

Elementorganik Präparat - Synthese von Na(BarF24)

Protokoll zum Versuch des AC2 Praktikums von
Vincent Kümmerle & Elvis Gnaglo

Universität Stuttgart

Verfasser: Vincent Kümmerle, 3712667
st187541@stud.uni-stuttgart.de

Elvis Gnaglo, 3710504
st189318@stud.uni-stuttgart.de

Gruppennummer: A05

Versuchszeitraum: 21.10.2025 - 11.11.2025

Betreuer: Tobias Heitkemper

Abgabenummer: 1. Abgabe

Stuttgart, den 6. November 2025

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
1.1 Syntheseweg	1
2 Ergebnisse	1
3 Diskussion	1
4 Durchführung	2
5 Zusammenfassung	2
6 Literatur	2

1 Einleitung

[1].

1.1 Syntheseweg

Bei der Synthese des Natrium Tetrakis[3,5-bis(trifluormethyl)phenyl]borats mit Magnesium wurde von Leazer et al. festgestellt, dass sich das (Trifluormethyl)aryl Grignard Reagenz in Anwesenheit von überschüssigem Magnesium explosiv und exotherm zersetzen kann. [2] Deshalb wurde das Grignard Reagenz durch Metall-Halogen-Austausch nach dem sichereren Syntheseweg von Yakelis et al. durchgeführt, der in Abbildung 1 abgebildet ist. [3] Dabei wird das Magnesium im iso-Propylmagnesiumchlorid durch das Bromid des 3,5-Bis(trifluormethyl)-1-brombenzols ausgetauscht, wodurch das stabilere Grignard Reagenz gebildet wird. Durch Quenching mit NaBF_4 wird das Borat-Anion gebildet und danach ein wässriger Kationenaustausch mit Na_2CO_3 durchgeführt.

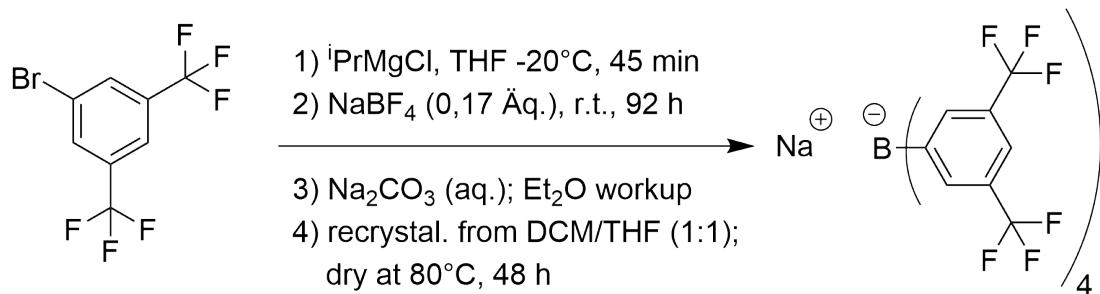


Abb. 1: Syntheseweg der Synthese von Natrium Tetrakis[3,5-bis(trifluormethyl)phenyl]borat. [3]

2 Ergebnisse

3 Diskussion

4 Durchführung

Die Synthese von Natrium Tetrakis[3,5-bis(trifluormethyl)phenyl]borat wurde nach dem Syntheseweg von Yakelis et al. durchgeführt. [3]. In einem 500 ml Dreihalskolben wurde 3,5-Bis(trifluormethyl)-1-brombenzol (19 ml; 0,104 mol; 5,8 Äq.) in THF (90 ml) vorgelegt und das farblose Reaktionsgemisch auf -20°C gekühlt. Dann wurde über 45 min unter weiterer Kühlung eine braune Lösung aus iPrMgCl in THF ($2 \frac{\text{mol}}{1}$; 60 ml; 0,119 mmol; 6,6 Äq.) zugetropft und das rot-violette Gemisch über 50 min auf 0°C aufgewärmt. Anschließend wurde NaBF₄ (1,98 g; 0,018 mol; 1,0 Äq.), das zuvor unter Vakuum bei 120°C für 4h getrocknet wurde, unter Gegenstrom zugegeben und das tiefviolette Reaktionsgemisch unter N₂-Atmosphäre für 92h gerührt. Die nicht-luftempfindliche Aufarbeitung wurde nach Martínez-Martínez et al. durchgeführt. [4] Dazu wurde das Reaktionsgemisch in eine Lösung von Na₂CO₃ (45 g) in Wasser (450 ml) gegeben und 1h gerührt. Danach wurde mit Diethylether (3×120 ml) extrahiert und die vereinigten organischen Phasen mit NaSO₄ getrocknet. Die verbliebenen Lösungsmittel wurden unter verminderterem Druck entfernt, sodass ein öliger, brauner Rückstand zurück blieb. Dieser Rückstand wurde in einem Gemisch aus DCM und THF (1:1, 40 ml) gelöst und bei -20°C für 48h umkristallisiert. Die Kristalle wurden abfiltriert, mit THF gewaschen. Das Filtrat wurde nochmals bei -20°C für 48h umkristallisiert und mit THF und DCM (3:1) gewaschen. Der isolierte farblos kristalline Feststoff wurde unter Vakuum bei 80°C für 48h getrocknet.

5 Zusammenfassung

6 Literatur

- [1] I. Krossing, I. Raabe, *Angewandte Chemie* **2004**, *43*, 2066–2090.
- [2] J. L. Leazer, R. Cvetovich, *The Journal of Organic Chemistry* **2003**, *68*, 3695–3698.
- [3] N. A. Yakelis, R. G. Bergman, *Organometallics* **2005**, *24*, 3579–3581.
- [4] A. J. Martínez-Martínez, A. S. Weller, *Dalton Trans.* **2019**, *48*, 3551–3554.