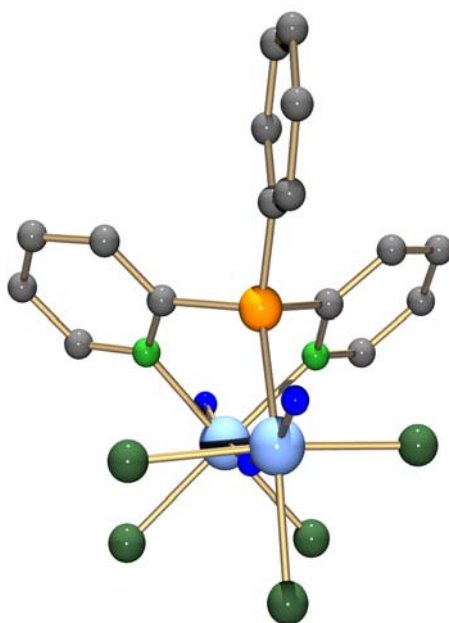


# Technetium- und Rheniumkomplexe mit 2-Pyridylphosphan- und Phosphaniminliganden



Im Fachbereich  
Biologie, Chemie, Pharmazie  
der Freien Universität Berlin  
eingereichte Dissertation

Vorgelegt von  
**Sonia Azucena Saucedo Anaya**  
aus Zacatecas, Mexiko  
Oktober 2007



A la memoria de mi abuela Antonia  
quien nunca estuvo ausente



1. Gutachter: Prof. Dr. Ulrich Abram
  2. Gutachter: Prof. Dr. Peter Roesky
- Tag der mündlichen Prüfung: 16.11.07



Mein besonderer Dank gilt:

Herrn Prof. Dr. Ulrich Abram für die Möglichkeit, in Deutschland meine Doktorarbeit anzufertigen, die Themenstellung, die lehrreiche Zeit, seine ständige Gesprächsbereitschaft und Hilfsbereitschaft.

Herrn Prof. Dr. Peter Roesky für die Anfertigung des Zweitgutachtens.

CONACyT-DAAD (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología – Deutsche Akademisches Austausch Dienst) für die finanzielle Unterstützung.

Frau Dr. Adelheid Hagenbach für die Einführung und ständige Unterstützung in der Kristallographie, die Hilfe bei der Auswahl, Präparation und Vermessung der Kristalle, die Korrektur dieser Arbeit und für ihre Freundschaft.

Jacqueline Grewe und Elisabeth Oehlke für ihre Freundschaft und die Minimierung der schriftlichen Fehler.

Allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe Radiochemie für das interkulturelle Verhältnis, die Freundschaft und die angenehme Arbeitsatmosphäre, die im Verlauf meiner Doktorarbeit vorherrschten, ganz besonders allen, die mir die deutsche Sprache beigebracht haben.

Meinen Praktikanten Anja Dobrich und Irene Schmilinsky.

Allen Mitarbeitern des Instituts, die die Forschung mit ihren verschiedenen Diensten unterstützten.

A mi esposo por su gran apoyo en los momentos más difíciles y por su linda sonrisa (antesala de los retos que aún nos esperan).

A mis padres y hermanos por el amor y empeño que ponen en el quehacer de cada día, han sido mis más queridos maestros.





# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>3</b>
2.1 Synthese der 2-Pyridylphosphane	5
2.2 Komplexe mit 2-Pyridylphosphanen	7
2.2.1 Carbonylkomplexe	10
2.2.1.1 Komplexe mit Bis-2-pyridyl(phenyl)phosphan	11
2.2.1.2 Komplexe mit Tris-2-pyridylphosphan	14
2.2.2 Oxokomplexe	19
2.2.2.1 Komplexe mit Bis-2-pyridyl(phenyl)phosphan	20
2.3 Synthese der Phosphaniminate	26
2.4 Komplexe mit Phosphanimininen	28
2.4.1 Carbonylkomplexe	31
2.4.1.1 Komplexe mit Diphenyl-2-pyridylphosphanimin	31
2.4.1.2 Komplexe mit Bis-2-pyridyl(phenyl)phosphanimin	34
2.4.2 Nitridokomplexe	37
2.4.2.1 Komplexe mit Diphenylphosphinomethyl(diphenyl)phosphanimin	37
2.5 Hydrolyse und P-C-Bindungsspaltung bei 2-Pyridylphosphaniminaten	41

2.5.1 Oxokomplexe	45
2.5.1.1 Reaktionen mit Diphenyl-2-pyridylphosphaniminat	45
2.5.1.2 Reaktionen mit Bis-2-pyridylphenylphosphaniminat	49
2.5.2 Carbonylkomplexe	54
2.5.2.1 Reaktionen mit Bis-2-pyridylphenylphosphaniminat	54
2.5.2.2 Reaktionen mit Tris-2-pyridylphosphaniminat	58
<b>3 Experimenteller Teil</b>	<b>63</b>
3.1 Ausgangsmaterialien	63
3.2 Analytische Methoden	63
3.2.1 Spektroskopische Methoden	63
3.2.2 Röntgenkristallstrukturanalyse	64
3.3 Synthesen	65
3.3.1 Allgemeines	65
3.3.2 2-Pyridylphosphane	66
3.3.3 Phosphanimate	67
3.3.4 Technetiumkomplexe	69
3.3.5 Rheniumkomplexe	70
<b>4 Zusammenfassung</b>	<b>77</b>
<b>Summary</b>	<b>83</b>
<b>Resumen</b>	<b>89</b>
<b>Kristallographischer Anhang</b>	<b>95</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>141</b>

## Verwendete Abkürzungen

abs.	absolutiert
Ber.	berechnet
Bipy	2,2'-Bipyridin
br	Breit
Bu	Butyl
dba	Dibenzylidenaceton
<i>d</i>	Duplett
DMSO	Dimethylsulfoxid
E	Elektrophil
Et	Ethyl
Et <sub>2</sub> O	Diethylether
FAB	Fast Atom Bombardement
Gef.	gefunden
Gl.	Gleichung
IR	Infrarot
L	Ligand
<i>m</i>	Multiplett
m	mittel
Me	Methyl
MeOH	Methanol
NMR	Kernmagnetische Resonanz (Nuclear Magnetic Resonance)
N	Nukleophil
Ph	Phenyl
Phen	1,10-Phenanthrolin
ppm	Parts per million
<i>s</i>	Singulett
sst	sehr stark
st	stark

<i>t</i>	Triplett
$t_{1/2}$	Halbwertszeit
THF	Tetrahydrofuran
TMS	Tetramethylsilan
w	schwach (weak)