

Darstellung von *cis*-Dichloro[tellurobis(di-*tert*-butylphosphan)]platin(II)

Ralph Hensel und Wolf-Walther du Mont*

Fachbereich Chemie der Universität Oldenburg,
Carl-von-Ossietzky-Straße 9–11, D-2900 Oldenburg

Eingegangen am 18. April 1985

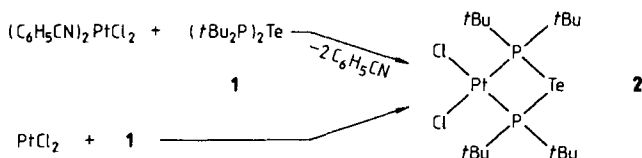
Preparation of *cis*-Dichloro[tellurobis(di-*tert*-butylphosphan)]platinum(II)

The title complex **2** is obtained in 50–60% yield from heterogeneous reactions between tellurobis(di-*tert*-butylphosphan) (**1**) and bis(benzonitrile)dichloroplatinum(II) in methylene chloride or platinum dichloride in toluene suspension. NMR and MS data are consistent with a chelate-type $\text{Cl}_2\text{Pt}(\text{tBu}_2\text{P})_2\text{Te}$ structure of the new complex.

Tellurobis(di-*tert*-butylphosphan) (**1**), die bislang einzige beständige Tellurverbindung, die nur PR_2 -Substituenten an Tellur gebunden enthält^{1,2}, bildet mit Tetracarbonylmetall(VI A)-Akzeptoren Vierringchelatekomplexe^{3,4}. Tellur ist dabei in die Koordinationssphäre der Zentralatome nicht mit einbezogen, und auch Versuche zur Synthese von 16-Elektronenkomplexen mit **1** wie $[\text{W}(\text{CO})_3(\text{tBu}_2\text{P})_2\text{Te}]$ schlugen bisher fehl⁴. Da von den Schwermetallen der VIII. Nebengruppe wie Ru, Pd, Pt eine größere Anzahl beständiger Komplexe mit $\text{M} \leftarrow \text{TeR}_2$ -Koordination bekannt ist⁵, verwenden wir nun derartige Akzeptoren, die zur Ausbildung von 16-Elektronen-Komplexen neigen, aber auch die Aufweitung der Koordinationssphäre durch Einbeziehungen von Metall(VIII A)-Tellur-Wechselwirkungen gestatten könnten.

Über die Synthese des ersten 16e-Komplexes mit einem Tellurobisphosphan-Liganden wird im folgenden berichtet.

cis-Dichloro[tellurobis(di-*tert*-butylphosphan)]platin(II) (**2**) entsteht als Hauptprodukt, wenn man Tellurobis(di-*tert*-butylphosphan) (**1**) zusammen mit der äquimolaren Menge Bis(benzonitril)dichloroplatin(II) in Dichlormethan oder mit festem Platindichlorid in Toluol etwa 1 Tag bei Raumtemperatur umsetzt.



2 ist gut löslich in Dichlormethan und Chloroform und nur wenig löslich in Toluol oder Pentan. Nebenprodukte der Synthese lassen sich durch Waschen mit Petrolether von **2** abtrennen, das in reiner Form in gelben Kristallen erhalten wird. Hauptfragmentierungen des mit korrekter Isotopenverteilung auftretenden Molekül-Ions von **2** im Massenspektrum sind die Abspaltung von Isobuten (β -Eliminierung am Phosphor) und darauffolgend Ab-

spaltung von HCl. Das PtP₂Te-Ringgerüst fragmentiert erst nach Verlust aller Alkyl- und Chlorosubstituenten. Das ³¹P-NMR-Signal von **2** zeigt charakteristische Satelliten wegen $J(^{195}\text{Pt}^{31}\text{P}) = 3282$ und $J(^{125}\text{Te}^{31}\text{P}) = 325$ Hz. Die Verkleinerung von $J(\text{TeP})$ gegenüber dem Liganden **1** ist für Tellurophosphan-Chelatkomplexe offenbar charakteristisch⁴⁾, die bei **2** besonders ausgeprägte ³¹P-Hochfeld-Koordinationsverschiebung gegenüber **1** kann nicht als Hinweis auf eine besondere Platin-Tellur-Wechselwirkung gewertet werden⁴⁾. Ob sich **2** auch in seiner Reaktivität wie ein typischer „*cis*-Platin“-Komplex verhält, wird zur Zeit untersucht.

