

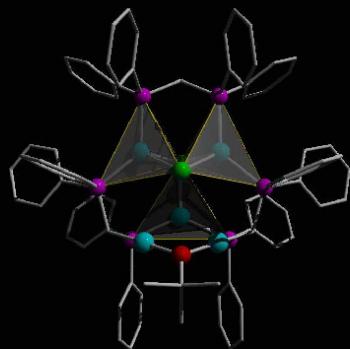


Lukasz Ponikiewski (Autor)

Synthesen, Strukturen und Reaktionsverhalten von Metallalkoxiden

Lukasz Ponikiewski

Synthesen, Strukturen und Reaktionsverhalten von Metallalkoxiden



Cuvillier Verlag Göttingen

<https://cuvillier.de/de/shop/publications/1922>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentzsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: info@cuvillier.de, Website: <https://cuvillier.de>

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung.....	1
1.1 Allgemeines	1
1.2 Monocarboxylate.....	2
1.3 Dicarboxylate	4
1.4 Pörose Hybridarchitekturen	5
1.5 Anwendungen des Carboxylverbindungen	7
1.6 Metallalkoxide.....	9
2 Aufgabenstellung.....	13
3 Ergebnisse und Diskussion	14
3.1 Umsetzung von CuO ^t Bu mit Monocarbonsäureanhydriden.....	14
3.1.1 Synthese und Charakterisierung von [Cu ₈ (C ₆ H ₅ CO ₂) ₈ (thf) ₆] (1)	15
3.1.2 Synthese und Charakterisierung der Reaktionen von CuO ^t Bu und Maleinsäureanhydrid.	18
3.1.3 Synthese und Charakterisierung der Reaktionen von CuO ^t Bu und Phthalsäureanhydrid.	25
3.1.4 Synthese und Charakterisierung der Reaktionen von CuO ^t Bu und 2,3- Pyridindicarbonsäure-anhydrid.....	31
3.1.5 Umsetzung von Sb(OMe) ₃ und Phthalsäureanhydrid	33
3.1.6 Reaktionen von CuO ^t Bu, Phthalsäureanhydrid..... und Übergangsmetallhalogeniden	35
3.2 Umsetzung von CuO ^t Bu mit Disäureanhydriden	39

3.2.1 Synthese und Charakterisierung die Reaktionen von CuO^tBu und Disäureanhydriden (14) – (16)	39
3.3 Umsetzung von Metallalkoxiden mit N-Donorliganden	46
3.3.1 Reaktionen von CuO^tBu und 2-Hydroxypyridin (17).....	46
3.3.2 Reaktionen von CuO^tBu und 3-Hydroxypyridin (18) und (19)	48
3.3.3 Reaktionen von CuO^tBu mit 6-Hydroxychinolin	55
3.3.4 Synthese und Charakterisierung die Reaktionen von CuO^tBu, 3-Hydroxypyridin, Maleinsäureanhydrid und dppm (22)	60
3.3.5 Die Reaktion von CuO^tBu, Phthalimid und dppm.....	63
3.3.6 Die Reaktionen von Alkalimetallen, 6-Hydroxyquinolin..... und 1,10-Phenanthrolin	65
3.4 Umsetzung von CuO^tBu und dppm	69
3.4.1 Synthese und Charakterisierung der Reaktion von CuO^tBu, und dppm in verschiedenen Lösungsmitteln (CH₂Cl₂ und CH₂Br₂)	69
3.5 Die Reaktionen von Alkalimetallalkoxiden mit CoBr₂	74
4 Experimenteller Teil.....	85
4.1 Allgemeines	85
4.1.1 Arbeitstechnik.....	85
4.1.2 Lösungsmittel.....	85
4.1.3 Spektroskopische Untersuchungen und Elementaranalyse	85
4.2 Darstellung der Ausgangsverbindungen.....	86
4.2.1 Darstellung von CuO^tBu ^[199].....	86
4.2.2 Darstellung von [Mg(O^tBu)₂] ^[200, 201]	86

