

Darstellung von Silber(I)tetrafluoroborat(III) $\text{Ag}[\text{BF}_4]$

ANDREAS J. WAGNER, PHILIPP VON DEN HOFF

26. Juli 2004

1 Theorie

Das Tetrafluoroborat-Anion $[\text{BF}_4]^-$ gehört zu der Familie der sog. *nicht-koordinierenden Anionen*, da es bei tetraedrischer Geometrie die negative Ladung am zentralen B-Atom trägt, schwer polarisierbar ist und ihm aufgrund sterischer Hinderung keine Zähigkeit zuzuordnen ist, da praktisch keine Ladungsdichte nach außen dringt. Es kann aus Fluorid-Anionen F^- und der Elektronenmangelverbindung Trifluorboran (Bortrifluorid) BF_3 in einer LEWIS-Säure-Base-Reaktion dargestellt werden. Das Fluorid-Anion F^- ist aufgrund seiner hohen Ladungsdichte gemäß PEARSON eine *harte* LEWIS-Base, wohingegen BF_3 eine harte LEWIS-Säure darstellt. Nach dem PEARSONSchen HSAB-Konzept (**H**ard and **S**oft **A**cids and **B**ases) reagieren harte Basen bevorzugt mit harten Säuren, weiche Basen analog mit weichen Säuren. Beim Silber(I)-Kation Ag^+ handelt es sich um eine weiche LEWIS-Säure, da die Ladungsdichte bei nur einfach positiver Ladung und dem relativ großen Atomradius des Silbers gering ausfällt. Es bildet daher bevorzugt mit weichen LEWIS-Basen wie $[\text{BF}_4]^-$ Verbindungen.

Da reines BF_3 ein sehr giftiges Gas darstellt und damit im Labor umständlich handzuhaben ist, wird im beschriebenen Versuch das entsprechende Diethylether-Addukt $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ verwendet, welches ebenfalls als LEWIS-Säure-Base-Reaktionsprodukt betrachtet werden kann. Das koordinierte Ethermolekül wird leicht von der härteren Base F^- verdrängt, was die Grundlage für den beschriebenen Versuch darstellt. Es wird in benzolischer Suspension von Silber(I)oxid Ag_2O ausgegangen, welches mit dem *in situ* aus BF_3 unter der Bildung von Silbermetaborat AgBO_2 entstehenden $[\text{BF}_4]^-$ zu einem Benzoladdukt $\text{Ag}[\text{BF}_4] \cdot \text{PhH}$ reagiert. Die Summenreaktion lässt sich wie folgt formulieren:

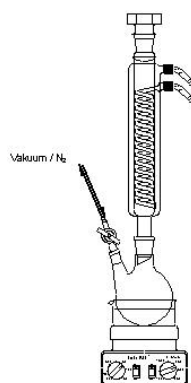
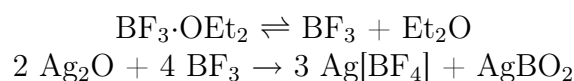


Abbildung 1: Versuchsaufbau.



Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 1 gezeigt. Das in Benzol unlösliche AgBO_2 fällt als weißer Feststoff aus und kann dadurch leicht vom Benzol-löslichen $\text{Ag}[\text{BF}_4] \cdot \text{PhH}$ abgetrennt werden.

2 Durchführung

Zur Erzeugung frischen Silberoxids werden 3,0 g (17,6 mmol) AgNO_3 in Wasser gelöst und durch Zugabe von NaOH cc. als Ag_2O gefällt¹. Das Oxid wird abgesaugt, mit Wasser, EtOH und Et_2O gewaschen und bei 70°C im Trockenschrank getrocknet. Es wurden so 2,0 g (8,6 mmol) Ag_2O erhalten, welche in einem 250 ml-Schlenkkolben in 20 ml Benzol suspendiert werden. Unter Rühren wird die Suspension mit 2,0 g (17,2 mmol) $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ versetzt. Die Apparatur wird unter N_2 -Atmosphäre unter Rückfluß zum Sieden erhitzt, bis der Ether über einen an den Rückflußkühler angeschlossenen Blasenähler ausgetrieben ist. Nach 1 Stunde hat sich ein farbloser Niederschlag gebildet, welcher unter N_2 in eine Schlenkfritte überführt, abgesaugt und mit Benzol gewaschen wird. Dabei passiert der $\text{Ag}[\text{BF}_4]$ -Benzolkomplex die Fritte und sammelt sich am Boden des Vorlagekolbens. Unlösliches, farbloses Silbermetaborat AgBO_2 bleibt auf der Fritte zurück und wird anschließend verworfen. Durch vorsichtiges Evakuieren der Vorlage wird das Benzol möglichst vollständig abgesaugt und es bleibt farbloses $\text{Ag}[\text{BF}_4]$ zurück. Eine Ausbeute kann nicht bestimmt werden, da der Vorlage-Rundkolben vom Assistenten zur Spektroskopie benötigt und nicht mehr gewogen wurde.

¹gemäß $2 \text{AgNO}_3 + 2 \text{OH}^- \rightarrow \text{Ag}_2\text{O} \downarrow + 2 \text{NO}_3^- + \text{H}_2\text{O}$

3 Analytik

Analytische Ergebnisse wurden keine erhalten, da das vom Assistenten erstellte RAMAN-Spektrum aufgrund zu starker Fluoreszenz nicht auswertbar war. Das Produkt wurde anhand seines optischen und physikalischen Eindrucks als $\text{Ag}[\text{BF}_4]$ identifiziert.

4 Toxikologie

4.1 Benzol C_6H_6

Gefahrensymbole: T - Giftig, F - Leichtentzündlich

- cancerogen, teratogen, mutagen
- R 45-11-E48/23/24/25
- S 53-45

4.2 Silbernitrat $AgNO_3$

Gefahrensymbole: C - Ätzend, N - Umweltgefährdend

- R 34-50/53
- S 26-45-60-61

4.3 Silberoxid Ag_2O

Gefahrensymbole: O - Brandfördernd, C - Ätzend

- R 8-34-44
- S 26-36/37/39-45

4.4 Bortrifluorid-Diethyletherat $BF_3 \cdot OC_2H_{10}$

Gefahrensymbole: T - Giftig

- R 20/22-34-48/23-52
- S 6.3-26-36/37/39-45-61

4.5 Diethylether $C_2H_{10}O$

Gefahrensymbole: F⁺ - Hochentzündlich, Xn - Gesundheitsschädlich

- R 12-19-22-66-67
- S 9-16-29-33

4.6 Silbertetrafluoroborat $\text{Ag}[\text{BF}_4]$

Gefahrensymbole: C - Ätzend

- R 34
- S 26-36/37/39-45

4.7 Ethanol $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$

Gefahrensymbole: F - Leichtentzündlich

- R 11
- S 7-16

4.8 Natriumhydroxid NaOH

Gefahrensymbole: C - Ätzend

- R 35
- S 26-37/39-45

Literatur

- [1] A.F.HOLLEMAN, E.WIBERG:
Lehrbuch der anorganischen Chemie **101. Aufl.** [1995] 1031
- [2] E.RIEDEL:
Anorganische Chemie **5. Aufl.** [2002] 563/583
- [3] <http://chemdat.merck.de> Stand: 26.07.2004