Wir danken Herrn Dr. B. Meyer und Frau M. Rundshagen sowie Herrn W. Schwarting für die FT-NMR- bzw. Massen-Spektren, der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie für finanzielle Förderung.

Experimenteller Teil

Die Versuche wurden unter Ausschluß von Luft und Feuchtigkeit durchgeführt. — ¹H-NMR: Varian EM 360, δ -Werte gegen TMS. — ³¹P-NMR: Bruker WP 80, ¹H-Rauschentkopplung, δ -Werte gegen 85proz. H₃PO₄. — MS: MAT 212, EI-Quelle. — IR: Perkin-Elmer 1430 in Nujol zwischen CsI-Platten.

Dichloro[tellurobis(di-tert-butylphosphan)]platin(II) (**2**)

a) 2.34 g (5.1 mmol) Bis(benzonitril)dichloroplatin(II) (Fa. Ventron, Karlsruhe) und 2.12 g (5.1 mmol) Tellurobis(di-*tert*-butylphosphan) (**1**)¹⁾ werden in 25 ml Dichlormethan suspendiert und 20 h bei Raumtemperatur gerührt (weitgehender Lichtausschluß). Danach werden Lösungsmittel und Benzonitril unter vermindertem Druck (bis 50 °C/0.1 hPa) entfernt. Der Rückstand wird 3 mal mit je 20 ml Petrolether (40–60) gewaschen und dann aus Dichlormethan/Pentan unter Kühlung zur Kristallisation gebracht, Ausb. 2.29 g (66%).

b) Entsprechend erhält man aus 0.50 g (1.9 mmol) Platindichlorid und 0.78 g **1** nach 20 h Rühren in 20 ml Toluol durch Aufarbeitung wie bei a) 0.63 g (49%) reines **2**.

2 ist gut löslich in CH₂Cl₂ und CHCl₃, wenig löslich in Pentan, Petrolether und Toluol. Gelbe Kristalle vom Schmp. 269 °C (Zers. ab etwa 260 °C). — MS (220 °C, 70 eV): $m/z = 684$ (35%, M⁺), 628 (4, M⁺ - C₄H₈), 592 (19, M⁺ - C₄H₈, -HCl), 536 (94, M⁺ - 2C₄H₈, -HCl), 500 (25, M⁺ - 2C₄H₈, -2HCl), 480 (42, M⁺ - 3C₄H₈, -HCl), 444 (27, M⁺ - 3C₄H₈, -2HCl), 388 (12, PtP₂H₂Te⁺), 386 (15, PtP₂Te⁺), 357 (3, PtPH₂Te⁺), 355 (5, PtPTe⁺), Basispeak 57 (C₄H₉). — ¹H-NMR: $\delta = 1.5$ (Pseudo-d-, $N(^{31}\text{P}^1\text{H}) = 16$ Hz). — ³¹P-NMR: $\delta = -29.7$ ($J(^{195}\text{Pt}^{31}\text{P}) = \pm 3282$; $J(^{125}\text{Te}^{31}\text{P}) \pm 325$ Hz). — IR: 280, 300 cm⁻¹ [$\nu(\text{Pt}-\text{Cl})$].

C₁₆H₃₆Cl₂P₂PtTe (684.0) Ber. C 28.10 H 5.31 Gef. C 28.07 H 5.28

Molmasse 684 (MS, 220 °C, 70 eV, ber. 685 mit ¹⁹⁵Pt, ¹³⁰Te, ³⁵Cl).

Das Isotopenmuster stimmt mit Berechnung überein.

¹⁾ W.-W. du Mont, Angew. Chem. **92**, 562 (1980); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **19**, 554 (1980).

²⁾ W.-W. du Mont, T. Severengiz und B. Meyer, Angew. Chem. **95**, 1025 (1983); Angew. Chem., Int. Ed. Engl. **22**, 983 (1983).

³⁾ W.-W. du Mont, R. Hensel und T. Severengiz, Phosphorus Sulfur **18**, 73 (1983).

⁴⁾ R. Hensel, W.-W. du Mont, R. Boese, D. Wewers und L. Weber, Chem. Ber. **118**, 1580 (1985).

⁵⁾ H. J. Gysling, Coord. Chem. Rev. **42**, 133 (1982).