4.2.3	Darstellung von $[\text{RbO}^t\text{Bu}]^{[202]}$	87
4.2.4	Darstellung von $[\text{Sb}(\text{OMe})_3]^{[203]}$	87
4.3	Darstellung der Komplexverbindungen.....	88
4.3.1	Darstellung von $[\text{Cu}_8(\text{PhCO}_2)_8(\text{thf})_6]$ (1)	88
4.3.2	Darstellung von $1/\infty [\text{Cu}_2(\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_2\text{CO}_2^t\text{Bu})_4(\text{dme})]_\infty$ (2)	88
4.3.3	Darstellung von $[\text{Cu}(\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_2\text{CO}_2^t\text{Bu})_2(\text{tmada})]$ (3).....	88
4.3.4	Darstellung von $[\text{Cu}_2(\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_2\text{CO}_2^t\text{Bu})_2(\text{dppm})]_2$ (4).....	89
4.3.5	Darstellung von $[\text{Cu}_2(\text{CO}_2\text{Ph}-\text{o}-\text{CO}_2^t\text{Bu})_4(\text{dme})_2]$ (5).....	89
4.3.6	Darstellung von $[\text{Cu}(\text{CO}_2\text{Ph}-\text{o}-\text{CO}_2^t\text{Bu})_2(\text{tmada})]$ (6)	90
4.3.7	Darstellung von $[\text{Cu}_2(\text{CO}_2\text{Ph}-\text{o}-\text{CO}_2^t\text{Bu})_2\text{dppm}]$ (7)	91
4.3.8	Darstellung von $[\text{Cu}(2-\text{CO}_2\text{-3-CO}_2^t\text{Bu}-\text{Py})(\text{PPh}_3)]$ (8)	91
4.3.9	Darstellung von $[\text{Sb}(\text{CO}_2\text{Ph}-\text{o}-\text{CO}_2\text{Me})_2(\text{OMe})(\text{tmada})]$ (9).....	92
4.3.10	Darstellung von $[\text{Co}_3(\text{CO}_2\text{Ph}-\text{o}-\text{CO}_2^t\text{Bu})_6(\text{dme})_2]$ (10)	92
4.3.11	Darstellung von $[\text{Fe}_3(\text{CO}_2\text{Ph}-\text{o}-\text{CO}_2^t\text{Bu})_6(\text{dme})_2]$ (11).....	93
4.3.12	Darstellung von $[\text{Mn}_3(\text{CO}_2\text{Ph}-\text{o}-\text{CO}_2^t\text{Bu})_6(\text{dme})_2]$ (12)	94
4.3.13	Darstellung von $[\text{Ni}_3(\text{CO}_2\text{Ph}-\text{o}-\text{CO}_2^t\text{Bu})_6(\text{dme})_2]$ (13)	94
4.3.14	Darstellung von $[\text{Cu}_2 \{(\text{CO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CO}_2^t\text{Bu})_2\}(\text{dppm})_2]_2$ (14).....	95
4.3.15	Darstellung von $[\text{Cu}_2 \{(\text{CO}_2)_2\text{C}_{10}\text{H}_4(\text{CO}_2^t\text{Bu})_2\}(\text{dppm})_2]_2$ (15)	95
4.3.16	Darstellung von (16)	96
4.3.17	Darstellung von $[\text{Cu}_2(\text{C}_5\text{H}_4\text{NO})_2\text{dppm}]_2$ (17).....	96
4.3.18	Darstellung von $[\text{Cu}_{16}(\text{C}_5\text{H}_4\text{NO})_{16}(\text{dppm})_8]$ (18).....	97
4.3.19	Darstellung von $1/\infty [\text{Cu}(\text{C}_5\text{H}_5\text{NO})_2(\text{C}_5\text{H}_4\text{NO})\text{PPh}_3]_\infty$ (19)	98
4.3.20	Darstellung von (20)	98
4.3.21	Darstellung von $1/\infty [\text{Cu}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2(\text{PPh}_3)_2]_\infty$ (21)	99
4.3.22	Darstellung von (22)	99
4.3.23	Darstellung von $[\text{Cu}_2(\text{C}_8\text{H}_5\text{NO}_2)_2(\text{dppm})_2]$ (23)	100
4.3.24	Darstellung von $[\text{Mg}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2(1,10\text{-Phe})_2]$ (24)	101
4.3.25	Darstellung von $[\text{Na}(1,10\text{-Phe})_3][(\text{C}_9\text{H}_7\text{NO})(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})]$ (25)	101
4.3.26	Darstellung von $[\text{Cu}_5(\text{dppm})(\text{Ph}_3\text{PCHPPPh}_3)_2(\text{O}^t\text{Bu})\text{Cl}_2]$ (26)	102
4.3.27	Darstellung von $[\text{Cu}_3(\text{dppm})_3\text{Br}_2][\text{CuBr}_2]$ (27).....	103
4.3.28	Darstellung von $[\text{Na}_2\text{Co}_2(\text{O}^t\text{Bu})_6(\text{thf})_2]$ (28)	103

