$

### Charakterisierung:

- $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ )
- $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\text{-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ )

### Lerninhalte:

- Für Cu(I)-Komplexe kann die Farbigkeit häufig mit MLCT begründet werden. Was ist MLCT?
- Was bedeutet TADF? Erläutern Sie kurz, was TADF ist und wieso diese von besonderem Forschungsinteresse ist.
- Wieviel Signale liefert das Produkt im jeweiligen NMR-Spektrum und wie spalten diese auf?

## Block 4

### 4.1 Darstellung von *Tetrakis(triphenylphosphit)nickel(0)*

#### Literatur:

Synthese: G. Brauer, Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie 1981, 3. Auflage, Band 3, Enke, Stuttgart, S.2013.

#### Durchführung:

In einem sekurierten Schlenkkolben wird Nickelnitrat-Hexahydrat zusammen mit Triphenylphosphit in Ethanol gelöst und 15 min. lang gerührt. In einem zweiten Kolben wird ein leichter Überschuss an Natriumborhydrid in warmem Ethanol gelöst, zügig auf Raumtemperatur abgekühlt und anschließend über 10 min. im Stickstoffgegenstrom zu der Nickel-Lösung getropft. Es bildet sich eine beigegebene Suspension. Nach Beendigung der Zugabe wird noch 10 min. gerührt. Der Feststoff wird über eine sekurierte G3-Fritte filtriert, dreimal mit je 5 mL Ethanol nachgewaschen und im Hochvakuum getrocknet. Das Rohprodukt wird in DCM gelöst und über ca. 1 cm Silica filtriert. Trockenziehen des Filtrats im Vakuum liefert einen weißen, voluminösen Feststoff.

#### Ansatzgröße:

500 mg Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> \* 6 H<sub>2</sub>O

#### Charakterisierung:

- <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>)
- <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR (CDCl<sub>3</sub>)

#### Lerninhalte:

- Bevorzugte Koordinationszahlen und -geometrien von Nickel(0) und Nickel(II)
- Eigenschaften von Phosphor-Liganden (Phosphane, Phosphite, PX<sub>3</sub>, etc.)
- Wie viele Signale liefert das Produkt im jeweiligen NMR Spektrum und wie spalten diese auf?

## 4.2 Darstellung von ( $\eta^3$ -Allyl)-bis(triphenylphosphit)nickel(II)-hexafluorophosphat

### Literatur:

[1] R. Taube, U. Schmidt, J.-P. Gehrke, U. Anacker, *Journal für praktische Chemie* **1984**, 326, 1-11.

### Durchführung:

In einem 100 mL Schlenkkolben wird unter Stickstoff Tetrakis(triphenylphosphit)nickel(0) (900 mg, 1 eq) in 10 mL THF gelöst. Nach Zugabe von Allyliodid (100  $\mu$ L, 1,3 eq) wird die Lösung 20-30 Minuten unter Rückfluss erhitzt, wobei sie eine dunkelrote Farbe annimmt. Nach dem Abkühlen wird die Reaktionslösung in eine 20 mL-Spritze aufgezogen und tropfenweise unter starkem Rühren in eine eisgekühlte Lösung von Ammoniumhexafluorophosphat (550 mg, 5 eq) in 60 mL Wasser gegeben. Der sich abscheidende orangefarbene Niederschlag bleibt an der Kolbenwand kleben, so dass die Flüssigkeit leicht abdekantiert werden kann. Der Rückstand wird in ca. 5 mL Methanol aufgenommen und einige Minuten gerührt, wobei ein blassgelber Feststoff entsteht, der auf eine Fritte überführt, zunächst mit 3 mL Methanol und dann mit 20 mL Ether in 3 Portionen gewaschen wird. Der verbleibende blassgelbe Feststoff wird auf der Fritte im Vakuum getrocknet.

### Ansatzgröße:

900 mg Ni{P(OPh)<sub>3</sub>}<sub>4</sub>

### Charakterisierung:

- $^1\text{H}$ -NMR (Aceton-d<sub>6</sub>)
- $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ -NMR (Aceton-d<sub>6</sub>)

### Lerninhalte:

- Eigenschaften des Allyl-Liganden
- Allyl-Liganden in der NMR-Spektroskopie
- Oxidierende Additionen an Übergangsmetalle
- Wie viele Signale liefert das Produkt im jeweiligen NMR Spektrum und wie spalten diese auf?