

## Protokoll



Name: Ondrej Burkacky  
Benjamin von der Eltz

Literatur R. Alberto et al., Journal of Organometallic Chemistry, 492(1995), 217-224

## Theorie

Technetium- (Tc-99) und Rhenium- (Re-186) komplexe stellen nützliche Verbindung für die Medizin dar. Während man Technetium in der Radioimmuno-Diagnose verwendet, benutzt man Rhenium als Therapeutikum in der Therapie zur Krebsbekämpfung. Das Forschungsziel ist es, Pharmazeutische Kits zur Diagnose und zur Therapie zu entwickeln.

Ein wichtiger Schritt in der Forschung und Entwicklung der genannten Komplexe wurde durch die Entdeckung der Niederdruck Carbonylierung von  $[\text{MOCl}_4]^-$  oder  $[\text{MO}_4]^-$  in Gegenwart von  $\text{BH}_3/\text{THF}$  und Halogeniden gemacht. Man kann somit die bisher verwendete aufwendigere und mit weniger Ausbeute laufende Hochdrucksynthese umgehen.

Die Reduktion mit  $\text{BH}_3$  unter CO Atmosphäre in Diglyme/[TBA]Cl liefert mit hoher Ausbeute ein faciales  $[\text{MCl}_3(\text{CO})_3]^{2-}$  Dianion. Der mehrfache Farbwechsel während der Reaktion deutet auf eine Multistep – Synthese hin, wobei der erste Schritt die Reduktion von Re(V) zu Re(III) sein könnte (nicht genau geklärt!). In dieser Reaktion entstehen bis zu 5% Nebenprodukt  $[\text{TBA}]_2[\text{Re}_2\text{Cl}_8]$  während es bei Technetium bis zu 30% sind.

Als weiteren Vorteil kann man die leichte Austauschbarkeit der Halogenid-Liganden durch andere Liganden, wie Wasser, Isonitril, Thioether und Phosphine, bei milden Bedingungen, in den verschiedensten Lösungsmitteln sehen. Je nach Ligand kann man zum Beispiel Proteine, Aminosäure oder kleine Peptide markieren. Es stehen also eine Zahl von Möglichkeiten zur Verfügung den Komplex einzusetzen um das gewünschte Ziel (z.B. Krebsdiagnose) zu erreichen.

Kristallographischdaten zu dem hergestellten Komplex:

1. kristallisiert farblos
2. triklin / Raumgruppe P-1

## Ansatz (4x Literatur)

TBA[ReO<sub>4</sub>] ... 880 mg ... 1,8 mmol

[TBA]Cl ... 3,276g ... 9,8 mmol

## Durchführung

In einem 250 mL Dreihalskolben werden unter CO Strom 880 mg TBA[ReO<sub>4</sub>] (weißes Pulver) in 60 mL Diglyme aufgelöst. Anschließend werden 3,276 g [TBA]Cl zugegeben. Es erfolgt die Zugabe von 24 mL einer 1 molaren  $\text{BH}_3 \cdot \text{THF}$  Lösung durch einen Tropftrichter (Dauer: 45 min). Hierbei färbt sich die Lösung leicht gelb. Anschließend wird 12h unter Rückfluss destilliert (Ölbadtemperatur 115°C). Nach dem Abkühlen auf 50°C werden 4,5 g  $[\text{NEt}_4]\text{Br}$  zugegeben (Farbe: orange). Der Niederschlag wird abfiltriert und mit  $\text{Et}_2\text{O}$  gewaschen. Man erhält ein weißes Pulver. Dieses wird 2h unter Vakuum getrocknet. Anschließend werden 5 mL kalten EtOH zugegeben um die Reste des Edukts zu lösen. Die leicht gelbe Lösung wird abgedampft .

**Ausbeute**

0,5 g an weißem Pulver

**Auswertung**

Das IR-Spektrum ergab, dass sich im Produkt kein CO befindet und dass es sich somit nicht um das gewünschte Produkt handelt. Jedoch ließen sich aus der Lösung winzige Mengen des Produkts isolieren.