4.3.29	Darstellung von $[K_2Co_2(O^tBu)_6]$ (29).....	104
4.3.30	Darstellung von $[Rb_2Co_2(O^tBu)_6(thf)]$ (30)	104
5	Kristallstrukturuntersuchungen.....	105
5.1	Allgemeines	105
5.2	Kristallographische Daten	107
5.2.1	$[Cu_8(OOCPh)_8(thf)_6]$ (1)	107
5.2.2	$[Cu_2(CO_2C_2H_2CO_2^tBu)_4(dme)]$ (2)	108
5.2.3	$[Cu(CO_2C_2H_2CO_2^tBu)(tmeda)]$ (3)	109
5.2.4	$[Cu_2(CO_2C_2H_2CO_2^tBu)_2(dppm)]_2$ (4)	110
5.2.5	$[Cu_2(CO_2Ph\text{-}o\text{-}CO_2^tBu)_4(dme)]$ (5)	111
5.2.6	$[Cu_2(CO_2Ph\text{-}o\text{-}CO_2^tBu)_2(tmeda)]$ (6)	113
5.2.7	$[Cu_2(CO_2Ph\text{-}o\text{-}CO_2^tBu)_2(dppm)]$ (7).....	115
5.2.8	$[Cu(2\text{-}CO_2\text{-}3\text{-}CO_2^tBu\text{-}Py})(PPh_3)_2]$ (8)	118
5.2.9	$[Sb(CO_2Ph\text{-}o\text{-}CO_2Me)_2(OMe)(tmeda)]$ (9).....	121
5.2.10	$[Co_3(CO_2Ph\text{-}o\text{-}CO_2^tBu)_6(dme)_2]$ (10)	123
5.2.11	$[Fe_3(CO_2Ph\text{-}o\text{-}CO_2^tBu)_6(dme)_2]$ (11)	126
5.2.12	$[Mn_3(CO_2Ph\text{-}o\text{-}CO_2^tBu)_6(dme)_2]$ (12)	129
5.2.13	$[Ni_3(CO_2Ph\text{-}o\text{-}CO_2^tBu)_6(dme)_2]$ (13)	130
5.2.14	$[Cu_2\{(CO_2)_2C_6H_2(CO_2^tBu)_2\}(dppm)_2]_2$ (14)	133
5.2.15	$[Cu_2\{(CO_2)_2C_{10}H_4(CO_2^tBu)_2\}(dppm)_2]_2$ (15)	134
5.2.16	$[Cu\{(CO_2\text{-}2\text{-}CO}^tBu)C_{10}H_4\text{-}5,6\text{-}(CO)_2O\}(dppm)]_2$ (16)	135
5.2.17	$[Cu_2(C_5H_4NO)dppm]_2$ (17)	139
5.2.18	$[Cu_{16}(C_5H_4NO)_{16}dppm]_2$ (18)	140
5.2.19	$1/\infty [Cu(C_5H_5NO)_2(C_5H_4NO)PPh_3]_\infty$ (19)	141
5.2.20	$[Cu_3(C_9H_6NO)_2(dppm)_3][(C_9H_7NO)_2(C_9H_6NO)]$ (20).....	143
5.2.21	$1/\infty [Cu_2(C_9H_6NO)_2(PPh_3)_2]_\infty$ (21)	144
5.2.22	$1/\infty [Cu_3(C_5H_4NO)(CO_2C_2H_4CO_2^tBu)(Ph_2PCHPPPh_2)(dppm)]_\infty$ (22)....	147
5.2.23	$[Cu_2(C_8H_4NO_2)_2(dppm)_2]$ (23)	148
5.2.24	$[Mg(C_9H_6NO)_2(1,10\text{-Phe})_2]$ (24)	151

5.2.25	[Na(1,10-Phe) ₃][(C ₉ H ₇ NO)(C ₉ H ₆ NO)] (25).....	154
5.2.26	[Cu ₅ (Ph ₂ PCHPPh ₂) ₂ (dppm)(O ^t Bu)Cl ₂] (26).....	157
5.2.27	[Cu ₃ (dppm) ₃ Br ₂][CuBr ₂] (27).....	158
5.2.28	[Co ₂ Na ₂ (O ^t Bu) ₆ (thf) ₂] (28)	159
5.2.29	[Co ₂ K ₂ (O ^t Bu) ₆] (29)	160
5.2.30	[Co ₂ Rb ₂ (O ^t Bu) ₆ (thf)] (30)	161
6	Zusammenfassung.....	162
6.1	Die Reaktionen von Metallalkoxiden mit Mono-.....	162
und Dicarbonsäureanhydriden	162	
6.2	Die Reaktionen von Metallalkoxiden mit N-Donor-Liganden	164
6.3	Reaktionen von CuO^tBu mit Phosphanen.....	166
6.4	Darstellung neuer Alkalimetall-Kobalt-Alkoxide.....	166
7	Anhang.....	168
7.1	Verwendete Abkürzungen.....	168
7.1.1	Allgemeine Abkürzungen	168
7.1.2	NMR-Spektroskopie.....	168
7.2	Nummerierung der Verbindungen	169
8	Literatur	170
	Lebenslauf	179
	Wissenschaftliche Publikationen	180