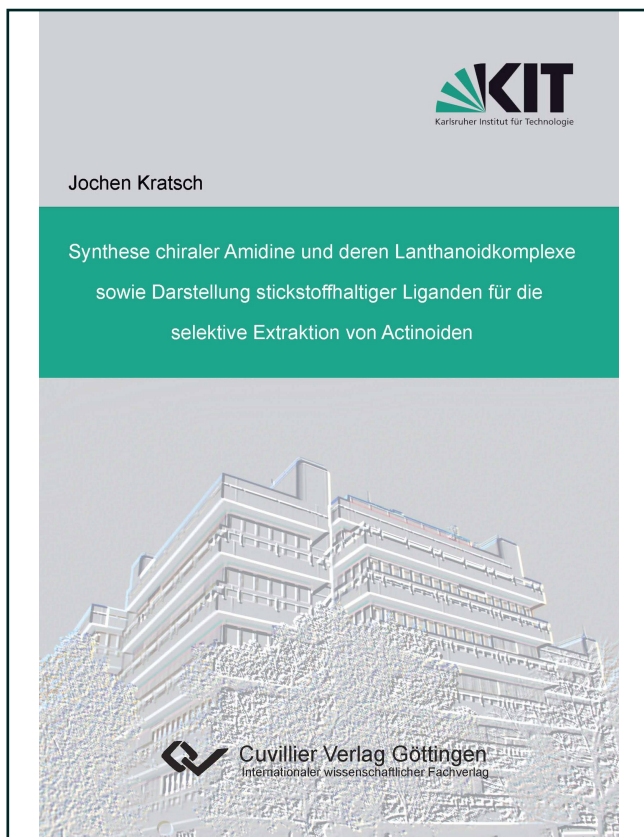




Jochen Kratsch (Autor)
Synthese chiraler Amidine und deren Lanthanoidkomplexe sowie Darstellung stickstoffhaltiger Liganden für die selektive Extraktion von Actinoiden



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/6229>

Copyright:
Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-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 Lanthanoide	1
1.1.1 Allgemeines	1
1.1.2 Anwendungen in der Katalyse	4
1.1.2.1 Hydroaminierung	4
1.1.2.2 Polymerisation von Lactid.....	9
1.2 Amidinate	15
1.3 Abtrennung langlebiger Radionuklide (Partitioning)	21
2. Aufgabenstellung	28
3. Ergebnisse und Diskussion	29
3.1 Darstellung von <i>N,N'</i>-Bis((<i>S</i>)-1-phenylethyl)benzamidin und dessen Lanthanoidverbindungen	29
3.1.1 Darstellung von <i>N,N'</i> -Bis((<i>S</i>)-1-phenylethyl)benzamidin ((<i>S</i>)-HPEBA)	29
3.1.2 Darstellung von $[Y\{(S)\text{-PEBA}\}_2\{N(\text{SiMe}_3)_2\}]$ (2).....	30
3.1.3 Darstellung von $[Ln\{(S)\text{-PEBA}\}(BH_4)_2(thf)_2]$	34
3.2 Darstellung von <i>N,N'</i>-Bis((<i>S</i>)-1-cyclohexyleth-1-yl)benzamidin ((<i>S</i>)-HCEBA) und <i>N,N'</i>-Bis((<i>R</i>)-1,2,3,4-tetrahydronaphth-1-yl)benzamidin ((<i>R</i>)-HTHNBA)	41
3.3 Darstellung neuer Liganden zur Abtrennung langlebiger Radionuklide und deren Komplexe mit Samarium und Europium	52
3.3.1 Darstellung der 2,6-disubstituierten Pyridine und deren Komplexe	56
3.3.1.1 2,6-Bis(3,5-dimethylpyrazol-1-yl)pyridin (bdmpp)	56
3.3.1.2 3-(6-(3,5-Dimethylpyrazol-1-yl)pyridin-2-yl)-5,6-dimethyl-1,2,4-triazin (9) .	58
3.3.1.3 6-(Tetrazol-5-yl)-2,2'-bipyridin (HN4bipy)	61
3.3.2 Darstellung der <i>N,N</i> -disubstituierten Aniline und deren Komplexe	75
3.3.2.1 <i>N,N</i> -Bis(3,5-dimethylpyrazol-1-ylmethyl)-2,4,6-trimethylanilin (bpmtma) ..	75
3.3.2.2 <i>N,N</i> -Bis(tetrazol-5-ylmethyl)-2,4,6-trimethylanilin (H ₂ btmtma).....	77
4. Experimenteller Teil	85
4.1 Allgemeines zur Durchführung	85
4.2 Hydroaminierung	87



