

7 EXPERIMENTELLER TEIL

7.1 Allgemeine Angaben

7.1.1 Verwendete Geräte

Die **NMR-Spektren** wurden unter Verwendung eines JEOL LAMBDA 400-Geräts (400 MHz) mit dem Lösungsmittelsignal (^1H , ^{13}C) und Trichlorfluormethan CFCl_3 (^{19}F) als internen Standard aufgenommen.

Die Resonanzfrequenzen sind 399.65 MHz für ^1H -NMR, 100.40 MHz für ^{13}C -NMR und 376.00 MHz für ^{19}F -NMR.

Alle Messungen wurden bei Raumtemperatur durchgeführt. Die chemischen Verschiebungen sind in ppm angegeben.

Deuterierte Lösungsmittel wurden von den Firmen CHEMOTRADE und ICB bezogen.

IR-Spektren wurden mit einem 5 SXC NICOLET FT-IR-Spektrometer mit DTGS-Detektor und einem IR-Spektrometer der Fa. SHIMADZU, Typ FTIR 8400 S aufgenommen.

Die **Raman-Spektren** wurden an einem FT-Raman-Spektrometer, Typ BRUKER-RSF 100 mit einem Nd-YAG-Laser der Wellenlänge 1064 nm erstellt.

Die **Massenspektren** lieferte ein VARIAN MAT 711 (80 eV)-Gerät bzw. MAT 112 S.

Elementaranalysen wurden mit dem Gerät „CHN-Rapid-Elementaranalysator“ der Fa. HERAEUS durchgeführt.

Schmelzpunktbestimmung erfolgte an einer elektronischen Schmelzpunktapparatur der Fa. GALLENKAMP.

Dünnschichtchromatogramme wurden auf DC-Fertigkarten der Fa. MERCK, Art. 5554, Kieselgelbeschichtung Si 60 mit Fluoreszenzindikator (F_{254}) angefertigt.

Zur **Säulenchromatographie** wurde Kieselgel 60 (Korngröße 0.063 – 0.200 mm mit Fluoreszenzindikator F₂₅₄) der Fa. ICN BIOMEDICALS, sowie neutrales Aluminiumoxid (6 % Wasser, Aktivitätsstufe III) der Fa. MERCK verwendet.

Präparative Dünnschichtchromatographie wurde an PSC-Fertigplatten (Kieselgel 60 mit Fluoreszenzindikator F₂₅₄, Schichtdicke 1 mm) der Fa. MERCK durchgeführt.

Alle Reaktionen wurden in trockener **Argon-Atmosphäre** und in absoluten Lösungsmitteln durchgeführt. Die verwendeten **Lösungsmittel** wurden nach gängigen Vorschriften gereinigt und getrocknet^[226]. Alle käuflich erworbenen **Reagenzien** wurden ohne weitere Reinigung eingesetzt.

7.1.2 Ausgangsverbindungen, Lösungsmittel, sonstige Angaben

Folgende **Chemikalien** wurden käuflich erworben:

Anilin (MERCK), Benzaldehyd (RIEDEL-DE HÄEN, 99 %), 3,5-Bis(trifluormethyl)brombenzol (ABCR, 99 %), 1,4-Bis(trimethylsilyl)butadiin (ACROS bzw. Darstellung nach Lit.^[148]), *N*-Bromsuccinimid (FERAK), *n*-Butyllithium (ACROS, 2.5 M in Hexan), *sec*-Butyllithium (ACROS, 1.3 M in Hexan/Cyclohexan), *tert*-Butyllithium (ACROS, 1.5 M in Hexan), Chlortrifluorethen (DUPONT), Chromhexacarbonyl (ABCR, 99 %), 1,2-Dichlor-1,2,2-trifluorethan (F 123a; DUPONT, HOECHST), 1,1-Difluorethen (FLUOROCHEM Ltd.), Ethinyl(trimethyl)silan (ACROS), Methyllithium (ACROS, 1.6 M in Diethylether), Methylmagnesiumbromid (ALDRICH, 2.5 M in THF), Octacarbonyldicobalt (ACROS, 99 %), Palladium(II)acetat (ABCR, 99 %), Pentafluorbrombenzol (ABCR, 99 %), Tetrabutylammoniumfluorid (ACROS, 1.0 M in Tetrahydrofuran), Tetrafluoroborsäure (50 % in Wasser; RIEDEL-DE HÄEN), Tributylethinylstannan (ALDRICH bzw. Darstellung nach Lit.^[148]), Vinylmagnesiumbromid (FLUKA, 1.0 M IN THF).

Folgende **Reagenzien** entstammen Arbeitskreisbeständen bzw. wurden nach Literaturvorschriften hergestellt:

Benzoltricarbonylchrom^[159], 1,4-Bis(ethinyl)benzol (ABCR bzw. Darstellung nach Lit.^[213]), 1,3,5-Cyclopentadienylmangantricarbonyl^[227], Decacarbonyl-(1,2,5,6-tetrafluor-1,5-dien-3-inylisocyanid)dichrom^[17], Ethinylferrocen^[228,229], Ferrocen^[230], Pentacarbonyl(1,2-dichlor-1,2,2-trifluorethylisocyanid)chrom^[12], Pentacarbonyl(1,2-difluorbut-1-en-3-inylisocyanid)chrom^[17], Pentacarbonyl(1,2-difluorhex-1-en-3,5-diinylisocyanid)chrom^[17], Pentacarbonyl(1,2-difluor-4-trimethylsilylbut-1-en-3-inylisocyanid)chrom^[17], Pentacarbonyl-(1,2-difluor-6-trimethylsilylhex-1-en-3,5-diinylisocyanid)chrom^[17], Pentacarbonyl-(1,2,2-trifluorethylisocyanid)chrom^[12], Phenyldiazoniumtetrafluoroborat^[231], 1,3,5-Tris(ethinyl)benzol^[221].

Alle übrigen Ausgangsverbindungen und Lösungsmittel wurden über die Materialausgabe des Instituts für Chemie der Freien Universität Berlin bezogen.

Alle Reaktionen wurden in im Vakuum ausgeheizten und mit Argon begasten Reaktionsgefäßen unter leichtem Argonüberdruck durchgeführt. Reagenzien wurden mit PE-Spritzen zugegeben.