

HOOFSTUK 5: GEVOLGTREKKINGS EN AANBEVELINGS

5.1 Inleiding

Die doel van hierdie studie was tweeledig. Die eerste deel was om die bekende prekatalisator Grubbs 1 te gebruik en 'n standaardstel KMR-parameters en -eksperimente op te stel. Daarna is hierdie parameters gebruik om die ander prekatalisatore so goed moontlik te karakteriseer. Die karakterisering is so suksesvol moontlik uitgevoer met die voordeel dat koolstof-toekennings gemaak is aan **5-10** wat nog nie tevore gedoen was nie.

5.2 Sintese van piridinielalkohololigande en Grubbs-tipe prekatalisatore

Die drie piridinielalkohololigande is volgens die literatuur gesintetiseer.⁽¹⁾ 1(2-piridiniel)sikloheksan-1-olato in sy onsuiver vorm was 'n olie voorgekom maar nadat dit in petroleum-eter geherkristalliseer is, het dit wit kristalle gevorm. Die persentasie opbrengste sal laer wees as wat in literatuur voorkom weens intense herkristallasie om die suiwerste moontlike produk te bekom. Die suiwerheid is deur die GC/MS bepaal.

Die eerste prekatalisator wat gesintetiseer is, het laer opbrengste gelewer as wat in literatuur gerapporteer is, naamlik **7** 24% teenoor 84% en **8** 45% teenoor 91%.⁽²⁾ Nadat die hoeveelheid litiuimsout aangepas is tot 'n 10% oormaat, is hoër opbrengste verkry as wat in literatuur gerapporteer is, naamlik **5** 61% teenoor 60%, **6** 77% teenoor 70% en **10** 38% teenoor 16%.⁽²⁾⁽³⁾ Prekatalisator **9** was vir die eerste keer gesintetiseer met 'n opbrengs van 33%.

5.3 Herhaalbaarheid van KMR-eksperimente

Hierdie eksperimente is ten minste drie keer herhaal. Die eerste twee herhalings was op 'n 5 mm PABBO BB- pylstif en 'n 5 mm TBI (trippel-resonans inverse breëband) 1H/31 pylstif. Met 'n TBI-pylstif is die ¹H-observasiewindings die naaste aan die KMR-buis. Die buitenste observasiewindings word gebruik om X-kerne waar te neem oor die wydste moontlike radiofrekwensie gebied en kan selfs gebruik word vir die studie van organometalkomplekse. Daar is twee nadele aan die pylstif. Eerstens moet die passing en verstelling met die hand

gedoen word en die resultate het dus gevarieer. Tweedens is die X-kernobservasiewindings verder weg vanaf die KMR-buis, wat nadelig is vir die lae natuurlike isotoop voorkoms van ^{13}C . Hierdie data is gedeeltelik bruikbaar maar die gebiede waar daar oorvleuelende pieke voorkom, soos in die aromatiesegebied, kon daar nie toekennings gemaak word nie. Die 5 mm PABBO BB-pylstif het beter ^{13}C resultate gelewer omdat die X-kernobservasiewindings die naaste aan die KMR-buis is. Die outomatiese verstelling en passing het ook bygedra tot die verbeterde resultate. In 'n soortgelyke studie het Hendrickx *et al.* 'n 5 mm TXI-Z pylstif gebruik en baie goeie resultate verkry.⁽⁴⁾

5.4 Aanbevelings

Moontlike studies wat uit hierdie studie kan volg:

- 'n Lae temperatuur ^{13}C -studie, wat rotasie sal verminder en dus die aantal waargeneemde koolstowwe sal verminder.
- 'n Temperatuur studie wat gebruik kan word vir die berekening van die energie wat benodig word vir rotasie.
- Vermindering van die spektraalwydte om te kan konsentreer op bv. slegs die benseengebied en dus beter sensitiwiteit lewer.
- 3D-eksperimente kan gedoen word sodat meer as een x-kern geobserveer kan word.
- Rutenium-metaal KMR kan na gekyk word, maar dit gaan problematies wees omdat dit hoogs simmetriese molekules benodig.
- Korrelasie tussen elektronegatiwiteit en chemieseverskuiwings.

5.5 Verwysings

- 1) Herrmann W.A., *J. Mol. Catal. A.*, 1997, **117**, 455.
- 2) Jordaan M., *Experimental and Theoretical investigation of New Grubbs-type Catalysts for the Metathesis of Alkenes*, PhD-thesis, (North-West University), 2007
- 3) Huijsmans C.A.A., *Modelling and synthesis of Grubbs-type complexes with hemilabile ligands*. MSc-dissertation (North West-University), 2009.
- 4) Hendrickx P.M.S., Drozdak R., Verpoort F. en Martins J.C., *Magn. Reson. Chem.*, 2010, **48**, 443.