4.3	Synthesevorschriften und Analytik	89
4.3.1	Darstellung bekannter Ausgangsverbindungen	89
4.3.2	Darstellung der Liganden	89
4.3.2.1	<i>N,N</i> -Bis((<i>S</i>)-1-cyclohexyleth-1-yl)carbodiimid ((<i>S</i>)-CEC).....	89
4.3.2.2	<i>N,N</i> -Bis((<i>S</i>)-1-cyclohexyleth-1-yl)benzamidin ((<i>S</i>)-HCEBA).....	90
4.3.2.3	<i>N,N</i> -Bis((<i>R</i>)-1,2,3,4-tetrahydronaphth-1-yl)carbodiimid ((<i>R</i>)-THNC).....	91
4.3.2.4	<i>N,N</i> -Bis((<i>R</i>)-1,2,3,4-tetrahydronaphth-1-yl)benzamidin ((<i>R</i>)-HTHNBA)....	92
4.3.2.5	6-Brompyridin-2-ylamidrazon (12)	93
4.3.2.6	3-(6-Brompyridin-2-yl)-5,6-dimethyl-1,2,4-triazin (13)	93
4.3.2.7	<i>N,N</i> -Bis(tetrazol-5-ylmethyl)-2,4,6-trimethylanilin (H ₂ btmtma).....	94
4.3.3	Darstellung der Amidinatkomplexe	95
4.3.3.1	[Y{(S)-PEBA} ₂ {N(SiMe ₃) ₂ }] (2)	95
4.3.3.2	Allgemeine Synthesevorschrift für [Ln{(S)-PEBA}(BH ₄) ₂ (thf) ₂]	95
4.3.3.3	[Sc{(S)-PEBA}(BH ₄) ₂ (thf) ₂] (3)	95
4.3.3.4	[La{(S)-PEBA}(η ³ -BH ₄) ₂ (thf) ₂] (4)	96
4.3.3.5	[Nd{(S)-PEBA}(η ³ -BH ₄) ₂ (thf) ₂] (5).....	97
4.3.3.6	[Sm{(S)-PEBA}(η ³ -BH ₄) ₂ (thf) ₂] (6).....	97
4.3.3.7	[Yb{(S)-PEBA}(η ³ -BH ₄) ₂ (thf) ₂] (7).....	98
4.3.3.8	[Lu{(S)-PEBA}(η ³ -BH ₄) ₂ (thf) ₂] (8)	98
4.3.4	Darstellung der 2,6-Bis(3,5-dimethylpyrazol-1-yl)pyridinkomplexe.....	99
4.3.4.1	[Sm(bdmpp)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)] (10)	99
4.3.4.2	[Eu(bdmpp)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)] (11)	99
4.3.5	Darstellung von [Sm(N4bipy) ₂ (OH)(H ₂ O) ₂] (14)	100
4.4	Kristallstrukturuntersuchungen	101
4.4.1	Datensammlung und Verfeinerung	101
4.4.2	Daten zu den Kristallstrukturanalysen	102
4.4.2.1	1,3-Bis((<i>S</i>)-1-cyclohexyleth-1-yl)harnstoff.....	102
4.4.2.2	1,3-Bis((<i>R</i>)-1,2,3,4-tetrahydronaphth-1-yl)harnstoff	103
4.4.2.3	<i>N,N</i> -Bis((<i>R</i>)-1,2,3,4-tetrahydronaphth-1-yl)carbodiimid ((<i>R</i>)-THNC).....	104
4.4.2.4	<i>N,N</i> -Bis((<i>S</i>)-1-cyclohexyleth-1-yl)benzamidin Hydrochlorid	105



4.4.2.5	<i>N,N</i> -Bis((<i>R</i>)-1,2,3,4-tetrahydronaphth-1-yl)benzamidin ((<i>R</i>)-HTHNBA) ..	106
4.4.2.6	2,2'-Bipyridin- <i>N</i> -oxid	107
4.4.2.7	(6-Tetrazol-5-yl)-2,2'-bipyridin (HN4bipy).....	108
4.4.2.8	<i>N,N</i> -Bis(tetrazol-5-ylmethyl)-2,4,6-trimethylanilin (H ₂ btmtma).....	109
4.4.2.9	[Y{(S)-PEBA} ₂ {N(SiMe ₃) ₂ }] (2)	110
4.4.2.10	[Sc{(S)-PEBA}{BH ₄)} ₂ (thf) ₂] (3)	111
4.4.2.11	[La{(S)-PEBA}{η ³ -BH ₄)} ₂ (thf) ₂] (4)	112
4.4.2.12	[Nd{(S)-PEBA}{η ³ -BH ₄)} ₂ (thf) ₂] (5).....	113
4.4.2.13	[Sm{(S)-PEBA}{η ³ -BH ₄)} ₂ (thf) ₂] (6).....	114
4.4.2.14	[Yb{(S)-PEBA}{η ³ -BH ₄)} ₂ (thf) ₂] (7).....	115
4.4.2.15	[Lu{(S)-PEBA}{η ³ -BH ₄)} ₂ (thf) ₂] (8)	116
4.4.2.16	[Sm(bdmpp)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)] (10).....	117
4.4.2.17	[Eu(bdmpp)(NO ₃) ₃ (H ₂ O)] (11).....	118
4.4.2.18	[Sm(N4bipy) ₂ (OH)(H ₂ O) ₂] (14).....	119
5.	Zusammenfassung.....	120
5.1	Zusammenfassung.....	120
5.2	Summary.....	124
6.	Literatur	128
7.	Anhang.....	137
7.1	Verwendete Abkürzungen	137
7.2	Persönliche Angaben.....	139
7.2.1	Lebenslauf	139
7.2.2	Poster und Vorträge	141
7.2.3	Publikationen	142