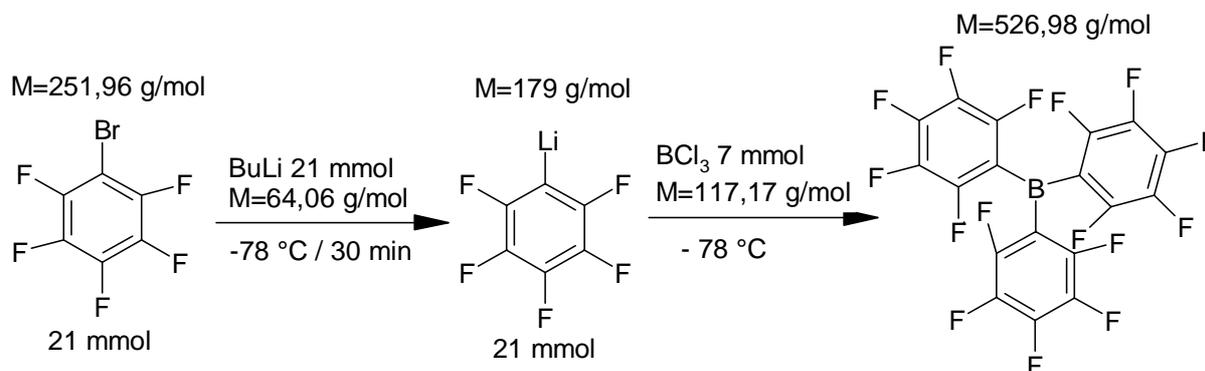


Darstellung von Tris(pentafluorophenyl)boran

Tris(pentafluorophenyl)boran ist eine stärkere Lewis-Säure als BF_3 und wird häufig als Katalysator, z.B. für kationische Polymerisationen, verwendet.

Durchführung:



Bei dieser Reaktion sind sowohl die Edukte als auch das Produkt stark hydrolyseempfindlich! Daher ist strengstens darauf zu achten, daß alle Reaktionsgefäße gut ausgeheizt und mit Schutzgas befüllt sind!

50 ml Hexan werden in einer Submille vorgelegt und mit 21 mmol (|| 5,22 g) $\text{C}_6\text{F}_5\text{Br}$ versetzt.

Nach Kühlung auf -78°C gibt man innerhalb von 30 Minuten unter Schutzgas 21 mmol Butyllithium hinzu und lässt ca. eine Stunde Rühren. Dabei fällt weißes LiCl aus. Danach gibt man zügig 7 mmol BCl_3 hinzu, wobei nach wenigen Sekunden die milchige Suspension so zäh wird, daß ein Rühren kaum mehr möglich ist. Diese weiße Mischung lässt man zur vollständigen Reaktion noch etwa 30 Minuten (möglichst unter Rühren) stehen, und erwärmt dann langsam auf Raumtemperatur. Nach Entfernen des Lösemittels, durch eine Vakuumpumpe mit Kühlfalle, wird das Produkt gereinigt. Hierzu wird ein Vakuum (ca. $2 \cdot 10^{-2}$ mbar) angelegt, wobei zunächst die Verunreinigungen bei ca. $50 - 60^\circ\text{C}$ durch Sublimation abgetrennt werden, und danach das Produkt bei ca. 115°C sublimiert.

Tris(pentafluorophenyl)boran ist ein weißes Pulver, in dem unter einem Mikroskop feine Nadelchen erkennbar sind.

Ausbeute: 1,45 g || 2,75 mmol || 39,3 %

Versuchsdiskussion:

Die zügige Zugabe des BCl_3 ist erforderlich, damit nicht durch lokalen Überschuß an $\text{C}_6\text{F}_5\text{Li}$ das Tetrakis(pentafluorophenyl)boran entsteht. Daher wäre es am geschicktesten, das BCl_3 vorzulegen, und langsam $\text{C}_6\text{F}_5\text{Li}$ zuzutropfen. Hierbei muß man allerdings beachten, daß die Reaktion bei -78°C stattfinden soll, und es kaum möglich ist, einen Tropftrichter mit $\text{C}_6\text{F}_5\text{Li}$ komplett auf diese Temperatur zu bekommen. Durch lokale Temperaturunterschiede würde sich das ohnehin explosive $\text{C}_6\text{F}_5\text{Li}$ zersetzen, und das Loch im Hahn verstopfen.

Man arbeitet hier mit einem unkoordinierenden Lösemittel, da bei Verwendung von z.B. Ether ein Lewis Säure-Base-Addukt aus Tris(pentafluorophenyl)boran und Ether entsteht, was sich zum Oxoalkylboran zersetzen kann.

Dadurch wird die Wahl der Metallorganischen Spezies eingeschränkt, da z.B. für Grignardverbindungen koordinierende Lösemittel wie Ether unbedingt erforderlich sind. Man arbeitet unter diesen Bedingungen daher meist mit Lithiumorganischen Verbindungen.

Besonderheit:

Tris(pentafluorophenyl)boran sollte eigentlich im ^{19}F -NMR Spektrum drei Signale zeigen, von denen zwei zum triplett und eines zu einem duplett von tripletts aufgespalten sind. Diese Aufspaltung sieht man in dem Spektrum aber sonderbarerweise nicht! Warum diese Verbindung nicht die zu erwartende Aufspaltung zeigt, ist bis heute noch nicht geklärt.

Auswertung:

^{11}B -NMR (270 MHz, Benzol-D₆): = 57,02 (Produkt); 40,14 (hydrolysiertes Produkt)

^{19}F -NMR (270 MHz, Benzol-D₆): = -129,9 (s, o-F); -143,0 (s, p-F);
-160,8 (s, m-F)

^{13}C -NMR (270 MHz, Benzol-D₆): = 147,7 (dt, o-C); 144,3 (d, p-C); 137,0 (dm, m-C);
123,0 (s)

Raman $\tilde{\nu}$ (cm^{-1}): 2551; 1649; 1529; 1385; 1314; 1302; 1275; 1144; 1018; 857; 783; 732; 660;
623; 585; 499; 473; 445; 397; 385; 282; 237; 185;
158; 113

IR $\tilde{\nu}$ (cm^{-1}): 3686; 3671; 3608; 3590; 2400; 1649; 1615; 1520; 1465; 1379; 1283; 1103; 1091;
972; 866; 804; 772; 738; 678; 616; 575

Lit.: Massey, A. G.; Park, A. J.; Stone, F. G. A.; *Proc. Chem. Soc.*, 1963, p. 212